

N° d'ordre :

MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR & DE LA RECHERCHE  
SCIENTIFIQUE



UNIVERSITE DJILLALI LIABES  
FACULTE DE GENIE ELECTRIQUE  
DEPARTEMENT D'ELECTRONIQUE  
SIDI BEL ABBES

# ***THESE***

# ***DE DOCTORAT***

***Présentée par*** Mr BELKORISSAT Redouane

***Spécialité :*** Electronique

***Option :*** Microélectronique

*Intitulée*

***Effet de la charge piégée sur le contraste de  
l'image obtenue dans le MEB***

*Soutenue le :* 02/07/2017

*Devant le jury composé de :*

***Président :*** A. Bouzidi, Pr, UDL – SBA.

***Examineurs :*** M. Sahnoun, Pr, Université de Mascara

R. Miloua, MC A, Université de Tiaret.

***Directeur de thèse*** N. Benramdane, Pr, UDL – SBA

***Année universitaire*** 2016-2017

---

## **Avant propos**

---

Je remercie infiniment, mon encadreur de thèse, Monsieur le professeur Benramdane Nouredine pour son aide et son soutien qui m'ont permis à réaliser ce travail de thèse.

Je remercie également les membres du laboratoire d'ingénierie et sciences des matériaux (LISM) de l'université de Reims, de France, qui ont mis à ma disposition tous les moyens matériels et scientifiques pour réaliser le travail de cette thèse. Je tiens aussi à les remercier pour leurs conseils qui sont les fruits de plusieurs années d'expériences dans le domaine de la caractérisation des matériaux par le microscope électronique à balayage (MEB), à citer en premier lieu : Monsieur le professeur Omar Jbara , ancien thésard du célèbre physicien Jean Jack Cazaux, pour la disponibilité et la compétence constante dont il a su faire preuve, et pour sa constante bienveillance à réunir les conditions les plus favorables possibles. Je tiens aussi à remercier Monsieur le professeur Aomar Hadjadj, directeur du laboratoire, et Monsieur Sébastien Rondot, membre du laboratoire, sans oublier, Jean Marck Patat, ingénieur du laboratoire.

Je remercie vivement Mademoiselle A. Bouzidi, professeur à l'université Djilali Liabes de Sidi Bel Abbes, d'avoir accepté d'assurer la présidence du jury de ma thèse.

Je remercie également Messieurs, A. Sahnoune, Professeur à l'université de Mascara, Milloua Redouane, Maitre de conference à l'université de Tiaret, d'avoir accepté à examiner ce travail.

## DÉDICACES

*Je dédie ce travail de thèse à mes parents.*

*À la mémoire de François Grillon, ancien chercheur à l'école des mines de  
Paris.*

## خلاصة

ان دراسة المواد العازلة بمجهر الكتروني للمسح هي مقيدة دائما بعبي ظواهر الشحن الكهربائي التي يمكن ان تؤثر سلبا أو إيجابا في المساهمة في التحليل الكمي والكيفي في المجهر الكتروني للمسح . ان ظواهر الشحن الكهربائي تستطيع ان تؤثر بشكل مباشر أو غير مباشر على إشارات الكشف التي تجمعها أجهزة الكشف التي تعمل داخل المجهر الكتروني للمسح. ان هذه الظواهر المعقدة والمتراعبة يمكن فقط دراستها في اللحظات الأولى من وقوعها خلال تشعع المواد العازلة في المجهر الالكتروني للمسح.

في هذه الأطروحة، استخدمنا جهاز تجريبي قادر على أن يوضع في غرفة مجهر الكتروني للمسح لهدف قياس كمية الشحنة الكهربائية المخزنة في المواد العازلة المشعة بمجهر الكتروني للمسح. هذا القياس يتألف من قياس تيارات النفوذ والتسرب خلال تشعع المواد العازلة في مجهر الكتروني للمسح. ان إضافة مقاومة التسخين الكهربائي لهذا الجهاز التجريبي مكنتنا من دراسة تأثير درجة الحرارة على قدرة المواد العازلة المشعة من تفريغ الشحنة الكامنة عن طريق حساب معامل الشحنة الكامنة. النقطة المهمة لهذا الجهاز أنه يمكن من الوصول إلى قيم معامل انبعاث الإلكترونات الثانوية المحسوبة من قياسات التيارات التسرب والنفوذ. ان المقارنة بين معامل انبعاث الإلكترون الثانوية مع الصور التي تم الحصول عليها لنفس الظروف سمحت لنا أن نتعرف على الظواهر الفيزيائية التي يمكن أن تمنع أو تحسن إشارات الكشف. ان استكمال هذه الدراسة بالتحليل الطيفي بواسطة الأشعة س لشروط القياس نفسها، وارتفاع درجة الحرارة، سمح لنا من دراسة تأثير الشحن الكهربائي على الظواهر الثانوية التي تحدث داخل العازل المشع مثل الامتزاز وتثريد بعض المواد الكيميائية. وقد أجريت هذه القياسات على اثنين من العوازل من أنواع مختلفة، الزجاج، وبولي إيثيلين تينترالفات.

## **Résumé :**

L'analyse des isolants irradiés dans le MEB par le faisceau d'électrons primaires, été toujours contraint par les phénomènes de charge qui peuvent contribuer positivement ou négativement sur l'analyse qualitative et quantitative en MEB, en agissant directement ou indirectement sur les signaux détectés par les détecteurs qui opèrent à l'intérieur du MEB. Ces phénomènes complexes et interdépendants ne peuvent être cernés qu'en les étudiant aux moments réels de leurs productions pendant l'irradiation de l'isolant dans le MEB.

Dans ce travail de thèse, nous avons utilisé un dispositif expérimental capable d'être placé dans la chambre objet du MEB, et qui permet de mesurer la quantité de charge piégée dans les isolants irradiés dans le MEB par la méthode d'influence électrostatique, qui consiste à mesurer les courants d'influence et de fuite pendant l'irradiation de l'isolant. L'équipement de ce dispositif expérimental par une résistance thermique, nous a permis d'étudier l'effet de la température sur l'aptitude de l'isolant irradié à décharger la charge piégée grâce au coefficient de la fraction de la charge piégée calculé. Le point marquant de ce dispositif expérimental c'est qu'on peut remonter aux valeurs des coefficients d'émissions des électrons secondaires calculés à partir des mesures des courants de fuite et d'influence. La comparaison entre le coefficient d'émission d'électrons secondaires calculé avec les images obtenues pour les mêmes conditions, nous a permis de connaître des phénomènes physiques qui peuvent empêcher ou améliorer leurs détectations. L'analyse spectrale par les rayons X en MEB pour les mêmes conditions de mesures et d'échauffements, nous a permis d'étudier l'effet de la charge sur les phénomènes secondaires qui se produisent à l'intérieur de l'isolant irradié, tels que la désorption et le déplacement de certains composants chimiques, et nous a permis aussi de mesurer le potentiel de surface résultant de la charge piégée. Ces mesures ont été effectuées sur deux isolants de types différents, le verre et le poly éthylène tétralphate.

# Sommaire

<b>INTRODUCTION .....</b>	<b>1</b>
<b>CHAPITRE I : ASPECTS FONDAMENTAUX DE L'INTERACTION ELECTRON SOLIDE .....</b>	<b>4</b>
<b>I) ASPECTS FONDAMENTAUX DE L'INTERACTION ELECTRON SOLIDE .....</b>	<b>5</b>
<b>I. 1) Volume d'interaction et profondeur de pénétration .....</b>	<b>5</b>
<b>I. 2) Les différentes émissions .....</b>	<b>5</b>
I. 2. 1) Les électrons rétrodiffusés .....	6
I. 2. 3) Les électrons secondaires .....	7
I. 2. 4) Coefficients d'émission totale .....	8
I. 2. 5) Emission des photons X.....	9
<b>CHAPITRE II : PHYSIQUE DES ISOLANTS.....</b>	<b>11</b>
<b>II) PHYSIQUE DES ISOLANTS.....</b>	<b>12</b>
<b>II. 1) Propriétés générales .....</b>	<b>12</b>
<b>II. 2) Interaction faisceau d'électrons primaires isolant dans le MEB.....</b>	<b>12</b>
II. 2. 1) Phénomènes microscopiques .....	12
<b>II. 2.) Création des défauts dans les isolants.....</b>	<b>14</b>
II. 2. 1. 3) Piégeage et transport de charge.....	15
II. 2. 1. 3. 1) Les différents processus .....	15
II. 2. 1. 3. 2) Mécanisme de conduction .....	16
II. 2. 1. 3. 3) Mobilité des charges dans un isolant désordonné .....	17
II. 2. 2) Phénomènes macroscopiques : Effet de charge .....	17
II. 2. 2. 1) Loi générale de la conservation du courant et de la charge induite.....	18
II. 2. 2. 2) L'auto régularisation et l'approche conventionnelle : signe de la charge induite .....	19
II. 2. 2. 3) Déflexion du faisceau primaire .....	20
II. 2. 2. 3. 1.) Déflexions partielle du faisceau.....	20
II. 2. 2. 3. 2.) Déflexions totale du faisceau (effet miroir).....	21
II. 2. 2. 4.) Modification chimique de la zone irradiée : .....	22

<b>II. 3.) Dépiégeage de charge :</b>	<b>23</b>
II. 3. 2) Dé piégeage thermique :	23
II. 3. 3) Dépiégeage sous l'action d'un champ électrique par effet Poole-Frankel	23
<b>II. 4) Application : Mesure de la charge piégée et du potentiel de surface</b>	<b>24</b>
II. 4. 1) Méthode spectroscopiques : Spectroscopie des rayons X	24
II. 4. 2) Méthode basée sur l'influence électrostatique	25
II. 4. 2. 1) Le dispositif expérimental	26
II. 4. 2. 1. 1) Description	26
II. 4. 2. 1. 2) Modèle du champ électrique induit et expression de K	27
II. 4. 2. 1. 3) Optimisation du dispositif	29
II. 4. 2. 1. 5) Procédure des calculs	30
II. 4. 2. 1. 6) Effet de la distance de séparation et de la constante diélectrique sur la variation de K	31
II. 4. 2. 4. 3) Effet de la hauteur de l'échantillon et de la distance de	33
II. 4. 2. 1. 7) Effet de la hauteur de l'échantillon et de la distance de travail sur la variation de K	33
II. 4. 2. 1. 8) Effet de la polarisation du détecteur des électrons secondaires et de la distance de travail sur la variation de K	35

**CONCLUSION ..... 36**

**CHAPITRE III : PRINCIPE DES DETECTEURS UTILISES EN MEB ..... 37**

**III) LES DETECTEURS UTILISES DANS LE MICROSCOPE ELECTRONIQUE A BALAYAGE 38**

<b>III. 1) Le détecteur d'Everhart et Thornley</b>	<b>38</b>
.....	39
III. 1. 3) Le scintillateur :	39
III. 1. 4) Le guide de lumière :	39
III. 1. 5) Le photomultiplicateur	40
<b>III. 2) Le détecteur à microcanaux</b>	<b>40</b>
<b>III. 3) Le spectrométrie de rayons X à sélection d'énergie EDS</b>	<b>41</b>
III. 3. 1) Le détecteur Si(Li)	41
III. 3. 2) Refroidissement du détecteur	42

**CHAPITRE IV : APPLICATIONS : ETUDE DE LA CHARGE PIEGEE DANS LES  
ISOLANTS SOUS L'EFFET DE LA TEMPERATURE ET SON RAPPORT AVEC LES  
IMAGES OBTENUES EN ELECTRONS SECONDAIRES ..... 44**

<b>IV. 1)</b>	<b>Introduction .....</b>	<b>45</b>
<b>IV. 2)</b>	<b>Préparation des échantillons.....</b>	<b>45</b>
<b>IV. 3)</b>	<b>Microscope électronique à balayage .....</b>	<b>45</b>
<b>IV. 4)</b>	<b>Le verre .....</b>	<b>46</b>
IV. 4. 1)	Mesure des courants .....	46
IV. 4. 1. 1)	Mesure des courants des fuites.....	46
IV. 4. 1. 2)	Mesure du courant d'influence : .....	48
IV. 4. 1. 3)	Mesure de la charge piégée.....	52
V. 4. 4)	Calcul du coefficient d'influence .....	54
V. 4. 5)	Calcul du Coefficient d'émission .....	55
<b>IV. 5)</b>	<b>CAS de PET .....</b>	<b>59</b>
IV. 5. 1)	Mesure des courants de fuite et des courants d'influence :.....	59
IV. 5. 1. 1)	Mesure des courants de fuite .....	59
V. 5. 1. 2)	Mesure du courant d'influence : .....	62
IV. 5. 2)	Mesure de la charge piégée : .....	63
IV. 5. 3)	Calcul du coefficient d'influence : .....	66
V. 5. 4)	Calcul du Coefficient d'émission .....	68
<b>IV. 5)</b>	<b>Conclusion.....</b>	<b>71</b>

**CHAPITRE V : ETUDE PAR LA SPECTROSCOPIE DES RAYONS X L'EFFET DE  
CHARGE SUR DES ISOLANTS IRRADIEES DANS LE MEB..... 73**

<b>V. 1)</b>	<b>INTRODUCTION .....</b>	<b>74</b>
<b>V. 2)</b>	<b>Cas du verre .....</b>	<b>74</b>
V. 2. 1)	Etude de l'effet de la température sur la spectroscopie des rayons X .....	74
V. 2. 2)	Mesure du potentiel de surface .....	79
<b>V. 3)</b>	<b>Cas du PET .....</b>	<b>81</b>
V. 3. 1)	Etude de l'effet de la température sur la spectroscopie des rayons X .....	81
V. 3. 2)	Mesure du potentiel de surface .....	85

V. 4) Conclusion.....	86
<b>CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVE .....</b>	<b>87</b>
<b>RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....</b>	<b>89</b>

## INTRODUCTION

Le microscope électronique à balayage est un outil puissant qui a permis depuis son invention d'analyser des échantillons de tous types, biologique, organique, et polymère à l'échelle du nano mètre, et a permis aussi, d'apporter des informations structurales sur les matériaux, des informations sur leurs compositions chimiques, la concentration et la définition du type des défauts, sans oublier son utilité pour l'élaboration de nouveaux matériaux. Des nouvelles performances et des innovations appréciables ne cessent d'être apportées de jours en jours au MEB par des différents fabricants du MEB à travers le monde, afin de faciliter et conforter au maximum son utilisation, et pour minimiser les problématiques rencontrées pendant l'analyse des échantillons dans le MEB, tel que : L'effet de charge, qui a des conséquences désastreuses sur la qualité des images en secondaires et sur la résolution des spectres en microanalyse X obtenus en MEB.

L'élaboration de nouveaux matériaux isolants dans le domaine aérospatiale, tels que : Des composants électroniques ou des matériaux d'isolation qui sont montés dans les satellites ou les navettes spatiales, a ouvert un nouvel horizon au MEB pour étudier les phénomènes de charge dans les isolants. En effet, ces matériaux isolants qui sont irradiés dans l'espace par les vents stellaires ou solaires, sont soumis aux phénomènes de charge et de décharge qui les places dans les conditions extrêmes de leurs fonctionnements, ce qui peut accélérer leurs vieillissements et leurs claquages, sans oublier les phénomènes catastrophiques qui peuvent se produire à tout moment de leurs charges. Ces mêmes phénomènes peuvent être reproduits et étudiés dans le MEB pendant l'irradiation d'un isolant avec un faisceau d'électrons primaires, ce qui rend la chambre du MEB, un laboratoire miniaturisé pour étudier les phénomènes de charges produits sur les isolants, dans un environnement qui a des dimensions et des conditions auxquelles sont contraints dans leurs milieux d'applications, et permettra de voir sur quels paramètres propres de l'isolant (composition, structure, dimensions) il faut agir pendant son élaboration afin qu'il puissent s'adapter à l'application souhaitée.

D'autres méthodes ont été élaborées pour injecter la charge dans les isolants tels que : L'utilisation d'une électrode en contact avec la surface, sauf que cette méthode présente l'inconvénient de l'influence de la nature de l'électrode en métal et les défauts induits à l'interface isolant/métal. Cette méthode comme d'autres méthodes proposées par des chercheurs, présentent aussi des inconvénients, et laissent l'injection de la charge dans l'isolant par l'irradiation dans le MEB, un meilleur moyen pour étudier le phénomène de charge dans les isolants. La bonne résolution spatiale d'un MEB favorise son choix, parce qu'elle permet de focaliser l'irradiation sur des zones de faibles dimensions latérales, et permet d'explorer les phénomènes qui se développent.

Trouver une méthode pour le dépiégeage des électrons piégés dans des isolants irradiés dans le MEB, est souvent nécessaire afin d'empêcher la création d'un champ électrique néfaste pour tous types d'analyses des isolants dans le MEB, sachant que l'apport d'une énergie externe supplémentaire et suffisante pour déplacer un électron coincé dans un piège, laisse à imaginer plusieurs formes d'énergies permettant de réaliser cette tâche. La difficulté majeure qui se pose pour le choix d'une forme de ces énergies, c'est les difficultés et les obstacles qui peuvent se poser et rencontrés pendant leurs applications au moment de l'irradiation de l'isolant dans le MEB. Pour écarter ces obstacles, notre choix s'est porté sur l'énergie thermique qui peut être apportée par un simple échauffement de l'échantillon pendant son irradiation dans le MEB, et cela à des températures qui ne dépassent pas la température de fusion de l'échantillon analysé, et à des portées qui n'altèrent pas le fonctionnement du MEB.

Dans ce travail de thèse nous avons étudié les phénomènes de charge et de décharge qui se produisent dans un isolant chauffé et irradié dans le microscope électronique à balayage. Deux méthodes ont été choisies pour cette fin : la méthode de spectroscopie des rayons X dans le MEB, utilisée pour mesurer le potentiel de surface résultant de la charge piégée dans les isolants irradiés dans le MEB, et qui permet de calculer la fraction de masse des éléments chimiques des échantillons, et une autre méthode basée sur le principe de l'influence électrostatique de la charge, cette méthode a été matérialisée sous forme d'un dispositif expérimental élaboré et placé au sein de la chambre objet du MEB, et qui permet de mesurer la quantité de charge piégée en mesurant les courants de fuite et d'influence..

Le premier chapitre de ce manuscrit est consacré à l'aspect théorique de l'interaction électron matière en général, où les différentes notions de cette interaction pour la gamme d'énergie utilisée dans le MEB sont mentionnées.

Au deuxième chapitre, nous évoquerons en particulier, l'interaction électron-isolant, où différentes notions pour ce type d'interaction sont mentionnées. Nous complétons ce chapitre par mentionner les différentes méthodes utilisées pour mesurer la charge piégée dans les isolants irradiés dans le MEB, où on a détaillé le dispositif expérimental utilisé dans cette étude pour mesurer la charge piégée. Afin d'optimiser son fonctionnement, nous présentons à la fin de ce chapitre, une étude par la méthode des éléments finis des différents paramètres qui peuvent affecter les mesures des courants obtenues à partir de ce dispositif expérimental.

Le troisième chapitre est consacré à apporter quelques notions et détails des différents détecteurs des électrons secondaire et rayons X utilisés dans le MEB.

Le quatrième chapitre présente une étude détaillée de l'évolution et du comportement de la charge piégée dans des isolants chauffés et irradiés dans le MEB, par le biais du dispositif expérimental développé pour ce but. Les coefficients d'émissions des électrons secondaires sont calculés et comparés avec les images en électrons secondaires obtenues pour les mêmes températures.

Enfin, le cinquième chapitre vient compléter l'étude menée au chapitre précédent, par une étude par la microanalyse X de l'effet de la charge piégée sur l'évolution de la fraction des éléments chimiques qui constituent les échantillons analysés, avec métallisation et sans métallisation. Dans cette étude, les potentiels de surface en fonction de la température sont mesurés et analysés pour les échantillons étudiés.

**CHAPITRE I : ASPECTS FONDAMENTAUX DE L'INTERACTION  
ELECTRON SOLIDE**

## I) Aspects fondamentaux de l'interaction électron solide

### I. 1) Volume d'interaction et profondeur de pénétration

Après la diffusion d'un faisceau d'électrons dans l'échantillon à analyser, les électrons subissent différents types d'interactions avec les atomes de la cible, responsables des signaux récoltés par les différents détecteurs placés dans l'enceinte de la chambre d'échantillon du MEB pour des analyses qualitatives et quantitatives. On cite parmi ces signaux : les électrons secondaires, les électrons rétrodiffusés, les électrons Auger, les rayons X. Ces interactions se résument en deux types d'interactions : interaction élastique dans laquelle l'électron est dévié de sa trajectoire initiale en interagissant avec le champ du noyau qui peut le rétrodiffuser après quelques interactions avec les atomes de la cible. Ces électrons sont qualifiés par des pertes d'énergie non significatives [1]. L'autre type d'interaction est l'interaction inélastique, qui au contraire de la première interaction, l'électron perd une partie de son énergie en interagissant avec les atomes de la cible. Ces pertes d'énergie servent à déclencher différents processus tels que : ionisation et excitation des électrons de cœur et de valence du milieu irradié, formation de pair électron-trou à partir de la bande de valence, formation d'excitons. A ces interactions primaires, s'ajoutent la décroissance radiative et non radiative des états ionisés et excités formés, ils conduisent à l'émission des photons et d'électrons Auger. Ces deux types d'interaction se succèdent en événements par un processus aléatoire jusqu'à une perte totale de l'énergie cinétique de l'électron primaire. L'endroit où ces différents type d'interactions se produisent est appelé le volume d'interaction, sa dimension latérale  $z_m$  (qui varie de quelques nano mètres à quelques micro mètres) dépend essentiellement de l'énergie cinétique du faisceau primaire et des propriétés physico-chimique de la cible. Sa variation est donnée par le modèle de Kanaya-Okayama par la formule suivante [2]:

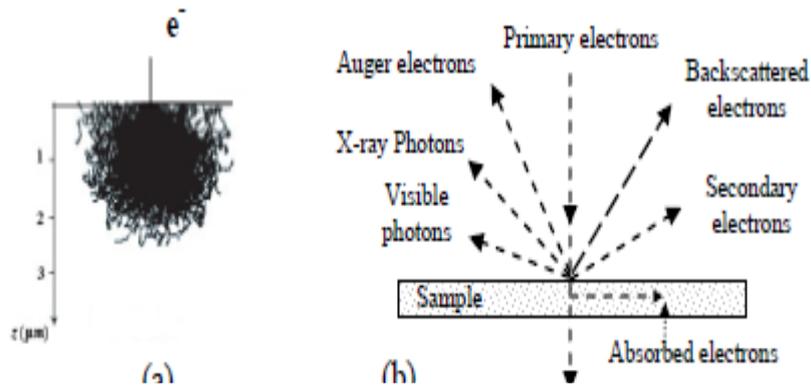
$$Z_m = \frac{0.0276 A E_0^{1.67}}{Z^{0.89} \rho} \quad (1)$$

Où  $\rho$  est la densité volumique,  $A$  est la masse atomique ;  $Z$  le numéro atomique ;  $E_0$  est l'énergie du faisceau d'électrons primaires.

### I. 2) Les différentes émissions

Dans le volume d'interaction, plusieurs émissions de natures différentes sont générées et sont montrés dans la figure (I. 1). Ces différentes émissions qui permettent une observation

et une analyse de l'échantillon par le microscope électronique à balayage, sont le résultat des interactions élastiques et inélastiques entre les électrons du faisceau primaire et les atomes de la cible:



**Fig (I.1) :** (a) Trajectoires électroniques dans l'alumine métallisé irradié avec un faisceau électronique d'énergie  $E=20$  keV [3]. (b) Les différents signaux d'émission résultants de l'interaction d'un faisceau d'électrons avec un échantillon dans le MEB

La profondeur d'émission de chaque type de signal est bien définie. On cite par exemple : les électrons Auger et les électrons secondaires qui proviennent des couches superficielles, les rayons X du fond continu et des raies caractéristiques proviennent des couches profondes.

### I. 2. 1) Les électrons rétrodiffusés

Les électrons rétrodiffusés sont des électrons du faisceau primaires qui ont subi des déviations importantes dues aux diffusions élastiques prédominantes avec la matière, ce qui fait que leurs énergies sont soit largement ou faiblement dissipées dans la cible, et peuvent provenir d'une profondeur de l'ordre de  $(R/2)$ , avec  $R$  qui désigne la profondeur de pénétration [4]. Les électrons rétrodiffusés sont caractérisés par le coefficient d'émission des électrons rétrodiffusés  $\eta$  défini par le rapport entre le courant des électrons rétrodiffusés  $I_r$  et le courant primaire  $I_0$ , des valeurs théoriques et expérimentales de  $\eta$  sont bien décrites par Joy [5] dont nous donnons quelques propriétés essentielles :

Pour les faisceaux d'électrons dont l'énergie est comprise entre 10 kV et 30 kV, le coefficient des électrons rétrodiffusés est indépendant de l'énergie du faisceau primaire.

Pour les faisceaux d'électrons de faible énergie, le coefficient des électrons rétrodiffusés diminue pour les cibles de faible numéro atomique et augmente dans le cas contraire.

### I. 2. 3) Les électrons secondaires

Les électrons secondaires sont issus des interactions inélastique entre les électrons du faisceau primaire et les atomes de la cible, caractérisés par leurs faibles énergies qui amoindrie leurs chances de quitter la cible en présence d'atomes et des pièges qui entourent leurs points de création. Le parcours de ces électrons est réussi si les trois processus qui l'accompagnent sont accomplis. Ces processus sont : génération, transport jusqu'à la surface de l'échantillon, et finalement, franchissement la barrière de potentiel. Issus du cortège électronique externe faiblement lié au noyau de l'atome de la cible et qui peuvent être émis par les atomes après qu'ils soient excités par les électrons énergétiques interagissant avec les atomes de la cible, cette dépendance d'interaction avec le faisceau d'électrons primaires leur permet d'être générés sur le parcours des électrons du faisceau primaire. La distribution en profondeur de leurs coefficients de production est proportionnelle aux énergies dissipées par le faisceau d'électrons primaires interagissant avec la cible. Cédant aussi une partie de leurs énergies aux atomes de la cible, seulement une partie de ces électrons peuvent prendre la direction de l'interface surface échantillon vide (environ la moitié due à l'isotropie de émission). L'interaction des électrons de la bande de conduction avec les phonons empêche aussi une autre partie des électrons secondaires de continuer leurs parcours, et finalement, seulement les électrons secondaires générés entre la surface de l'échantillon et une certaine profondeur définie par la profondeur d'échappement est concernée par l'émission. La longueur de cette profondeur est estimée à  $(5\lambda)$  où  $\lambda$  est le libre parcours moyen de l'électron secondaire [6]. La forte interaction entre électrons secondaires et phonon dans les isolants que dans le métal, rend la valeur de  $\lambda$  plus importante pour les isolants que pour les métaux ( $\lambda = 10-20$  nm pour isolant et 0,5-1 nm pour métal) [6]. Finalement, pour que l'électron secondaire franchisse l'interface échantillon-vide, l'électron secondaire doit posséder une énergie cinétique supérieure ou égale au travail de sortie dans le cas du métal ou à l'affinité électronique ( $\chi$ ) (l'énergie minimale nécessaire pour extraire un électron situé dans le bas de la bande de conduction et l'éjecter dans le vide) dans le cas d'un isolant ou un semi-conducteur. A titre d'exemple on cite quelques valeurs de  $\chi$  : pour l'alumine,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  et l'oxyde de silicium  $\text{SiO}_2$ , on la même valeur de l'affinité électronique  $\chi = 1\text{eV}$  [7]. Les électrons secondaires émis ne sont pas très énergétiques (leur énergie est entre 0 et 50 eV) et provient des régions proches de la surface. Le coefficient d'émission des électrons

secondaires ( $\delta$ ) est le rapport entre l'intensité du courant des électrons secondaires et l'intensité du courant des électrons primaires.

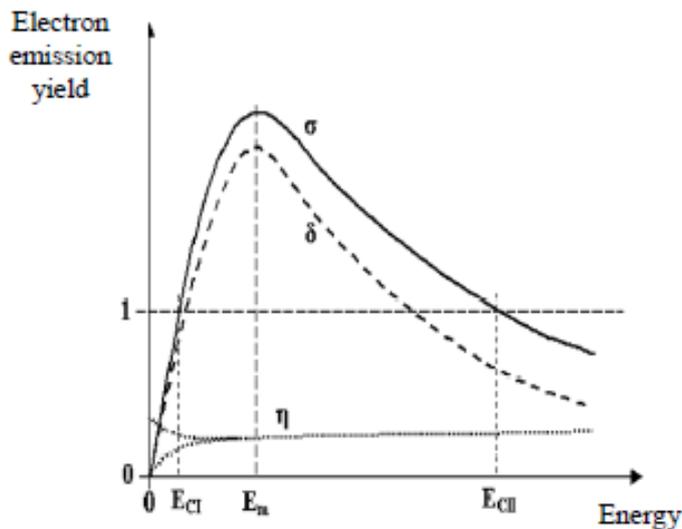
### I. 2. 4) Coefficients d'émission totale

Le coefficient d'émission total ( $\sigma$ ) est défini par la relation suivante :

$$\sigma = \delta + \eta \quad (2)$$

Où  $\eta$  est le coefficient d'émission des électrons rétro-diffusés et  $\delta$  est le coefficient d'émission des électrons secondaires.

La fig (I. 2) représente la variation du coefficient d'émission totale  $\sigma$  et de ces composantes  $\eta$  et  $\delta$  en fonction de l'énergie du faisceau primaire [8].



**Fig (I .2) :** Courbe de variation du coefficient d'émission totale  $\sigma$  en fonction de l'énergie du faisceau d'électrons primaire [8].

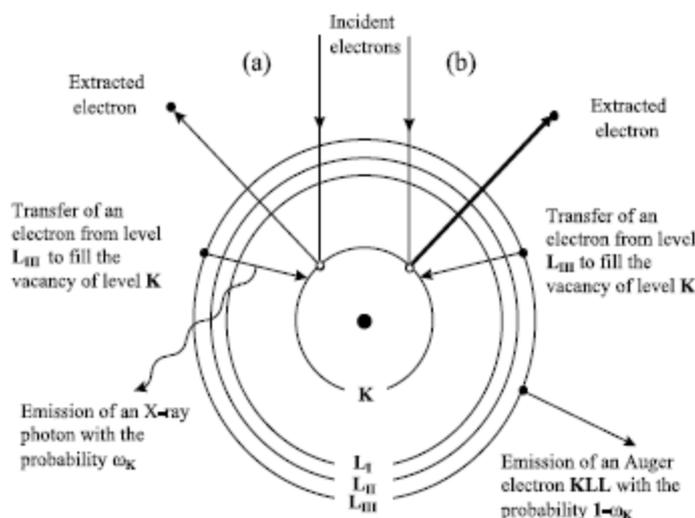
Sur cette figure, la forme de variation de  $\sigma$  est similaire pour tous les matériaux. On voit sur cette figure que la variation du coefficient des électrons rétrodiffusés est très faible et constant avec la variation de l'énergie du faisceau primaire, ce qui implique que la variation de  $\sigma$  est fortement dépendante de la variation du coefficient d'émission des électrons secondaires en fonction de l'énergie du faisceau primaire ( $E_0$ ). Les énergies notées  $E_{CI}$  et  $E_{CII}$  sont les énergies critiques qui correspondent à un coefficient d'émission total égal à l'unité, c.à.d : elles

correspondent aux cas où le courant entrant à l'échantillon est égale au courant émis par l'échantillon. Le maximum du courant d'émission est toujours compris entre ces deux énergies.

### I. 2. 5) Emission des photons X

Un électron de cœur de l'atome peut être éjecté après que ce dernier diffuse avec un électron énergétique incident, réémis par l'atome, qui passe vers un état excité, son emplacement initial devient inoccupé et peut être assimilé à une lacune. Pour que l'atome retourne vers son état d'équilibre (dé-excitation), deux émissions sont possibles, l'émission radiative (émission de rayon x) ou émission non radiative (émission d'électron auger).

Dans le premier cas, la lacune est comblée par la transition d'un électron provenant d'une couche externe de l'atome (la transition obéit aux règles de sélection de la mécanique quantique). La différence d'énergie mise en jeu pour cette transition est transférée à un photon X émis par l'atome. L'irradiation d'un échantillon par un faisceau d'électrons est donc accompagnée par l'émission des rayons X avec des énergies bien définies et qui caractérisent le matériau irradié. Ces émissions sont caractérisées par des raies caractéristiques sur le spectre des rayons X (voir fig I. 3).



**Fig (I .3) :** Ce schéma illustre les processus d'émission de (a) caractéristique photon X ou (b) l'émission des électrons Auger [8] .

Ce mécanisme constitue le principe de base de la micro-analyse des rayons X en MEB. Le spectre caractéristique des rayons X est accompagné par un spectre secondaire des rayons

X qui a la forme d'un fond continu, et qui est caractérisé par une faible intensité par rapport aux intensités des raies caractéristiques de l'échantillon analysé. Ce spectre provenant du ralentissement de l'électron incident par le champ magnétique fort provenant des noyaux de l'atome est appelé le spectre de (Bremsstrahlung). A noter que la gamme d'énergie balayée par ce spectre secondaire ne peut jamais dépasser l'énergie du faisceau primaire  $E_0$ . Deux applications importantes peuvent être tirées de ce spectre : Etalonner l'énergie du faisceau primaire dans le cas des métaux, et mesurer le potentiel de surface responsable du ralentissement du faisceau primaire avec un échantillon chargé, ce potentiel de surface est égale à la différence entre l'énergie extrême du spectre Bremsstrahlung (souvent appelé Douane-Hunt-limit) et l'énergie du faisceau primaire  $E_0$ [8].

**CHAPITRE II : PHYSIQUE DES ISOLANTS**

## II) Physique des isolants

### II. 1) Propriétés générales

Les isolants sont des matériaux qui conduisent un très faible courant par rapport aux conducteurs et aux semi-conducteurs, cette particularité est due à leur résistance importante et à leur large bande interdite si on les compare aux autres matériaux. Les isolants sont connus aussi par leurs faibles densités de porteurs de charge mobile malgré que leurs mobilités dépassent quelques fois celles des métaux. On note aussi que la présence des impuretés et des pièges dans les isolants n'est pas sans affecter le comportement de la charge qui se déplace dans un isolant. En effet, le champ électrique des zones proches des défauts et des impuretés subissent une perturbation importante et deviennent instables et finissent par piéger des charges qui les traversent, ces pièges sont présentés par des niveaux d'énergie localisés dans la bande interdite des isolants.

### II. 2) Interaction faisceau d'électrons primaires isolant dans le MEB

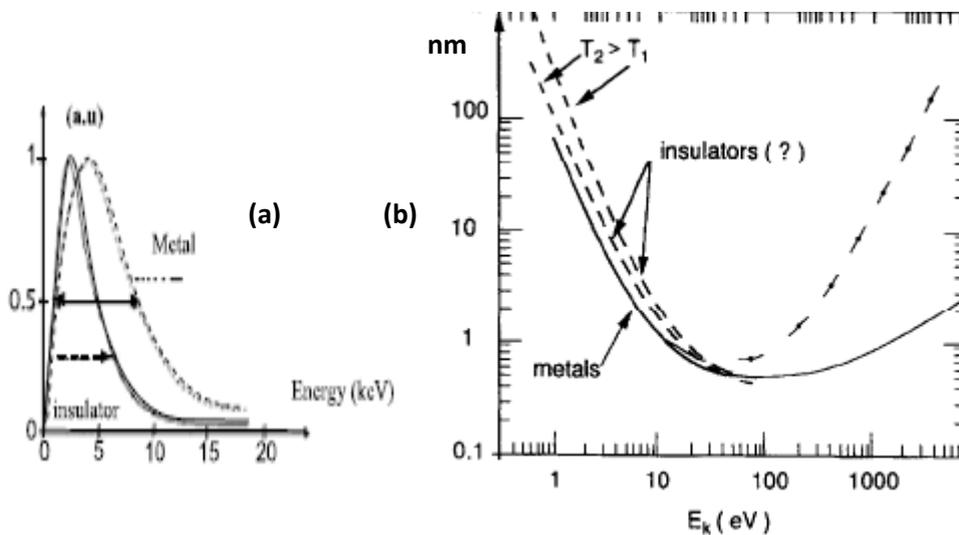
#### II. 2. 1) Phénomènes microscopiques

##### II. 2. 1. 1) Emission des électrons secondaires des isolants

Après l'interaction d'un faisceau d'électrons primaires avec un échantillon isolant, des paires électrons-trou sont créés au long de son parcours jusqu'à ce que l'énergie des électrons primaires se thermalise. Ces paires électron-trou sont soit créées directement après la transition de la bande de valence vers la bande de conduction, ou soit créées indirectement après la relaxation des plasmons [9]. Le nombre des paires électron-trou créés par électron incident d'énergie  $E_0$  est égale à  $n(e,t)=E_0/E(e,t)$ , avec  $E(e,t)$  est l'énergie nécessaire pour créer une paire électron trou et qui varie entre 10 eV et 25 eV [10]. Les électrons de très faible énergie résultants de la création des paires électron-trou et qui sont situés au voisinage du niveau bas de la bande de conduction, ne se recombinent pas spontanément avec les trous, et peuvent se déplacer dans l'isolant. Ces électrons peuvent être éjectés dans le vide si leurs énergies est supérieures à l'affinité électronique de l'isolant.

L'émission des électrons secondaires est modifiée dans les isolants par la présence de la charge piégée, et son étude devient difficile à cause de différentes modifications que peut subir

l'échantillon par l'effet du champ électrique induit par la charge piégée. Ce champ électrique dans certains cas peut dépasser les dizaines de MeV. On note aussi que la largeur de la bande d'émission des électrons secondaires pour un métal est plus importante par rapport à un isolant (10 eV pour métal contre 5 eV pour un isolant) [11] à cause du champ électrique dû à la charge piégée dans le volume d'interaction, et au champ électrique qui est dû à la présence des trous dans les couches trop proches de la surface de l'échantillon. Ces deux champs finissent par réorienter et retarder les électrons secondaires. Le coefficient d'émission maximale des électrons secondaires pour les isolants est par contre supérieur d'un ou deux ordres de grandeur par rapport à celui des conducteurs à cause de la faible densité des électrons dans la bande de conduction. La faiblesse de l'affinité électronique pour les isolants permet aux électrons secondaires d'avoir une profondeur d'échappement importante pour les isolants que pour les métaux ( $\lambda = 50-100$  nm pour les isolants et  $\lambda = 5-10$  nm pour les conducteurs). Cette profondeur peut diminuer en augmentant la température à cause de l'interaction des électrons secondaires avec les phonons, et aussi à cause de l'augmentation de l'énergie thermalisée de l'électron ( $E = kT$ ) qui représente le minimum d'énergie que peut atteindre l'énergie cinétique de l'électron après qu'il subit des pertes d'énergie successives résultantes des collisions inélastiques entre l'électron incident et les atomes de l'échantillon (fig II. 1).



**Fig (II .1) :** (a) Comparaison entre l'émission des électrons secondaires pour un métal et un isolant en fonction de l'énergie du faisceau primaire (b) Comparaison entre profondeur d'échappement des électrons secondaire pour un métal et un isolant pour deux température  $T_1$  et  $T_2$  avec  $T_2 > T_1$  [12].

## II. 2.) Création des défauts dans les isolants

L'interaction d'un faisceau d'électrons avec les électrons et les cœurs atomiques des isolants peut créer des défauts, qui se produisent après la rupture des liaisons atomiques des atomes après l'ionisation de leurs niveaux atomiques, ou soit après distorsion de l'échantillon qui résulte du déplacement des atomes, ce dernier cas n'est pas récurrente pour la gamme d'énergie utilisée dans le MEB, parce qu'elle demande une énergie importante qui est de l'ordre du MeV.

Après l'ionisation des niveaux d'énergies atomiques, des lacunes sont créées pendant un temps d'excitation très court ( de l'ordre de  $10^{-15}$ s), et des phénomènes de cascades des électrons résultants, des électrons Auger sont créés, impliquant ainsi de plus en plus de niveaux d'électrons externes, ce qui donne en final : des niveaux appauvris en électrons et qui seront repeuplés de nouveau par les électrons générés par la conduction pour les métaux, mais pour les isolants, ils vont garder leurs même population initiale en électrons à cause du manque d'électrons libres.

L'émission des électrons Auger peut être la cause de plusieurs ionisations, tel que : L'ionisation du niveau 1s de l'oxygène  $O^{2-}$  d'un oxyde irradié, et qui se transforme en  $O^0$  ( qui est dû essentiellement à l'émission des électrons Auger de l'atome d'oxygène), par contre pour le fluore, l'ionisation du niveau 1s du  $F^-$  le transforme en  $F^+$  (dû à l'émission Auger du Fluore). Il peut y avoir un réarrangement des électrons avec les atomes voisins mais avec une inversion de polarité (pour certains ions halogénures) et par conséquent, une inversion de l'énergie de Medlung [13-15] dont il résulte une expulsion des atomes de leurs sites et leurs désorptions vers le vide.

Dans le cas du silicium, les défauts sont généralement trois types de défauts :

Le premier, c'est le défaut de la lacune d'oxygène, ( neutre noté  $\equiv Si^- Si \equiv$ , ou positive désigné par  $E'$  et noté par la liaison  $\equiv Si^+ Si \equiv$ ) et qui est accompagné par une relaxation des atomes voisins. Ce type de défaut est favorable pour le cas de génération des trous d'une région de la bande de valence qui assure la liaison Si-O [16-19]. Le deuxième type de défaut, c'est le radical peroxyde ( $\equiv Si-O-O^-$ ) qui peut résulter de centre  $E'$ , ou des ponts de peroxyde ( $\equiv Si-O-O-Si \equiv$ ) [20-22], le troisième type de défaut est l'absence de la liaison entre les atomes d'oxygène ou de silicium [23]. Ces défauts sont dus à la rupture de la liaison entre l'oxygène et le silicium, et peuvent se produire après l'irradiation ou pendant l'élaboration du silicium. Dans

le cas du quartz, les défauts induits sont essentiellement des défauts du réseau cristallin induits par l'irradiation par les électrons primaires et qui favorisent la création des excitons responsables de la création des doubles lacunes d'oxygène sur les liaisons de peroxyde [24].

Dans le cas d'alumine, dans l'état fondamental, la configuration électronique de l'oxygène est proche de  $O^-$ . Dans le cas d'une lacune d'oxygène, cette distribution est couplée par une liaison très forte avec la vibration des atomes du réseau, formant ainsi des centres appelés des centres  $F^+$ , la capture par un centre  $F^+$  d'un électron localisé dans un niveau situé dans le gap forme un centre  $F^-$  (lacune d'oxygène occupée par deux électrons), le piégeage des électrons est favorable pour les niveaux de défauts de faibles énergies, et qui sont généralement proche du bas de la bande de conduction.

### II. 2. 1. 3) Piégeage et transport de charge

#### II. 2. 1. 3. 1) Les différents processus

Différentes approches ont été proposées pour expliquer le phénomène de conduction et de piégeage de la charge dans les isolants. La première approche est basée sur le principe de la grande résistance de l'isolant par rapport au courant électrique, et qui considère que la charge est fixée par un processus ohmique. La charge injectée peut circuler lentement, et après thermalisation, elle devient immobile. La propagation de la charge suit une loi exponentielle de la forme  $e^{-\frac{t}{\tau}}$ , dans laquelle, la constante de temps  $\tau = \epsilon\rho$  (ou  $\epsilon$  est la constante diélectrique du milieu,  $\rho$  est la densité de charge) caractérise cette propagation ( qui varie entre  $10^{-7}$  s jusqu'à quelques jours). Par contre cette méthode présente deux inconvénients majeurs : le premier c'est qu'on a trouvé que pour certains monocristaux qui subissent quelques traitements thermiques, qu'ils ne se chargent pas à la température ambiante, et le deuxième, est que la résistivité de l'isolant ne peut pas expliquer le phénomène de piégeage de la charge à par la loi d'Ohm. En effet, la résistivité peut être appliquée aux électrons intrinsèques de l'isolant et non pas aux électrons extrinsèques qui sont responsables du piégeage de la charge dans l'isolant.

Une autre approche a été proposée pour décrire le phénomène de transport et le piégeage de la charge. Ce principe est basé sur les transitions énergétiques dans le diagramme des bandes d'énergie, où la localisation des états d'énergies dans le gap correspond à la présence de défauts dans l'isolant (défauts comme impuretés, dopants). L'inconvénient de cette méthode c'est qu'elle ne décrit pas la polarisation autour du défaut ni le changement thermodynamique mis

en évidence par Maya. Finalement la meilleure approche qui décrit le transport de charge dans les isolants est celui du Polaron [8].

La probabilité pour qu'un électron soit piégé dans l'isolant est une fonction croissante avec la densité des défauts présents dans l'échantillon. L'énergie de piégeage augmente avec le désordre cristallin ou en passant d'un état mono cristal vers un état amorphe.

Pour un isolant monocristal parfait (qui ne contient pas de défauts et d'impuretés), le piégeage de la charge se fait seulement sur la surface de l'échantillon, et pour un isolant parfait, la charge injecté est évacuée immédiatement vers la masse et aucune charge ne sera localisée ou piégée [25-27].

### **II. 2. 1. 3. 2) Mécanisme de conduction**

D'après Austin et Mott [8], la charge qui se déplace dans un isolant, emporte avec elle le nuage de polarisation comme si elle était une particule lourde de masse effective donnée.

Généralement on distingue deux mécanismes de conduction : une conduction par bande et une conduction par saut. La transition entre ces deux mécanismes se fait à une température ( $T_f = T_D / 2$ ) ;  $T_D$  représente la température de Debye

#### **II. 2. 1. 3. 2. 1) Conduction à basse température ( $(T_f < T_D / 2)$ )**

A basse température, la charge se déplace par un mécanisme de conduction par bande, qui ne nécessite pas l'énergie d'activation. La mobilité ( $\mu$ ) d'un électron dans la bande de conduction est définie par  $\mu = e\tau/m^*$ , ou  $\tau$  est le temps moyen entre deux collisions. Tous les états de la bande polaronique qui sont inférieurs à  $kT$  sont remplis, ce qui donne l'expression de la mobilité qui suit la relation suivante :

$$\mu = \frac{e a^2}{\hbar^2} \tau \frac{J_p}{K_B T} \quad (3)$$

Avec  $a$  : paramètre de maille,  $J_p$  : la largeur de la bande polaronique.

$\tau$  temps moyen entre deux collisions. Cette relation signifie que la mobilité varie à l'inverse de la température absolue.

### II. 2. 1. 3. 2. 2) Conduction à haute température ( $(T_f > T_D / 2)$ )

A haute température, la charge suit un mécanisme de conduction par saut (hopping) de sites polaroniques vers d'autres sites polaroniques. Ce mécanisme de conduction demande la traversée d'une barrière d'énergie  $W_H$  qui peut être fournie par les phonons (activation thermique)

La mobilité dans ce cas s'exprime par  $\mu = \mu_0 \exp(-\frac{W_H}{K_B T})$ . Où  $W_H$  est l'énergie de saut entre les différents sites polaroniques adjacents.

### II. 2. 1. 3. 3) Mobilité des charges dans un isolant désordonné

La mobilité  $\mu_c$  d'un isolant qui contient un désordre est fonction de la fraction de la charge qui se déplace dans les états étendus de la bande de conduction ( $f_{ext}$ ) et de la fraction de la charge qui se déplace dans les états localisés dus au désordre ( $f_{hop}$ ). Si  $\mu_{ext}$  est la mobilité des électrons qui se déplacent dans les états étendus, et  $\mu_{hop}$  représente la mobilité des électrons dans les états localisés dus au désordre, alors  $\mu_c$  est donné par la relation suivante :

$$\mu_c = f_{ext} \mu_{ext} + f_{hop} \mu_{hop} \quad (4)$$

Le degré de désordre s'exprime par le rapport  $N_d / N_a$ , où  $N_d$  représente la densité des états de défauts et  $N_a$  représente la densité des états atomiques. Le passage d'un état ordonné vers un état désordonné transforme l'expression (4) en fonction d'un seul terme qui domine (en fonction du premier terme dans le cas de la présence de l'ordre, et fonction du deuxième terme en cas du désordre), ce qui fait passer  $\mu_c$  par un minimum qui correspond à une accumulation de charge importante [8].

### II. 2. 2) Phénomènes macroscopiques : Effet de charge

Le point commun que partagent les isolants, c'est que la faible densité de charge que contient leurs bandes de conduction, qui ne leur permet pas de compenser le déficit de charge résultant de l'irradiation de l'isolant par le faisceau d'électrons primaires dans le MEB. Par conséquent deux phénomènes majeurs peuvent se produire : Le premier c'est la déflexion du faisceau d'électrons primaires par le champ électrique intense résultant du piégeage des charges positives et négatives créées dans l'isolant après son irradiation par le faisceau d'électrons primaires dans le MEB. Dans ce cas, l'émission des électrons secondaires et des rayons X se trouvent modifiées sous l'effet de cette charge, cela se résume par des distorsions des images

en électrons secondaires, ou une modification des pics des raies caractéristiques dans le spectre des rayons X. Le deuxième phénomène qui peut se produire c'est la modification chimique de l'échantillon, comme par exemple la désorption de certains types d'ions à cause du champ électrique résultant du piégeage des charges dans les isolants irradiés dans le MEB.

### II. 2. 2. 1) Loi générale de la conservation du courant et de la charge induite

La charge totale piégée dans les isolants résulte de la compétition entre l'émission des électrons, le transport de la charge et son piégeage dans l'isolant irradié.

La loi de conservation du courant peut s'écrire comme suite

$$I_0 = I_\sigma + I_L + \frac{dQ}{dt} = \sigma I_0 + I_L + \frac{dQ}{dt} \quad (5)$$

Où  $I_0$  est l'intensité du courant primaire,  $I_0$  est l'intensité du courant total d'émission,  $I_L$  c'est le courant de fuite résultant l'écoulement des électrons vers la masse du pico-ampèremètre,  $dQ/dt$  est la variation de la charge piégée en fonction du temps pendant la période de charge,  $\sigma$  est le coefficient d'émission totale des électrons.

La charge piégée  $Q$  peut être positive ou négative. Le signe de cette charge dépend de la balance entre les charges résultantes de l'émission des électrons secondaires, et les électrons du faisceau primaire qui se piègent dans l'échantillon irradié.

La charge positive qui résulte de l'émission des électrons secondaires, est localisée sur des profondeurs qui sont de l'ordre de la distance d'échappement des électrons secondaires. La charge négative par contre est localisée dans une profondeur égale à  $R$  qui est la profondeur de pénétration du faisceau d'électrons primaires à l'intérieur de l'échantillon. La charge globale de l'échantillon va dépendre de l'énergie du faisceau d'électrons primaire  $E_0$ .

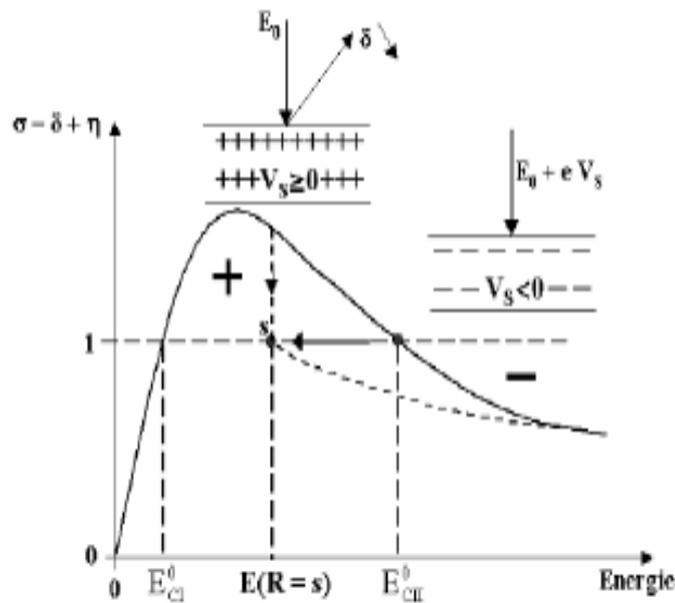
A partir de l'équation (5), on peut obtenir le coefficient d'émission total qui est donné par l'équation suivante :

$$\sigma = 1 - \frac{I_L}{I_0} - \frac{dQ}{I_0 dt} \quad (6)$$

## II. 2. 2. 2) L'auto régularisation et l'approche conventionnelle : signe de la charge induite

Pendant qu'un isolant est soumis à une irradiation par le faisceau d'électrons primaires, une compétition se produit entre les charges positives résultantes de l'émission des électrons secondaires et des charges négatives résultantes du piégeage de la charge dans l'isolant irradié. Pendant l'absence du courant de fuite, une compensation se produit entre les deux courants, jusqu'à ce que le courant entrant est égale au courant sortant. Si l'état initial est caractérisé par  $(\eta + \delta > 1)$ , la charge positive de la surface crée un potentiel positif réoriente les électrons secondaires émis de l'échantillon vers la surface en sens inverse (sens en direction du volume de l'échantillon). Dans le cas où l'état initial est caractérisé par  $(\eta + \delta < 1)$ , l'excès de la charge négative rend le potentiel de surface négative, les électrons secondaires seront orientés et accélérés vers la surface et les électrons incidents seront retardés par le potentiel de surface négatif. Leur énergie devient égale à l'énergie effective  $E_f = E_0 + qV_s$  (avec  $V_s < 0$  et  $q = 1.6 \times 10^{-19}$  C). Dans ce cas l'émission des électrons secondaires augmente jusqu'à atteindre l'état d'équilibre.

L'auto-régularisation de la charge (le gel ou l'augmentation de l'émission des électrons secondaires) est le principe de l'approche conventionnelle qui définit le signe total de la charge piégée suivant la variation du coefficient d'émission des électrons secondaires par rapport à l'énergie du faisceau primaire, c.à.d :  $\delta = f(E_0)$ . Dans cette approche le potentiel de surface est positif pour l'énergie du faisceau primaire  $E_0$  compris entre deux énergie critique  $E_{CI}$  et  $E_{CII}$  pour lesquels  $(\eta + \delta > 1)$ , voir (fig (II. 2))°, et négatif pour  $E_0 > E_{CII}$  ou pour  $E_0 < E_{CI}$ . Des contradictions ont été observées pour cette approche, ou des signes de charges négatives ont été obtenues pour des énergies du faisceau primaires inférieures à  $E_{CII}$  pour certain mono-cristal et en utilisant la méthode d'impulsion du faisceau qui empêche le piégeage des électrons secondaires [28]. Un modèle a été proposé par Cazaux pour surmonter la contradiction que présente l'approche conventionnelle, où l'énergie critique  $E_{CII}$  est remplacé par  $E (R=3S)$ , c.à.d l'énergie qui correspond à une profondeur de pénétration égale à trois fois la distance d'échappement, voir fig (II. 2) [28, 29].



**Fig (II .2) :** Présentation du modèle conventionnel avec le model modifié dans lequel  $E_{CII}$  est changée par  $E(R=s)$  dans la courbe  $\sigma=f(E_0)$  [28, 29].

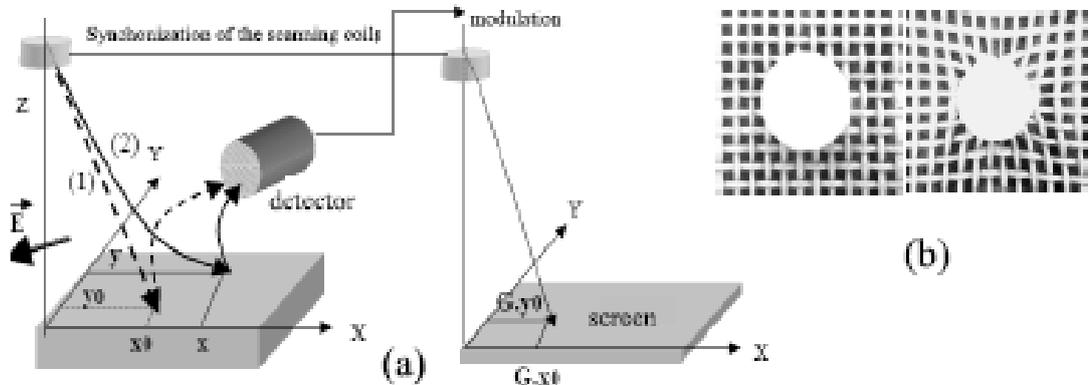
### II. 2. 2. 3) Déflexion du faisceau primaire

Le faisceau d'électrons interagissant avec une cible chargée peut être défléchi de son parcours initial sous l'effet du champ électrique important induit par la charge piégée à l'intérieur de l'isolant ; La déflexion peut être partielle ou totale suivant l'intensité du champ électrique. que rencontre le faisceau d'électrons primaires. Ces deux déflexions présentent un inconvénient majeur de l'analyse qualitative des images ou en microanalyse et peuvent être utilisées pour extraire des informations sur la charge piégée et le potentiel de surface.

#### II. 2. 2. 3 1.) Déflexions partielle du faisceau

La formation de l'image dans le MEB est due à la synchronisation entre le balayage du faisceau d'électrons sur la surface de l'échantillon et l'écran de visualisation. Chaque point sur l'écran  $(G_{x0}, G_{y0})$  correspond à un point sur l'échantillon  $(x_0, y_0)$  ou  $G$  représente l'agrandissement de l'image (voir fig (II. 3)). Le champ électrique due au piégeage de la charge dans l'isolant irradié va positionner le faisceau à la position  $(x, y)$  au lieu de la position  $(x_0, y_0)$ , mais cette nouvelle position reste toujours synchronisée avec la position  $(G_{x0}, G_{y0})$ , ce qui

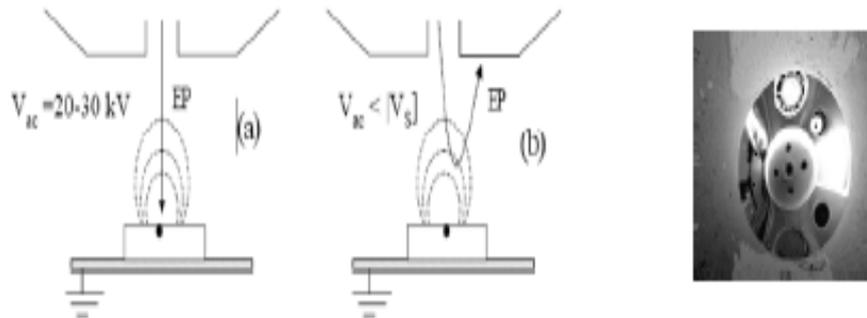
donne en conséquence une désynchronisation qui apparaît sous la forme de distorsion de la zone balayée par la faisceau.



**Fig (II .3) :** (a) Principe de formation de l'image dans le microscope électronique à balayage (1) trajectoire de l'électron dans le cas de l'absence d'un champ électrique perturbateur (2) trajectoire de l'électron dans le cas de présence d'un champ électrique perturbateur E. (b) Dynamique de la distorsion de l'image d'une grille sphérique (l'image à gauche obtenue à une durée de 0s et l'image à droite obtenue après une durée de 70s) [8].

### II. 2. 2. 3 2.) Déflections totale du faisceau (effet miroir)

Dans le cas extrême qui défléchi la totalité du faisceau primaire (effet miroir). Cette déflexion se produit après que l'énergie du faisceau d'électrons primaires soit inférieure au potentiel de surface résultant du piégeage de la charge dans la zone irradiée de l'isolant. Ce dernier joue le rôle d'une miroir électrique, et l'image observée contient l'image des pièces polaires de la chambre échantillon du MEB (fig (II. 4))



**Fig (II .4) :** Principe de la méthode miroir (a) injection de la charge (b) mesure du potentiel de surface  $V_{ac} < V_s$  [29]. (c) L'image obtenue par effet miroir [8].

#### II. 2. 2. 4.) Modification chimique de la zone irradiée :

La présence de la charge piégée à l'intérieur de l'isolant peut provoquer des ruptures diélectriques à cause du champ électrique intense qui en résulte et qui peut provoquer aussi des modifications de la concentration des éléments présents à l'intérieur de l'échantillon tel que la migration des ions mobiles comme celui observé pour les atomes de sodium dans les verres ou leur concentration évolue pendant la période de l'irradiation. Le champ électrique résultant de la charge piégée peut provoquer aussi l'effet de désorption des atomes de l'échantillon vers le vide de la chambre échantillon ou en formant des couches supérieures comme celles observées pour le KCl ou une couche métallique isolé du chlore a été formée pendant l'irradiation résultant de la désorption des atomes de chlore et qui favorise la formation d'une surface de charge négative [30-32].

### II. 3.) Dépiégeage de charge :

Les charges piégées peuvent être dépiégées si une énergie suffisante est apportée au système. Citons en particulier le dépiégeage thermique et le dépiégeage sous l'effet d'un champ électrique qui abaisse l'énergie des pièges :

#### II. 3. 2) Dé piégeage thermique :

Ce dépiégeage consiste à apporter l'énergie nécessaire pour déplacer un électron piégé placé au niveau d'énergie négative  $-E_a$ , dans la bande interdite, vers le niveau bas de la bande de conduction et qui suit la statistique de Boltzman  $\exp(-E_a / kT)$ . Le phénomène de dépiégeage est compliqué, surtout après la publication des travaux récents qui montrent la succession entre le phénomène endothermique et isothermique par suite les phénomènes de piégeage et de dépiégeage des électrons. Le premier correspond au phénomène d'attraction du réseau qui forme un état métastable et se relaxe en libérant la chaleur après le dépiégeage de la charge [33].

#### II. 3. 3) Dépiégeage sous l'action d'un champ électrique par effet Poole-Frankel

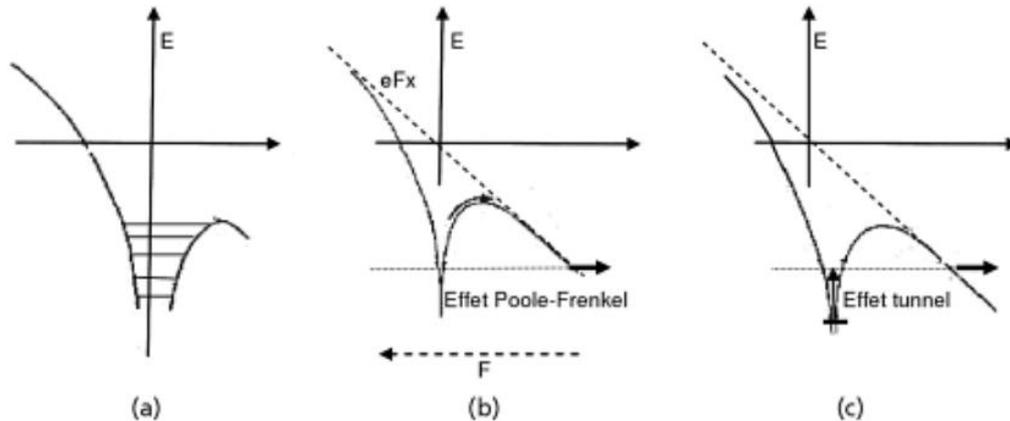
Ce phénomène décrit l'abaissement de la barrière de potentiel à franchir par une charge piégée dans un puits de potentiel en présence d'un champ électrique  $F$ , l'énergie nécessaire pour dépiéger la charge dans ce cas, est atténuée d'une valeur définie par  $\Delta E_{PF}$  par rapport à l'énergie d'activation en absence d'un champ électrique  $E_T$ , qui devient  $E_a = E_T - \Delta E_{PF}$ .  $\Delta E_{PF}$  est obtenue par le calcul du potentiel à l'extrémum local du potentiel en  $r_0$ . Ce qui donne  $\Delta E_{PF} = \beta_{PF} F^{1/2}$  ou  $\beta_{PF}$  est la constante de Poole-Frankel :

$$\beta_{PF} = 2 \frac{e^{3/2}}{(4\pi\epsilon_0\epsilon_r)^{1/2}} \quad (7)$$

$\epsilon_r$  est la constante diélectrique statique du matériau.

La diminution de la barrière est d'autant plus forte que la permittivité est faible. La charge peut être dépiégée immédiatement si l'énergie d'activation du piège est inférieure à la diminution de la barrière du potentiel ( Fig (II. 5)). Par conséquent, le dépiégeage est important dans les endroits de l'échantillon où le champ électrique résultant de la charge piégée dans l'isolant est important, c.à.d, aux alentours des endroits de charges, lorsque la densité de charge

atteint une valeur critique provoquant le dépiégeage. L'échantillon va libérer de l'énergie sous forme d'une agitation thermique qui peut agir sur le vieillissement de l'échantillon et dans les cas extrêmes, on assiste à une émission des ondes de choc qui peuvent provoquer des phénomènes catastrophiques (claquage diélectrique, rupture diélectrique, usure, etc....) [33].



**Fig (II .5) :** Puits de potentiel en présence d'un champ électrique E (a) Effet Pool-Freinkel (b) Effet Tunnel et Pool-Freinkel (c) Effet Tunnel favorisé par Excitation thermique [33].

## II. 4) Application : Mesure de la charge piégée et du potentiel de surface

### II. 4. 1) Méthode spectroscopiques : Spectroscopie des rayons X

Cette méthode est basée sur la mesure de l'énergie maximale des rayons X dans le spectre du fond continu des rayons X, émis par l'isolant irradié (phénomène de Bremstrahlung ). Cette énergie appelée la Douane-Hunt-Limit (DHL) est égale  $E_0+qV_s$ , au lieu de  $E_0$  qui est l'énergie du faisceau d'électrons primaire, avec  $V_s$  est le potentiel de surface négatif,  $q$  est la charge élémentaire. Le potentiel de surface  $V_s$  est déduit à partir du déplacement vers les basses énergies de la limite du fond continu (DHL), et qui est dû au ralentissement du faisceau d'électrons primaires dans le vide de la chambre échantillon par le potentiel de surface résultant du piégeage de la charge à l'intérieur de l'isolant irradié. Ce ralentissement se produit avant que le faisceau d'électrons primaires interagisse avec la surface chargée de l'échantillon. Connaissant

l'accélération du faisceau d'électrons primaires  $V_{ac}$ , et la limite supérieure du fond continu  $E_{sup}^X$  (l'énergie effective du faisceau incident), le potentiel de surface est donné par la relation suivante :

$$|V_s| = V_{ac} - \frac{E_{sup}^X}{q} \quad (8)$$

L'inconvénient majeur que présente cette méthode est la distorsion du spectre qui se produit lorsque le potentiel de surface devient important, à cause de l'effet des signaux parasites provenant des pièces polaires et qui interagissent avec les bords de la surface de l'échantillon, et qui donne l'énergie du (DH) supérieure à  $q(V_{ac}-V_s)$  [8].

#### II. 4. 2) Méthode basée sur l'influence électrostatique

Si on place une charge  $Q$  à côté de l'extrémité d'un conducteur, une charge  $Q'$  opposée à  $Q$  est créée sur la surface du conducteur avec une diminution d'un facteur  $K$  appelé le coefficient d'influence électrostatique (c.à.d  $Q' = K Q$ ). Le déplacement de cette charge dans un conducteur lié à la masse, se fait dans la direction de la masse si cette charge est négative et dans le sens contraire dans le cas où la charge est positive. L'intensité du courant de déplacement résultant de la variation de la charge image, est proportionnelle à la variation de la charge piégée ( $\frac{dQ}{dt}$ ) dans l'isolant irradié, et qui est donnée par la relation suivante :

$$I_{inf} = \frac{dQ'}{dt} = K \frac{dQ}{dt} \quad (9)$$

La mesure de ce courant est appelée courant d'influence électrostatique, la charge  $Q$  représente la charge piégée dans l'échantillon irradié [33, 34].

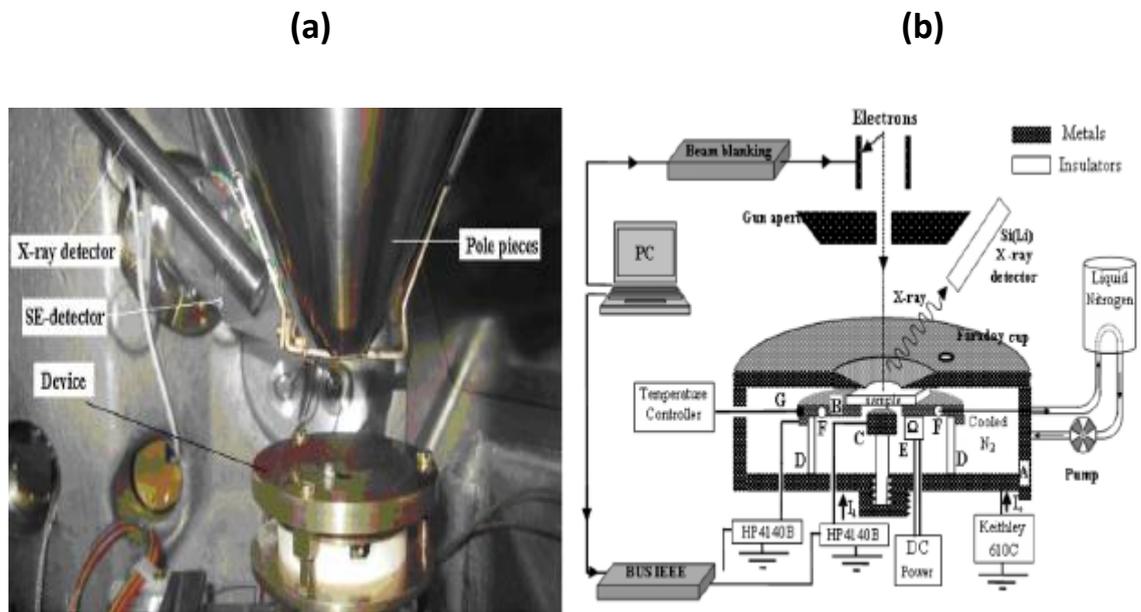
L'équation (9) nous permet de remplacer  $dQ / dt$  par  $I_{inf} / K$ , ce qui nous permet réécrire l'expression du coefficient d'émission total  $\sigma$  (donnée par l'équation (6)) en fonction du coefficient d'influence ( $k$ ) sous la forme suivante :

$$\sigma = 1 - \frac{I_L}{I_0} - \frac{I_{inf}}{K I_0} \quad (10)$$

## II. 4. 2. 1) Le dispositif expérimental

### II. 4. 2. 1. 1) Description

Le dispositif expérimental utilisé est représenté sur la Fig (II. 6) . Ce dispositif a subi plusieurs modifications depuis son élaboration. Les dernières modifications sont l'enfermement du dispositif expérimental par un couvercle placé dans la partie supérieure du dispositif qui permet de couvrir la surface de l'échantillon, à part la zone irradiée et ainsi empêcher des signaux parasites (électrons secondaires et rétrodiffusés émis par les parois de la chambre objet du MEB) d'interagir avec la surface de l'échantillon. La deuxième modification qu'a subie l'échantillon c'est l'addition d'une plaque métallique qui sert à la fois de support pour l'échantillon et une électrode pour mesurer le courant de fuite de l'échantillon,  $I_L$ . Ce dispositif, installé dans le MEB, a la forme d'une enceinte cylindrique en métal (fabriquée en laiton) (voir fig ( II. 6)) munie d'un trou circulaire de diamètre 3.8 mm au centre de sa surface supérieure (qui forme le cache du dispositif). Cette enceinte est liée à la masse pour évacuer les charges résultantes des signaux parasites et aussi pour évacuer le courant induit de la charge piégée dans l'échantillon ce qui permet d'empêcher les perturbations dans la mesure des courants.



**Fig (II.6) :** (a) photo du dispositif expérimental placé à l'intérieur de la chambre échantillon (b) Vue faciale du dispositif utilisé pour mesurer le courant de fuite et le courant image

L'électrode en cuivre (C) : c'est une électrode réglable placée au-dessous de la surface inférieure de l'échantillon et permet de créer une charge image sur celui-ci. Son évolution au cours du temps crée un courant d'influence qui est mesuré en branchant cette électrode avec un pico-ampèremètre. Cette électrode est placée au milieu de l'enceinte métallique (A) sur un cylindre isolant en téflon permettant d'éviter tout contact électrique entre (C) et (A).

L'électrode (B), destinée à la mesure du courant de fuite  $I_L$ , est une plaque circulaire également en cuivre d'épaisseur 0.5 mm, et 5 cm de diamètre pour le contour externe et de 1 cm pour le contour interne. La surface supérieure de l'échantillon est séparée du cache par une certaine distance (0,5 mm) pour éviter tout contact avec celui-ci.

### II. 4. 2. 1. 2) Modèle du champ électrique induit et expression de K

Dans le but de trouver une expression analytique du facteur d'influence K, correspondant au dispositif expérimental utilisé pour mesurer la charge piégée à partir des mesures de la charge image et du coefficient d'influence, un modèle de distribution de champ a été proposé. Dans ce modèle l'échantillon est considéré métallisé est distant d'une distance h par rapport à l'électrode qui mesure l'électrode d'influence. La distribution de charge est considérée homogène dans un cylindre de hauteur R qui est la profondeur de poire d'interaction (Fig (II. 7)) [34]. Ce modèle proposé implique une distribution du champ électrique suivant l'axe z où le calcul du potentiel est obtenu à partir de la relation suivante :  $E_z = -\frac{\partial V}{\partial z}$  et les conditions aux limites imposent :  $V(0)=V(h)=0$ .

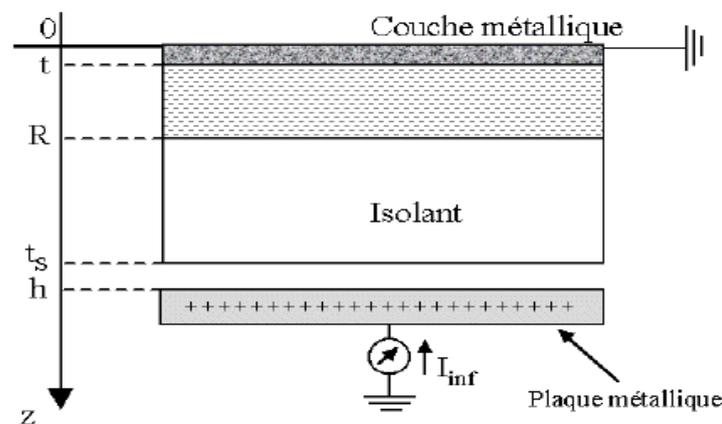
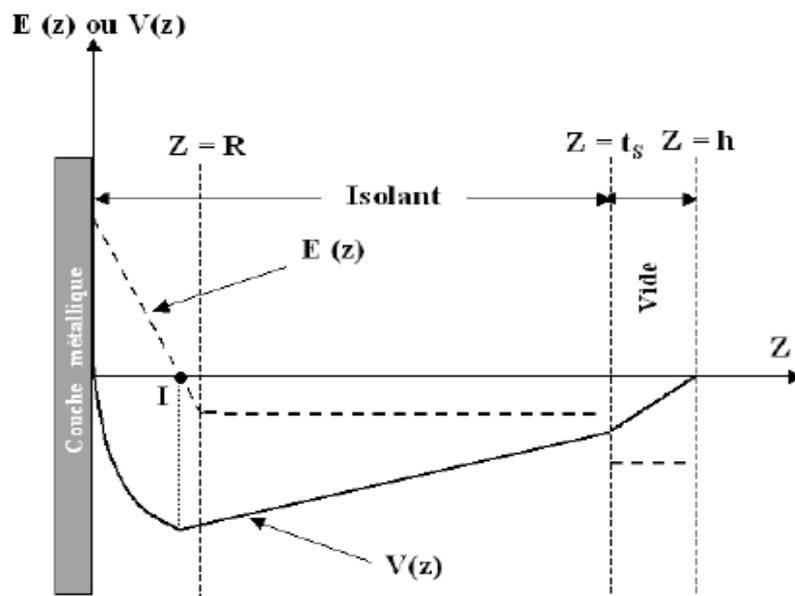


Fig (II .7) : Schéma du modèle utilisé pour le calcul du champ et du potentiel électrique [34]

Ce modèle implique la résolution de l'équation de poisson suivant une seule direction. Pour obtenir les valeurs des champs et des potentiels dans les différentes zones. La résolution de l'équation de poisson pour une densité de charge  $\rho_c$  est nécessaire. Cette équation est donnée par l'expression suivante :

$$\frac{\partial^2 V}{\partial z^2} = -\frac{\rho_c}{\epsilon} \quad (11)$$



**Fig (II.8) :** Représentation schématique du champ électrique (lignes discontinues) et du potentiel électrique (lignes continues) en fonction de la profondeur de pénétration [35]

La résolution de l'équation (11) donne les distributions du champ électrique et du potentiel de surface en fonction de  $(z)$  qui suivent les allures présentées sur la figure (II. 8). Dans ces courbes on voit que le potentiel est maximale au niveau de la profondeur  $(R)$  par contre le champ électrique passe de son maximum situé au niveau de la surface jusqu'à atteindre son minimum situé à la profondeur  $(R)$  et garde ce minimum jusqu'à la surface inférieure de l'échantillon.

L'expression finale de  $K$  obtenue après calculs est donnée par l'expression suivante :

$$K = \frac{\frac{R}{2t_s}}{\varepsilon_r \left(1 - \frac{h}{t_s}\right) - 1} \quad (12)$$

### II. 4. 2. 1. 3) Optimisation du dispositif

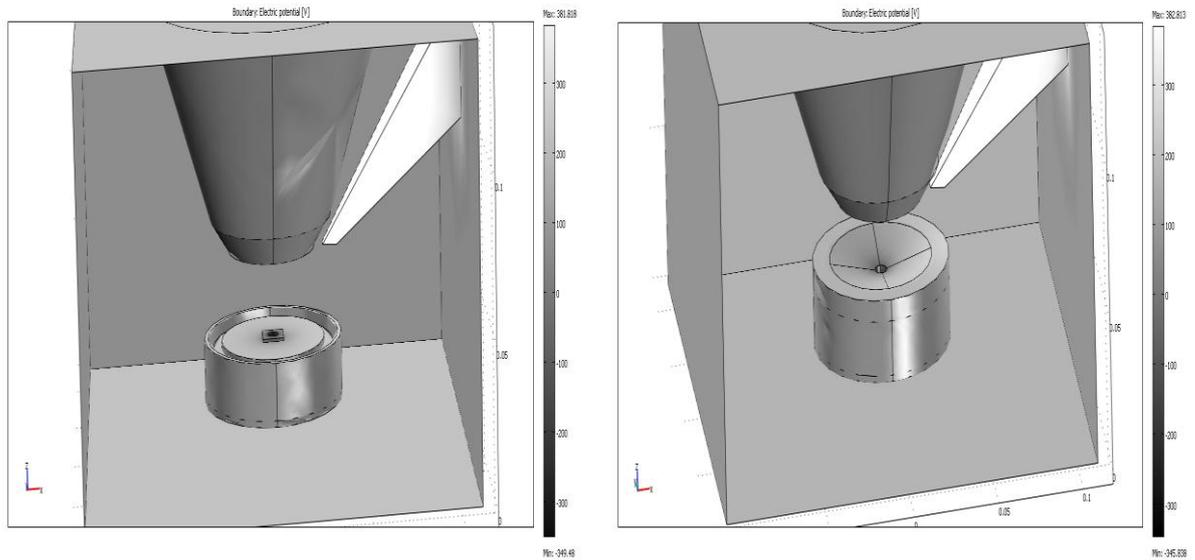
L'optimisation du dispositif expérimental consiste à choisir une meilleure géométrie qui permet de réduire au maximum toutes les sources parasites et qui permet de récolter le maximum de signaux utiles pour les mesures, tels que : le courant d'influence mesuré par (C) et le courant de fuite mesuré par (B). Nous avons étudié par la méthode des éléments finis, l'effet des différents paramètres pouvant influencer sur la mesure des courants de fuite et d'influence, ce qui permettrait de se placer dans les meilleures conditions qui donnent des meilleurs résultats du point de vue, mesure du courant d'influence et mesure du courant de fuite. Cette étude permettra aussi de définir une relation universelle de la variation de K en fonction des différents paramètres qui peuvent l'affectés.

Ces paramètres sont soit des paramètres liés aux propriétés de l'échantillon, tels que, la constante diélectrique, l'épaisseur de l'échantillon, ou des paramètres liés à l'irradiation du faisceau électronique du MEB avec l'échantillon tels que : la zone de charge piégée, la quantité de la charge piégée. D'autres paramètres qui influent aussi sur les mesures des courants et qui sont dus à la géométrie du dispositif expérimental, tel que : la distance qui sépare l'électrode qui mesure le courant d'influence et la surface inférieure de l'échantillon.

On constate aussi d'autres effets géométriques dus à l'enceinte du MEB, tels que : la géométrie du détecteur des électrons secondaires polarisé, et son emplacement par rapport au dispositif expérimental, l'emplacement du dispositif expérimental par rapport aux pièces polaire soumise à la masse (distance de travail).

La fig (II. 8) montre notre dispositif expérimental placé dans l'enceinte de la chambre d'échantillon du Microscope électronique à balayage avec des dimensions réelles. Ce schéma est tracé par Comsol le logiciel de simulation qui calcul la distribution du champ électrique par la méthode des éléments finis [36]. Cette méthode très utile dans le domaine d'ingénierie, permet de résoudre les problèmes d'électrostatique à 3 dimensions et en considérant les dimensions réelles des problèmes à étudier, sur la fig (II. 8) on a présenté aussi le dispositif expérimental placé dans l'enceinte de la chambre échantillon sans cache, ou on voit l'échantillon placé sur l'électrode qui mesure le courant de fuite. En dessous de l'échantillon,

on voit le détecteur du courant d'influence, qui a la forme d'un cylindre, séparé par une certaine distance ajustable par rapport à la surface inférieure de l'échantillon



**Fig (II .8) :** présentation du dispositif expérimental placé dans la chambre échantillon et tracé par COMSOL, (a) dispositif sans cache, (b) dispositif complet avec cache

#### II. 4. 2. 1. 5) Procédure des calculs

Pour étudier l'effet des différents paramètres qui peuvent affecter les mesures du coefficient d'influence, nous avons considéré une charge uniforme placée dans l'échantillon et occupe le volume d'un cylindre placé sous l'ouverture du dispositif expérimental. Les dimensions choisies pour ce cylindre sont : 2  $\mu\text{m}$  de hauteur et 3,5 mm de rayon, ces dimensions correspondent à la profondeur de pénétration d'un faisceau d'électrons dans un échantillon du type verre (l'équation (1) donne  $R \approx 2 \mu\text{m}$  pour  $E = 15 \text{ keV}$ , pour le verre), et au rayon d'ouverture du dispositif expérimental

La valeur calculée de K est obtenue à partir de l'équation suivante :

$$K = \frac{\iiint \varepsilon \operatorname{div}(\vec{E}) dv}{Q_t} \quad (11)$$

Où  $Q_t$  est la charge totale piégée dans l'échantillon,  $\vec{E}$  est le vecteur champ électrique calculé au niveau du détecteur du courant d'influence

Pour valider les résultats de calculs du coefficient K, nous avons comparé les valeurs calculés de K par Comsol et d'autres valeurs de K calculé pour les mêmes constantes diélectriques. Dans cette comparaison nous avons pris les valeurs suivantes pour les calculs :  $D_s=0,5$  mm,  $W_d=43$  mm,  $h=1$ mm. Les valeurs de comparaison sont montrés sur le tableau (II. 1) .

$\epsilon_r$	K mesuré	K calculé (a)	K calculé (b)
6.5	0.222 $\mp$ 0.01	0.245	0.25
5.4	0.274 $\mp$ 0.01	0.268	0.272
4.4	0.381 (0.32) $\mp$ 0.02	0.292	0.296

**Tableau (II. 1)** : Comparaison entre les valeurs calculées de K et les valeurs mesurées de K [37] .

(a) : Sans détecteur des électrons secondaires

(b) : avec la présence du détecteur des électrons secondaires polarisé à 350V.

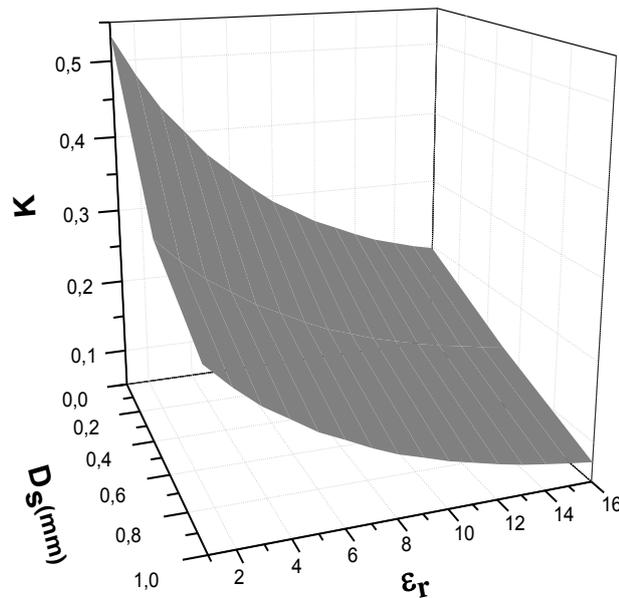
#### II. 4. 2. 1. 6) Effet de la distance de séparation et de la constante diélectrique sur la variation de K

Pour étudier les effets de la distance de séparation  $D_s$  et de la constante diélectrique  $\epsilon_r$  sur la variation de K, nous avons fixé une distance de travail de 43 mm et une hauteur de 1mm pour l'échantillon, et nous avons varié la distances de séparation ( $D_s$ ) ( la distance qui sépare l'électrode d'influence avec la surface inferieur de l'échantillon) de. 0 mm jusqu'à 1 mm, et pour chaque valeur de  $D_s$  nous avons varié la constante diélectrique  $\epsilon_r$  de 1 jusqu'à 16.

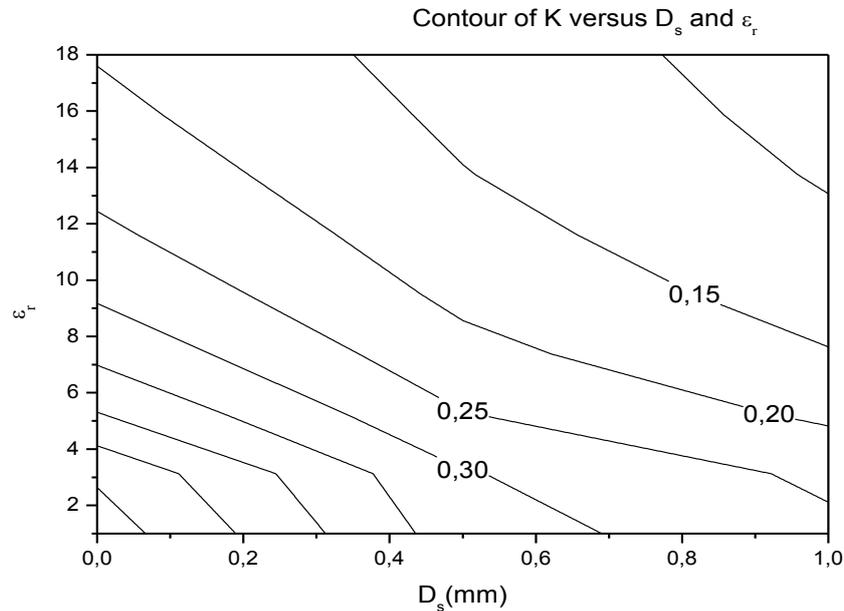
Les valeurs calculées de K sont présentées sur le graphe ( fig (II. 9) ), ou on voit une diminution de K sous forme exponentielle décroissante lorsque  $\epsilon_r$  ou  $D_s$  augmente, avec une diminution plus grande dans le sens de  $\epsilon_r$  que dans le sens de  $D_s$ . Cette sensibilité de variation

de  $K$  en vers ces deux variables est due à la sensibilité de la forte dépendance du champ électrique induit par la charge piégée dans l'échantillon par la variation de  $\epsilon_r$ , que de la variation de  $D_s$ .

Pour bien visualiser l'effet des deux paramètres :  $\epsilon_r$  et  $D_s$  sur les valeurs calculées de  $K$ , nous avons montré sur la fig (II. 10 ) des contours de variation de  $K$  en fonction de  $\epsilon_r$  et  $D_s$ . Ces contours présentent des formes circulaires avec des courbures centripètes et centrifuges, ces allures sont séparées à partir du contour qui correspond à la valeur de  $k = 0,30$ , ce qui veut dire que les valeurs de  $\epsilon_r$  et  $D_s$  comprises dans ce contour donne des faibles diminutions de  $K$  qui est maximale pour  $K=0,5$  ( $\epsilon_r = 2,7$  et  $D_s=0,07$  mm), à partir de ce contours les valeurs de  $\epsilon_r$  et  $D_s$  donnent des diminutions de  $K$  très faibles.



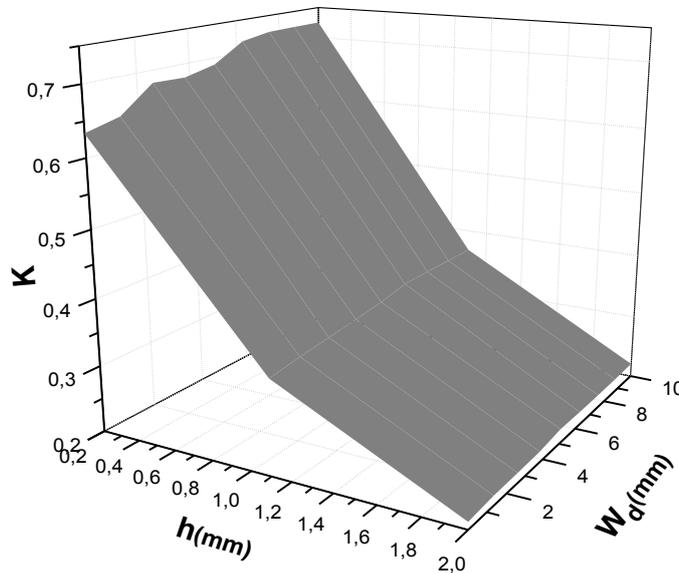
**Fig (II .9) ::** Surface des variations de  $K$  en fonction de  $D_s$  and  $\epsilon_r$ . La hauteur de l'échantillon ( $h$ ) et la distance de travail ( $W_d$ ) sont fixés à 1 mm et 43 mm respectivement. Le détecteur des électrons secondaires n'est pas polarisé.



**Fig (II . 10) :** Représentation du changement de K en fonction de  $D_s$  et de  $\epsilon_r$  sur le plan ( $D_s$  ,  $\epsilon_r$ ). La hauteur de l'échantillon (h) et la distance de travail ( $W_d$ ) sont fixées à 1 mm et 43 mm respectivement. Le détecteur des électrons secondaires n'est pas polarisé.

#### II. 4. 2. 1. 7) Effet de la hauteur de l'échantillon et de la distance de travail sur la variation de K

Pour étudier les effets de la hauteur de l'échantillon (h) et de la distance de travail ( $W_d$ ) sur la variation de K, nous avons fixé la distance de séparation  $D_s$  à 0,1 mm et la constante diélectrique  $\epsilon_r$  à 10, et nous avons varié la hauteur de l'échantillon de 0,2 mm jusqu'à 2 mm, et pour chaque hauteur nous avons varié la distance de travail de 0,1 mm jusqu'à 10 mm. Les variations obtenues de K en fonction de  $D_s$  et h sont montrées sur le graphe suivant :



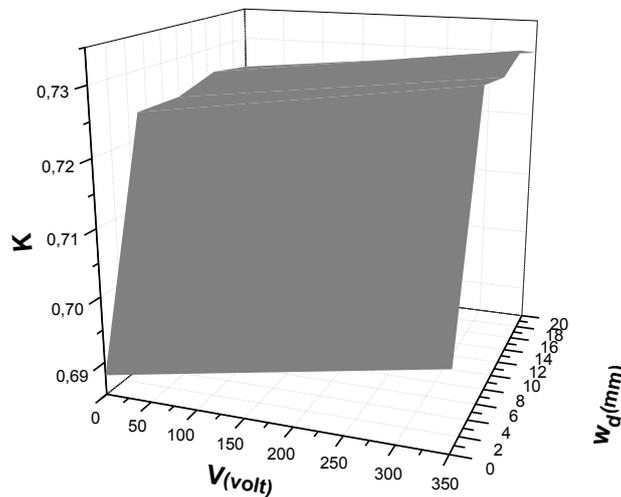
**Fig (II . 11) ::** Surface des variations de K en fonction de h et de  $W_d$ . La distance de séparation ( $D_s$ ) et la constante diélectrique de l'échantillon ( $\epsilon_r$ ) sont fixées à 0,1 mm et 10 respectivement. Le détecteur des électrons secondaires n'est pas polarisé.

On voit sur ce graphe une diminution de K lorsque la distance de travail ou la hauteur de l'échantillon augmente, la diminution est très importante lorsque la hauteur de l'échantillon augmente que lorsque la distance de travail augmente. Cette différence dans la variation de K par rapport à (h) et ( $W_d$ ) est due à la différence entre l'intensité du champ électrique crée dans le détecteur du courant d'influence pour ces deux paramètres : l'atténuation du champ électrique avant d'atteindre le détecteur (c) est importante par la présence de la matière qui constitue l'échantillon que par les conditions au limites imposées aux parois et au pièces polaires de la chambre d'échantillon situés à une distance considérable par rapport au détecteur (c).

### II. 4. 2. 1. 8) Effet de la polarisation du détecteur des électrons

#### secondaires et de la distance de travail sur la variation de K

Pour étudier les effets de la hauteur, la polarisation du détecteur (V) et de la distance de travail ( $W_d$ ) sur la variation de K, nous avons fixé la distance de séparation  $D_s$  à 0,1 mm, la constante diélectrique  $\epsilon_r$  à 10, la hauteur de l'échantillon h à 1mm, avons varié la polarisation du détecteur du 0 V à 300 V, et nous avons varié pour chaque polarisation V les distances de travail de 1 mm à 20 mm. Les variations obtenues de K en fonction de V et  $W_d$  sont montrées sur le graphe suivant :



**Fig (II . 12) :::** Variation de K en fonction de la polarisation du détecteur et de la distance de travail.  $h = 1$  mm,  $\epsilon_r = 10$ ,  $D_s = 0,1$  mm.

Dans ce graphe on voit une augmentation linéaire du coefficient d'influence lorsque la distance de travail et la polarisation du détecteur augmente jusqu'à atteindre une certaine distance de travail de 14 mm et une polarisation du détecteur de 300V, ou les valeurs calculées de K sont quasiment constantes, Dans ces conditions, le champ électrique créé dans le détecteur (C) n'est pas affecté par la polarisation du détecteur et par les conditions aux limites imposées aux parois de la chambre échantillon et aux pièces polaires ( $V=0V$ ). On constate qu'en dessous de ces valeurs de V et de  $W_d$ , le champ électrique résultant de la polarisation du détecteur va modifier le champ électrique induit par la charge piégée dans le détecteur (C).

Une expression de K en fonction des différents paramètres géométriques et physiques étudiés précédemment, a été obtenue et qui est donnée dans la formule suivante /

$$K = 0.8 * \exp(258h+0.8D_s-0.11\varepsilon_r-7W_d+5.72 * 10^{-4}V) \quad (12)$$

Ou  $D_s$ ,  $V$ ,  $W_d$ ,  $h$ ,  $\varepsilon_r$ , désignent, la distance de séparation, le potentiel de polarisation de détecteur des électrons secondaires, la distance de travail, la hauteur de l'échantillon, la constante diélectrique relative de l'échantillon.

## Conclusion

Le dispositif expérimental élaboré permet de mesurer la charge piégée dans les isolants irradiés dans le MEB en mesurant le coefficient d'influence calculé à partir des courants de fuite et des courants d'influence. Pour optimiser ce dispositif expérimental, une étude par la méthode des éléments finis de la distribution du champ électrique résultant du piégeage de la charge dans l'isolant irradié a été réalisée. Dans cette étude, les polarisations, les formes et les dimensions réelles des différents objets présents dans la chambre échantillon du MEB ont été reproduites dans les calculs, à fin de reproduire les mêmes conditions de propagation et d'atténuation du champ électrique. Cette étude nous a permis d'étudier l'effet des différents paramètres qui peuvent affecter les mesures du coefficient d'influence K et qui sont intégrés dans une seule équation globale de K. L'utilité de cette équation est importante, non seulement elle nous permet de se placer dans les meilleures conditions pour calculer K, mais elle permet aussi de calculer la nouvelle valeur de K qui est modifiée par la polarisation du détecteur des électrons secondaires, quasi présente dans certains type de MEB. Les résultats obtenus par la méthode des éléments finis étaient impossibles à les obtenir par la méthode théorique classique basée sur l'aspect de symétrie et sur un maximum d'approximations qui donnent une variation du champ électrique uni-axiale.

**CHAPITRE III : PRINCIPE DES DETECTEURS UTILISES EN  
MEB**

### **III) Les détecteurs utilisés dans le microscope électronique à balayage**

Les électrons secondaires comme l'a été mentionné au chapitre précédent, sont issus de couches peu profondes et leurs énergies sont de l'ordre de quelques électrons volts, pour les détecter, il faut les attirés (comme le cas du détecteur d'Everhart Thornley) ou les multipliés (cas du détecteur à amplification gazeuse).

#### **III. 1) Le détecteur d'Everhart et Thornley**

Le détecteur d'Eberhart et Thornley est formé d'une grille, d'un scintillateur, d'un guide de lumière et d'un photomultiplicateur d'électrons (fig (III. 1)). La grille, le scintillateur et le guide de lumière sont placés dans le vide. La polarisation de la grille est comprise entre -300V et 300V, et elle est placée de tel façon que le champ électrique positif qu'elle crée avec la masse du microscope assure l'attraction des électrons secondaires de faible énergie vers le détecteur qui est placé dans un endroit décalé de la trajectoire du faisceau d'électrons pour qu'il ne soit pas perturbé par le champ créé par le scintillateur polarisé à 10 kV. Pour augmenter l'efficacité de détection, l'échantillon est souvent incliné d'un certain angle avec le détecteur placé souvent dans une position horizontale par rapport à la position de détecteur, mais pour le fait que cette inclinaison ne permet pas de conserver la focalisation optimale du faisceau sur toute la surface balayée par le faisceau. Ce qui conduit à la distorsion de l'image obtenue, et pour remédier à ce problème, des constructeurs ont changé la forme de la grille pour la placer non loin de la lentille objective et détecter un maximum d'électrons [38].

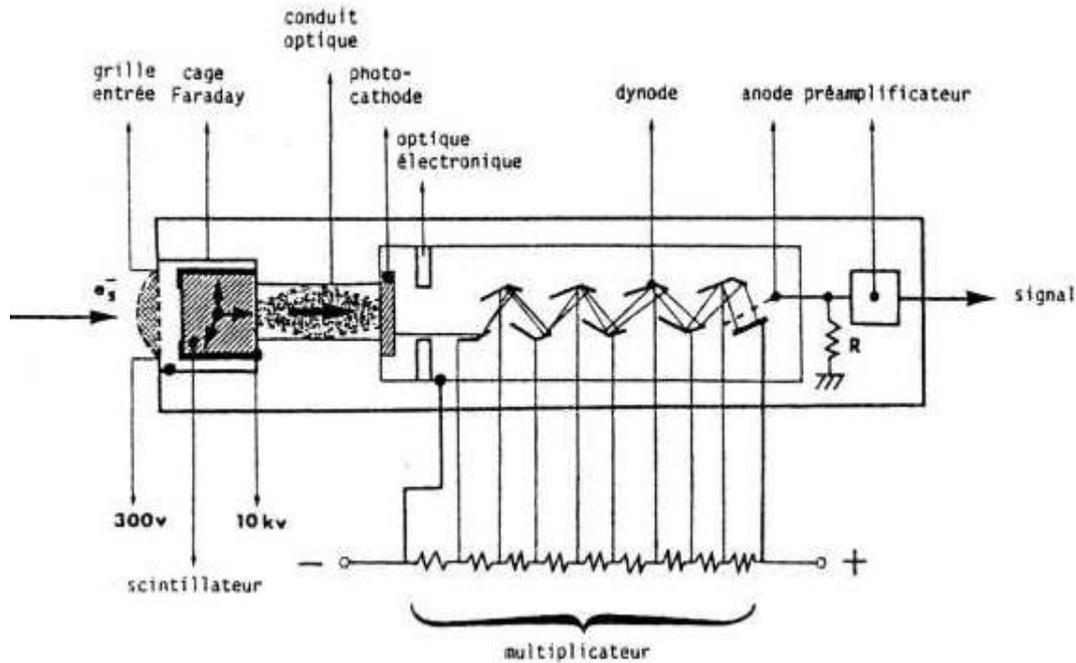


Fig (III . 1) : Schema d'un detecteur Everhart Thornley [38]

### III. 1. 3) Le scintillateur :

Le scintillateur prend la forme hémisphérique en plastique revêtu d'une couche de métallisation d'aluminium antireflet portée à un potentiel positif de 7 à 12 kV qui assurent l'accélération des électrons dans l'espace régnant entre la grille et le scintillateur. Ce gradient important du potentiel permet une accélération aux électrons pour que leurs nouvelles énergies leur permettent d'exciter le scintillateur et assurer ainsi la conversion des électrons en photons.

### III. 1. 4) Le guide de lumière :

Le choix de la matière de fabrication du guide de lumière doit permettre une transmission de lumière avec un minimum de perte de la lumière fournie par le scintillateur. Les premiers guides de lumière étaient fabriqués en plastique Perspex en raison de la possibilité de les courber facilement sous l'effet de l'échauffement. Pour éviter la perte de l'efficacité à cause de la courbure du guide de lumière, certains matériaux ont été utilisés comme les polymères, le quartz.

### III. 1. 5) Le photomultiplicateur

Le photomultiplicateur est un amplificateur formé d'une photocathode et d'un multiplicateur d'électrons à dynodes. La photocathode assure la conversion des photons en électrons par l'effet photoélectrique, son efficacité (nombre d'électrons créés par les photons frappant la photocathode) dépend de l'absorption de la face d'entrée en quartz, quartz vitreux ou verre borosilicate, et de sa composition chimique qui conditionne sa sensibilité en fonction des longueurs d'ondes incidentes.

Le multiplicateur d'électrons crée, par émission secondaire, une cascade d'électrons par chocs sur les dynodes en cuivre béryllium revêtues d'antimoniures alcalins et portées à des potentiels d'accélérateurs de 400 à 1800 V. En générale, on compte entre 10 à 14 dynodes dans les photomultiplicateurs. Chaque dynode peut émettre de 4 à 6 électrons pour chaque choc d'électrons, Le gain obtenu est de l'ordre de  $10^6$  à  $10^{11}$ [38].

### III. 2) Le détecteur à microcanaux

Il la forme annulaire qui lui permet d'être placé au-dessous de la pièce polaire de la lentille objectif du microscope, et lui permet aussi d'assurer un angle de détection élevé. Il est recommandé pour les basses tensions d'accélération du faisceau d'électrons. Le détecteur peut être polarisé entre (-150 à 150 V). Pour une polarisation positive, la proportion des électrons rétro-diffusé détectés est importante à cause de la forme géométrique adoptées (fig (III. 3)).

Son fonctionnement est assimilé au fonctionnement d'un tube photomultiplicateur. Il se compose de plus d'un million de fibre de 10 à 25 microns de diamètres et de 0,5 à 1 mm de longueur composée d'un verre dopé au plomb revêtu d'une couche possédant un fort coefficient d'émission des électrons secondaires. Une tension de 300 à 2000 V est appliquée sur les faces d'entrée et de sortie des fibres revêtue à une métallisation à l'or. Le gain obtenu dans ces conditions est de l'ordre de  $10^7$  électrons, résultant des phénomènes d'avalanche des électrons [38].

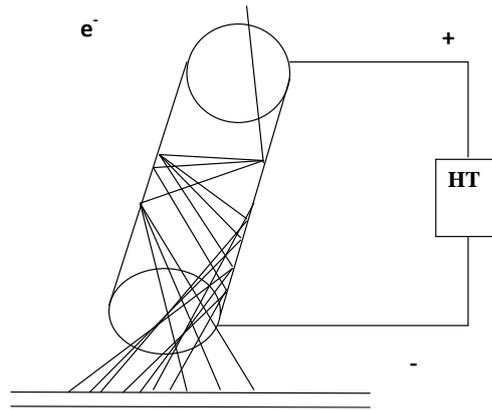


Fig (III . 2) : Multiplication électronique dans une fibre du détecteur microcanaux [38]

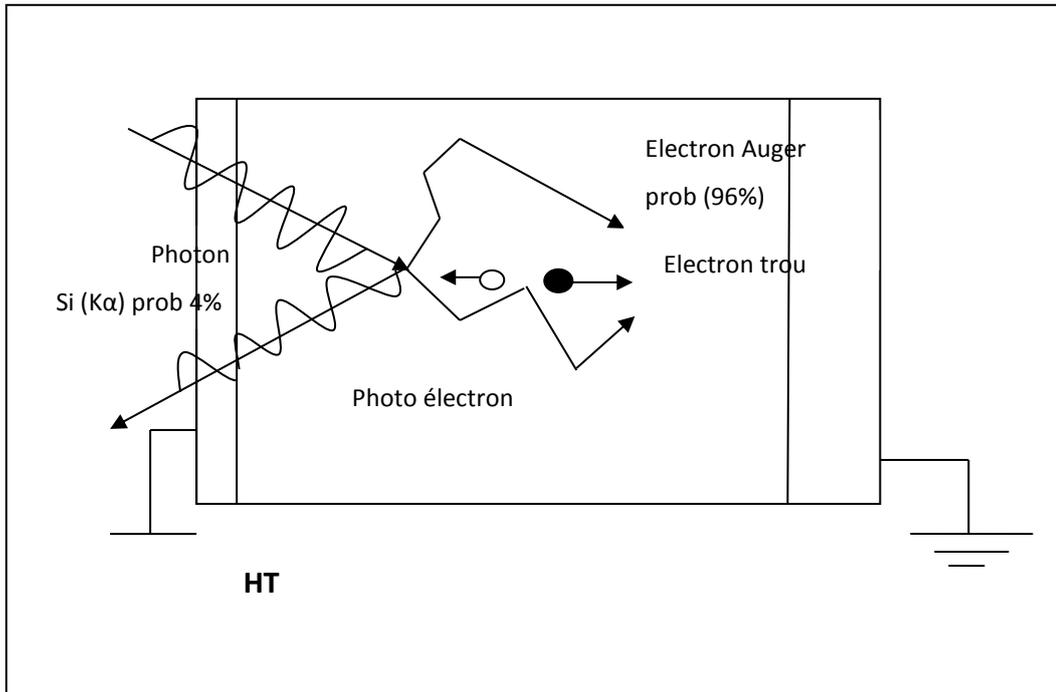
### III. 3) Le spectrométrie de rayons X à sélection d'énergie EDS

La spectrométrie à sélection d'énergie s'est développée à partir de 1986 où différents types de détecteurs sont apparus avec des performances améliorées qui leurs étaient apportées, on cite par exemple leur efficacité qui est passé de 500 eV à 115 eV. Cette amélioration a été soutenue en parallèle par l'amélioration de l'outil informatique qui a permis d'augmenter la vitesse de traitement des spectres (analyse d'interférences des pics ou calcul du fond continu). On cite aussi un autre type d'analyses, celui de l'analyse (WDS) (Weight dispersive spectroscopie), bien qu'elle soit plus performante en terme de résolution par rapport à l'EDS, cependant le WDS est trop coûteuse (utilise un monochromateur et compteur proportionnel) et moins souple par rapport à l'EDS.

Le spectromètre EDS est équipé d'un détecteur solide semi-conducteur associé à une chaîne électronique de traitement des impulsions et à un ordinateur.

#### III. 3. 1) Le détecteur Si(Li)

Ce détecteur est équipé d'une diode Si(Li) inversement polarisée pour permettre de mesurer le courant électrons-trou créé après l'absorption du photon X par l'atome du silicium par effet photo électrique comme le montre la figure suivante :



**Fig (III . 3) :** Principe de la détection d'un photon X [38]

Le courant électron trou résulte de la traversée du photoélectron, résultant de l'ionisation du rayon X (fig (III. 3)), la partie active de la diode, son énergie  $E$  est donnée par la relation suivante :  $E = E_0 - E_j$ , ou  $E_0$  est l'énergie du photon incident et  $E_j$  est l'énergie du niveau ionisé.

Le nombre moyen de paires électrons trous créés est donné par la relation suivante :  $n = E_0 / \epsilon$  ou  $\epsilon$  est l'énergie moyenne de création de paires qui vaut 3,58 eV pour le silicium [38].

### III. 3. 2) Refroidissement du détecteur

La courbe caractéristique d'une jonction diode à température ambiante montre que même polarisée en inverse, il apparait un courant de fuite, qui malgré qu'il est de l'ordre de 500 nA, c'est-à-dire très faible, son interférence avec le courant résultant de l'ionisation des photons X avec la diode, va contribuer au bruit de fond dans le signal détecté. En effet, l'intensité du courant résultant d'un photon d'énergie  $E_0$  est donnée par la relation suivante :

$$I = \frac{Q}{\Delta t} = \frac{E_0}{\varepsilon} \frac{u}{d} e \quad (13)$$

Où  $\Delta t$  est le temps moyen de collection,  $d$  la longueur de parcours des porteurs (de l'ordre de 2mm) et  $u$  et leur vitesse ( de l'ordre de  $10^7$  cm/s pour les électrons).

Pour un photon de 6 keV, l'intensité résultante est entre 10 à 15 nA, très faible par rapport au courant de fuite.

Pour réduire le bruit de fond, la solution est de refroidir le détecteur à la température de l'azote liquide (77K) le courant de fuite est réduit à 0,1 pA, ce qui est acceptable comme ordre de grandeur du bruit qui est très faible.

La méthode la plus courante, jusqu'à maintenant, consiste à refroidir à l'azote liquide. Le cristal semi-conducteur, ainsi que certains éléments de la chaîne de mesure sont fixés sur une pièce en cuivre dont l'extrémité plonge dans un Dewar remplis d'azote liquide [38]

**CHAPITRE IV : APPLICATIONS : ETUDE DE LA CHARGE  
PIEGEE DANS LES ISOLANTS SOUS L'EFFET DE LA  
TEMPERATURE ET SON RAPPORT AVEC LES IMAGES OBTENUES  
EN ELECTRONS SECONDAIRES**

## IV. 1) Introduction

Nous calculons dans ce chapitre la charge piégée dans deux isolants irradiés dans le MEB (une lame de verre et Poly Ethylene Tetralphate (PET), un polymère semi cristallin), tout en variant leurs températures d'échauffement, et en gardant les paramètres du MEB qui peuvent affecter la charge piégée pendant l'irradiation fixes (énergie du faisceau d'électrons primaires fixée à (15 keV), intensité du courant 1,6 (pA), et la distance de travail est réglée à 15 mm). Ces calculs sont le résultat des intégrations par rapport au temps des courants d'influence et de fuite mesurés simultanément à partir du dispositif expérimental décrit précédemment au chapitre (II). Une fois ces calculs sont effectués, le coefficient de la fraction de la charge dépiégée est calculé en fonction de la température, ainsi que le coefficient d'influence qui sera exploité pour calculer le coefficient d'émission total. Ce dernier est employé pour interpréter le changement dans la qualité des images obtenues en mode électrons secondaires et pour différentes températures d'échauffement des échantillons.

## IV. 2) Préparation des échantillons

Les échantillons utilisés dans cette étude sont nettoyés afin d'éviter toutes contaminations qui peuvent induire des erreurs pendant les mesures des courants d'influence et de fuite. Pour nettoyer les échantillons utilisés dans cette étude, on a procédé à les mettre dans des flacons contenant de l'acétone, et qui sont à leurs tours placés dans un bain ultrasonique chauffé jusqu'à 60°C. La durée de cette étape est environ une heure. Une fois ces échantillons sont retirés du bain, ils sont nettoyés avec l'eau distillé et laissés sécher.

## IV. 3) Microscope électronique à balayage

Le dispositif expérimental utilisé pour les mesures des courants de fuite et d'influence est placé dans la chambre objet d'un microscope électronique à balayage de la marque JEOL (JSM 5400LV) fonctionnant de 0 à 30 kV (Figure(IV. 1 et figure (II. 6. a)). Le filament du canon à électrons de ce MEB est une pointe en hexaborure de lanthane (LaB6), qui libère des électrons par effet thermoélectronique lorsqu'elle est chauffée sous vide. Ce microscope est équipé d'un système de microanalyse X, composé d'un spectromètre à sélection d'énergie (EDS) de marque EDAX. Ce spectromètre est un détecteur du type Si(Li) refroidi à l'azote liquide (détaillé au chapitre III), et qui est contrôlé par un système d'acquisition et de quantification GENESIS (Eloise SARL, France) basé sur la méthode ZAF [39,40] pour calculer la concentration des éléments après corrections.

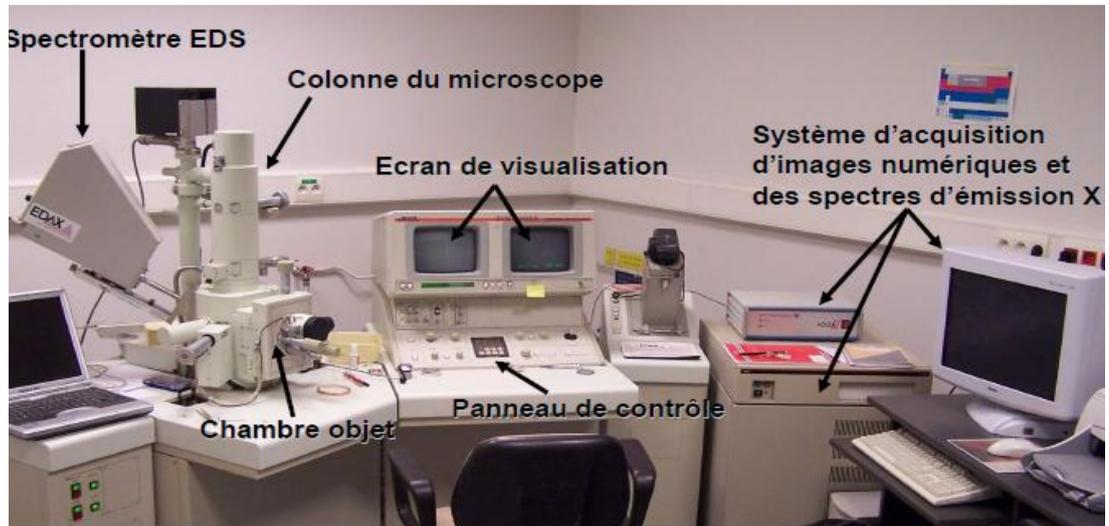


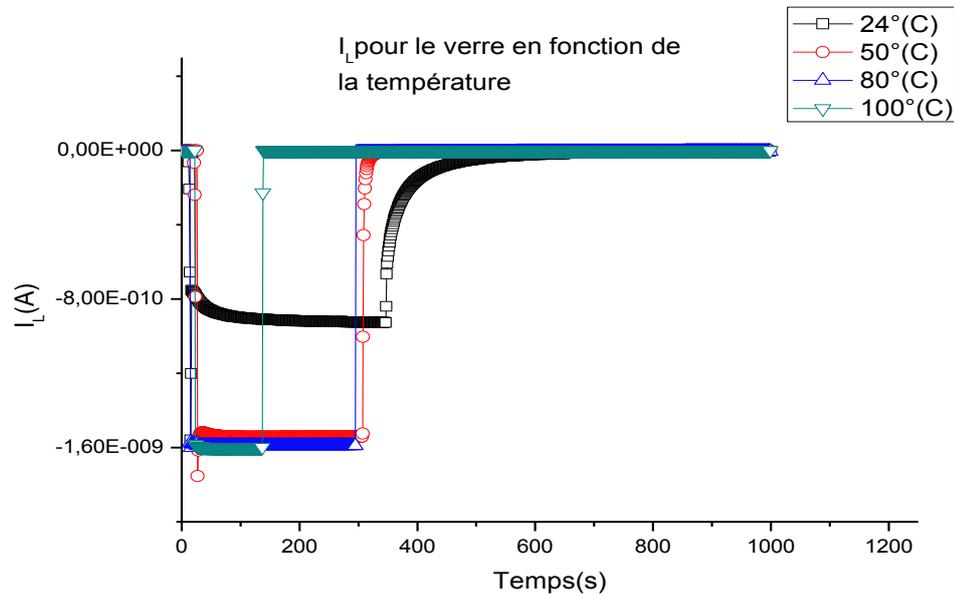
Fig (IV. 1) : Microscope JEOL JSM 5400LV et son système d'acquisition

#### IV. 4) Le verre

##### IV. 4. 1) Mesure des courants

##### IV. 4. 1. 1) Mesure des courants des fuites

Dans cette première partie nous présentons les différentes mesures des courants de fuites ( $I_L$ ) obtenues en plaçant un échantillon du type verre (une lame de verre), dans l'enceinte du dispositif expérimental (mesure de  $I_L$  effectuée par l'électrode (B) décrit au paragraphe description du dispositif expérimental (Chapitre II°)) et irradié après avec un faisceau électronique du MEB d'une intensité et une énergie constante (1,6 nA et 15 kV). Les échantillons sont chauffés de la température ambiante jusqu'à 100°C. Pour chaque température, une mesure du courant de fuite est effectuée. La fig (IV. 2) montre les mesures des courants de fuites obtenues pour le verre en fonction des différentes températures d'échauffement.



**Fig (IV. 2 ) :** Courant de fuite mesuré pour le verre pour différentes températures.

On constate sur la figure (IV. 2 ) que pour chaque température d'échauffement,  $I_L$  présente deux parties : Une première partie décroissante qui correspond à la période de l'irradiation de l'échantillon par les électrons du faisceau primaires (période de charge), et une deuxième période qui vient après la rupture du faisceau d'électrons, et qui est définie par la période de décharge. Dans cette période, le courant descend de la valeur maximale atteinte pendant la période charge (courant de saturation), jusqu'à atteindre des valeurs très faibles, voir même des valeurs nulles.

L'augmentation de courant de fuite pendant la période de charge jusqu'à atteindre la saturation est due à la compétition entre les charges négatives résultantes du piégeage et du dépiégeage des électrons dans l'échantillon, et les charges négatives évacuées sous forme de courant de fuite vers le pico-ampèremètre (équation 5). A ces charges négatives s'ajoutent les charges positives résultantes du courant ionique des ions de sodium qui se détachent de leurs sites par l'effet du champ électrique important [41] et qui vont se loger dans la région où le champ électrique est moins intense (point I présenté sur la figure (II. 8) au chapitre II) [42]. La charge positive résulte aussi de l'émission des électrons secondaires qui augmente avec la

diminution de l'énergie du faisceau d'électrons primaires atténué par le potentiel de surface (cette diminution est importante à la température ambiante). Le courant de saturation est atteint après que les défauts présents dans le verre sont remplis par les électrons piégés. Ces défauts sont formés par des défauts présents dans le verre avant l'irradiation et des défauts créés pendant l'irradiation de l'échantillon par le faisceau d'électrons primaires.

La figure (IV. 2 ) montre aussi l'effet de la température sur le courant de fuite. Sur cette figure, on voit une augmentation du courant de fuite en augmentant la température d'échauffement pendant la période de charge. Sur cette figure on voit aussi une différence entre l'allure du courant de fuite obtenue à la température ambiante et celle obtenue pour les autres températures : en effet, le courant de fuite obtenu à la température ambiante descend graduellement jusqu'à atteindre la saturation ( qui représente 57 % du courant primaire) où le courant de fuite reste constant jusqu'à la fin de l'irradiation de l'échantillon par le faisceau d'électrons primaires (la durée de temps pour atteindre la saturation est de 350s), par contre, la saturation est atteinte seulement après quelques secondes du début de l'irradiation pour les autres échantillons chauffés. Cette différence de comportement entre le courant de fuite mesuré à la température ambiante et les courants de fuite mesurés aux températures élevées est due à l'apparition de la conductivité thermique qui augmente d'une forme exponentielle lorsque la température de l'échantillon augmente, et à la diminution du courant d'émission des électrons secondaire à cause de la diminution du potentiel de surface avec l'augmentation de la température, d'où la saturation du courant de fuite qui est atteinte assez rapidement pour l'échantillon chauffé. Le courant thermique peut aussi servir à neutraliser une partie de la charge positive piégée (les trous), qui est due essentiellement au départ des électrons secondaires. Tout cela peut contribuer à la diminution de la charge piégée dans l'échantillon, et par conséquent, le potentiel de surface va baisser, et l'émission des électrons secondaires va diminuer. L'échauffement de l'échantillon augmente la vibration des atomes et l'énergie des électrons dans le verre, ce qui diminuera la probabilité de piégeage des électrons, et augmentera la probabilité de dépiégeage des électrons déjà piégés aux températures plus basses. La diminution du potentiel de surface est accompagnée par une diminution du courant ionique, ce qui donne un courant ionique qui diminue avec l'augmentation de la température.

### IV. 4. 1. 2) Mesure du courant d'influence :

Dans la figure (IV. 3), nous présentons les courbes de la variation du courant d'influence  $I_d$  en fonction de la température obtenue simultanément avec les mesures précédentes des

courants de fuites en fonction de la température (mesure de  $I_d$  effectuée par l'électrode (C) décrit au paragraphe description du dispositif expérimental (Chapitre II°)). Dans ces courbes, on voit que le courant d'influence mesuré à la température ambiante est trop supérieur par rapport aux courants d'influence mesurés aux températures supérieures à la température ambiante, et qui deviennent quasi confondus à l'échelle de présentation. Pour éviter ce conflit, les courants d'influence correspondants aux températures (50°C, 80°C, 100°C) sont présentés sur la figure (IV. 4) à part, et des zooms correspondants à ces températures sont montrés sur la figure (IV. 3). Sur ces figures, on voit que le signe du courant d'influence de la période de charge passe du négatif au positif pour la période de décharge.

Le signe négatif du courant d'influence est dû à la charge négative qui se développe sur la surface de l'échantillon pendant la période de l'irradiation. Celle-ci va induire une charge positive sur l'électrode (C) qui va être accompagnée par le passage des électrons de l'électrode (C) vers la masse. Le changement de signe du courant d'influence pendant la période de décharge (positif pour certains cas), est dû à la diminution de la quantité de la charge piégée pendant la période de décharge, et par conséquent, on assiste à une diminution de la charge piégée. Le signe positif du courant d'influence correspond au passage des électrons de la masse vers l'électrode (C).

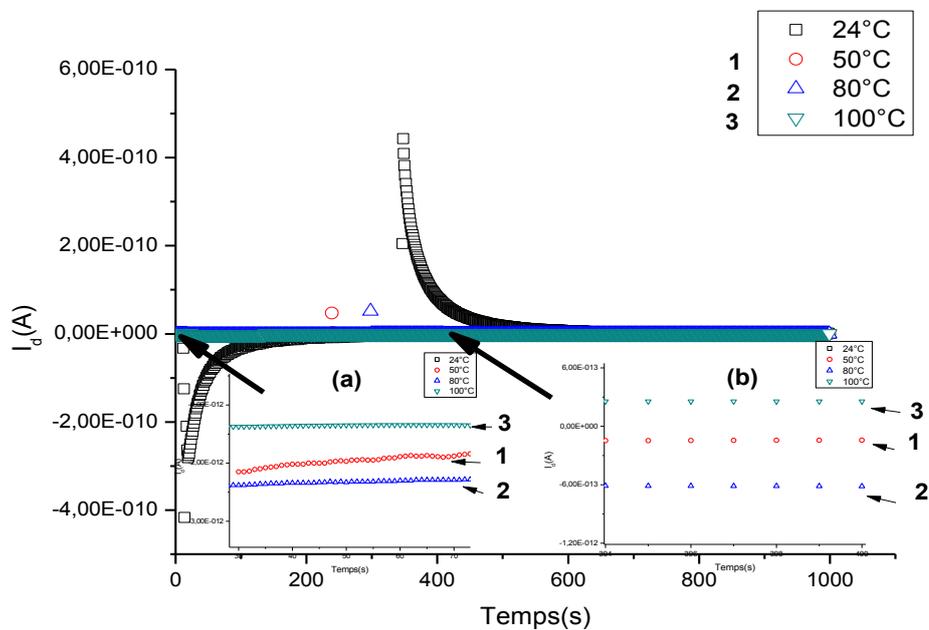
Les courants d'influence mesurés en variant la température, montrent une même forme de variation : une augmentation en valeur absolue du courant d'influence dès le début de l'irradiation, et après un certain temps, le courant d'influence se stabilise. Pour la période de décharge, le courant d'influence diminue progressivement, jusqu'à s'amenuiser ou même s'annuler.

L'augmentation du courant d'influence après l'irradiation correspond à la création de défauts qui seront occupés par les électrons piégés. La saturation est atteinte après que l'équilibre entre les charges positives en surface, et les charge négatives en volume est atteint.

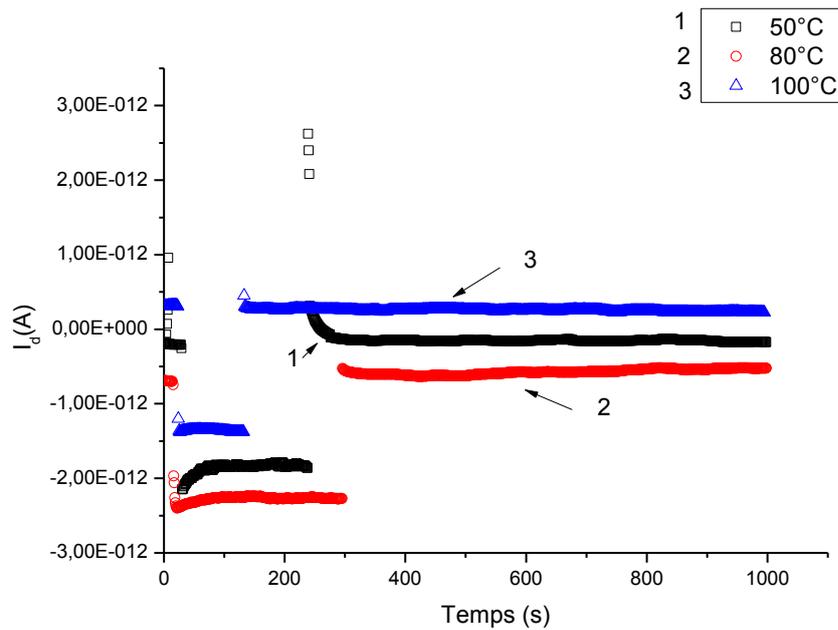
Pendant la période de décharge, les charges piégées en volume sont évacués vers la surface et vers masse du pico-ampèremètre. Le courant d'influence mesuré après la décharge, correspond aux charges piégées dans des niveaux profonds.

Les courbes de la variation des courants d'influence en variant la température, montrent une diminution du courant d'influence avec l'augmentation de la température (à l'exception de la courbe qui correspond à la température de 100°C). Cette diminution peut être attribuée aux

électrons présents dans l'échantillon qui deviennent plus mobiles aux températures élevées, et par conséquent, la probabilité pour qu'ils soient piégés devient faible. Pour les électrons qui sont déjà piégés, leurs probabilités de dépiégeage deviennent plus probables. Le dépiégeage des électrons situés dans la bande interdite se fait suivant deux sens : un sens vers la bande de conduction où les électrons transités vont contribuer au courant de fuite, et l'autre sens est vers la bande de valence, où les électrons transités vont se recombiner avec les trous créés pendant les transitions thermiques. A noter que ces deux types de dépiégeage deviennent plus favorables avec l'augmentation de la température, ce qui accentue le dépiégeage des charges piégées avec l'augmentation de la température.



**Fig (IV. 3):** Courants d'influence mesurés pour le verre pour différentes températures avec des agrandissements aux températures (50°C, 80°C, 100°C indiquées par les chiffres 1,2,3) pour les régions indiquées par des flèches, courbe (a) : le temps varie de 30s à 70 s,  $I_d$  varie de  $-2,5 \cdot 10^{-12}$  A jusqu'à  $-1,6 \cdot 10^{-12}$  A, courbe (b) : le temps varie de 396 s à 400 s,  $I_d$  varie de  $-6 \cdot 10^{-13}$  A jusqu'à  $3 \cdot 10^{-13}$  A.

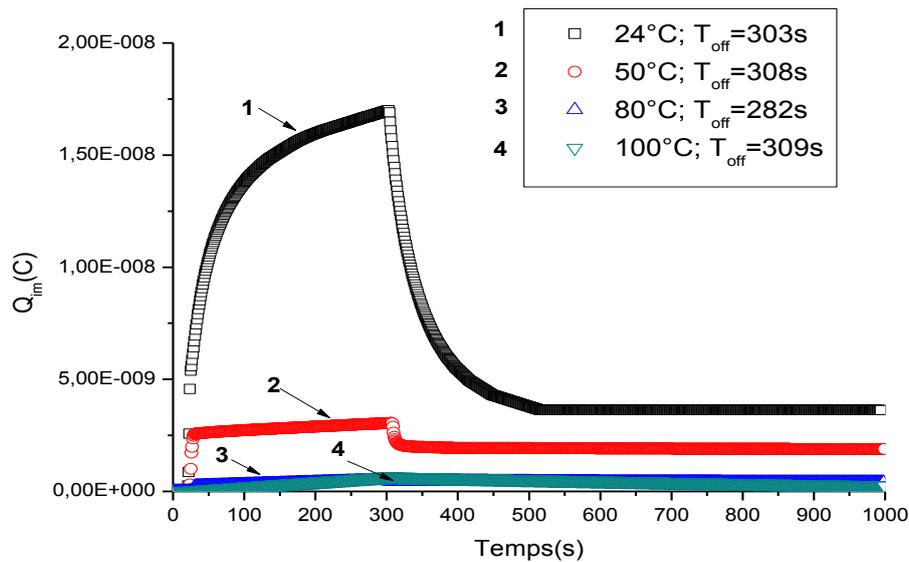


**Fig (IV. 4):** Courants d'influence mesurés pour le verre pour les températures ( $50^\circ\text{C}$ . ,  $80^\circ\text{C}$ .,  $100^\circ\text{C}$ .).

Le courant d'influence mesuré à la température ambiante est très important par rapport aux températures élevées à cause du piégeage des électrons qui est important à cette température. Ce piégeage est favorable à cette température à cause du grand nombre de sites de piégeage présents à cette température, et qui sont dus au champ électrique induit par la charge piégée qui est importante à la température ambiante. Ce champ électrique responsable de la migration des atomes de sodium vers le volume de l'échantillon (plus de détail est discuté dans le paragraphe précédent concernant la mesure du courant de fuite pour le verre). Ces derniers vont laisser des sites vacants qui vont piéger à leurs tours plus d'électrons. Avec l'augmentation de la température, le potentiel de surface diminue, ce qui diminue aussi l'émission des électrons secondaires et par conséquent le nombre des trous est amoindri. La charge totale piégée dans ce cas, va perdre une quantité neutralisante de la charge négative piégée près de la surface, ce qui donne une augmentation du courant d'influence à la température de  $80^\circ\text{C}$ . La diminution du courant d'influence mesuré à la température de  $100^\circ\text{C}$  est due au dépiégeage qui devient important à cette température, et qui peut être due aussi à l'équilibre entre les charges positives (localisées près de la surface) et les charges négatives du volume, et qui résulte du rapprochement des endroits de ces derniers aux températures élevées (diminution de la profondeur de pénétration à cause de l'énergie thermique).

### IV. 4. 1. 3) Mesure de la charge piégée

L'évolution de la charge image pour chaque température en fonction du temps est calculée par l'équation (9) en remplaçant dans cette équation le courant d'influence mesuré et qui correspond à chaque température. La figure (IV.5) montre la variation temporelle des charges image  $Q_{im}$  des charges piégées dans le verre irradié, à chaque température d'échauffement:



**Fig ( IV. 5) :** Charge image calculée pour le verre en fonction du temps pour différentes températures

Pendant la période d'irradiation, la charge piégée obéit à une cinétique de premier ordre [43-46] telle que :

$$Q = Q_s(1 - e^{-\frac{t}{\tau}}) \quad (14)$$

$Q_s$  est la quantité de charge piégée à l'état d'équilibre et  $\tau$  la constante de temps de charge.

Après l'arrêt du faisceau primaire, la variation de la charge au cours du temps, obéit à la loi suivante :

$$Q = Q'_s + \Delta Q e^{-\frac{(t-t_f)}{\tau'}} \quad (15)$$

$\Delta Q$  est la charge totale évacuée après l'arrêt du faisceau primaire,  $Q'_s$  la charge qui reste piégée dans le matériau ( $Q'_s = Q_s - \Delta Q$ ).  $\tau$  représente la constante de temps de décharge partielle, et  $t_f$  représente l'instant de l'interruption du bombardement électronique.

A noter que les équations (14) et (15) sont vérifiées pour des isolants irradiés non chauffés. La figure (IV. 5) montre que la variation de la quantité de la charge image temporelle pendant la période de charge et de décharge, vérifie bien les équations (14) et (15) pour la température ambiante, et moins bien à la température de 50°C. Cette variation devient quasi linéaire pour les températures de (80°C et 100°C). Les valeurs de  $\tau$  et  $\tau'$ , dans ces cas, sont calculées pour les températures de 24°C et 50°C, et sont montrées sur le tableau (IV. 1). Sur ce tableau, on a calculé aussi le coefficient de fraction de la charge dépiégée  $\alpha = \Delta Q / Q_s$ . Ce coefficient permet de définir la charge résiduelle qui reste piégée dans l'échantillon après la période de décharge, et pour les températures d'échauffement.

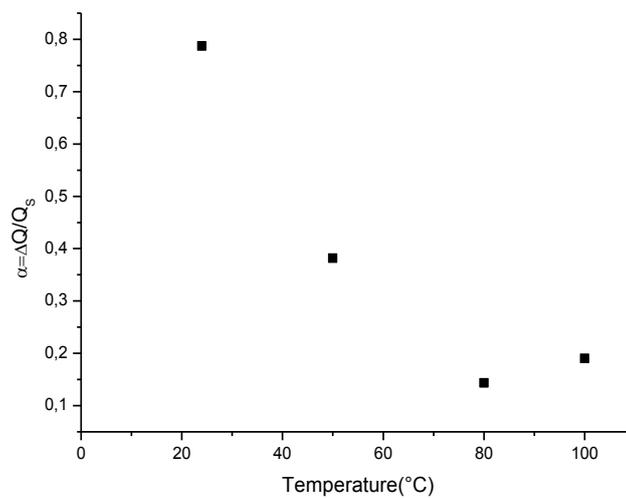
Température (°C)	$\tau$ (s)	$\tau'$ (s)	$\alpha$
24	44,67	47,08	0,78706
50	5,31	11,08	0,38158
80			0,14347
100			0,19

**Table (IV. 1) :** Variation du temps de charge  $\tau$  et de décharge  $\tau'$  et la fraction de la charge piégée  $\alpha$  pour le verre en fonction de la température

On remarque sur ce tableau, une diminution de la constante de temps de la charge et de la décharge calculée pour la température de 50°C, par rapport aux constantes de temps calculées pour la température ambiante. Cette diminution est due au dépiégeage des électrons piégés qui augmente avec l'augmentation de la température (Effet Pool Frenkel). Cette dernière qui apporte une énergie supplémentaire aux électrons présents dans l'échantillon irradié, va diminuer par conséquent la probabilité de piégeage des électrons. Tout cela va contribuer à la diminution du temps nécessaire pour remplir les pièges présents dans l'échantillon, et rend leurs évacuations rapides pendant la période de décharge. L'échauffement du verre aux hautes températures, accentue le phénomène de dépiégeage, et diminue le piégeage des électrons. Le potentiel de surface dans ce cas, va devenir faible et stable, ce qui va diminuer le coefficient de l'émission des électrons secondaires qui va devenir constant. Tout cela peut expliquer l'allure

linéaire de la charge image calculée aux hautes températures soit pendant la période de charge, ou pendant la période de décharge.

On montre sur la figure (IV. 6) la variation de la fraction de la charge dépiégée ( $\alpha$ ) en fonction de la température. Sur cette figure on voit une diminution de  $\alpha$  quand la température augmente. La signification physique de la variation de  $\alpha$  a été discutée par différents auteurs [47, 48], où les grandes valeurs de  $\alpha$  correspondent à l'étalement de la charge piégée, et les faibles valeurs de  $\alpha$  correspondent à la domination de la charge piégée stable.

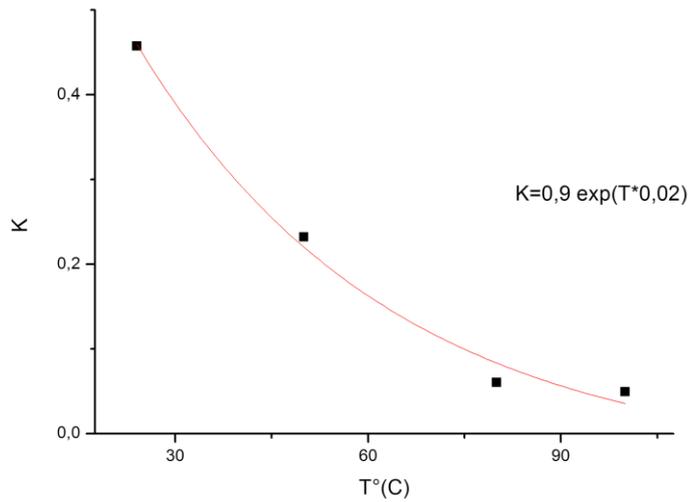


**Fig (IV. 6) :** Variation de  $\alpha = \Delta Q / Q_s$  en fonction de la température pour le verre.

Les faibles valeurs de  $\alpha$  correspondent à des charges résiduelles implantées dans le volume de la zone d'interaction du faisceau d'électrons primaires avec l'échantillon, leurs emplacements lointains par rapport à la surface de l'échantillon, et l'importance des barrières de potentiel de leurs sites de piégeage, ne leur laissent aucune chance de quitter leurs sites.

#### V. 4. 4) Calcul du coefficient d'influence

Dans la figure (IV. 7) nous présentons la courbe de la variation du coefficient d'influence en fonction de la température. Sur ce graphique on voit une diminution du coefficient d'influence en fonction de la température avec une allure exponentielle.

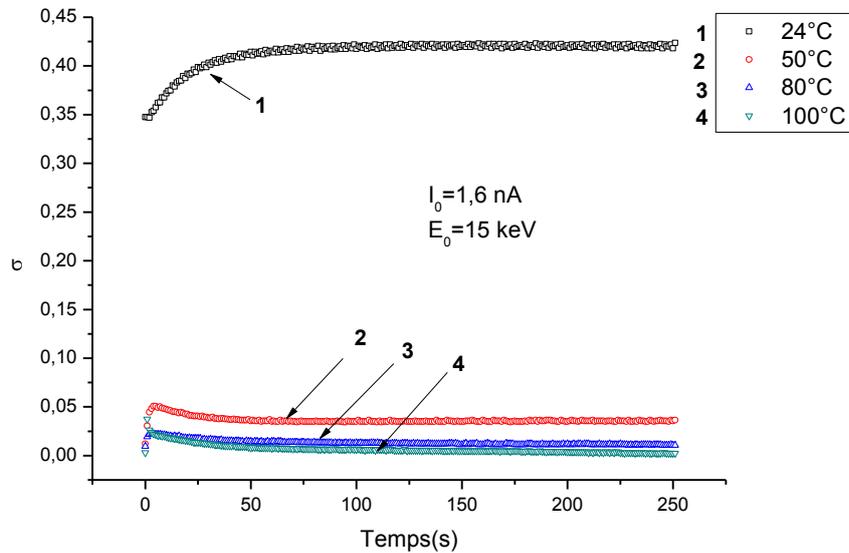


**Fig (IV. 7) :** Variation du coefficient d'influence K en fonction de la température pour le verre et son ajustage par l'équation du graphe.

On remarque une ressemblance entre l'allure de cette courbe et l'allure obtenue de la variation du coefficient ( $\alpha$ ). Ces deux paramètres présentent donc, deux méthodes pour l'investigation du comportement de la charge piégée dans l'échantillon en fonction de différents paramètres qui peuvent affecter la charge piégée dans l'isolant irradié. La diminution du coefficient d'influence avec l'augmentation de la température, peut être interprétée par l'abaissement des dimensions géométriques occupées par la charge piégée. En effet, pour une faible charge piégée et une grande énergie du faisceau primaire, le faisceau va s'enfoncer plus dans le volume du verre, et à l'inverse, en diminuant la température, la charge piégée est importante, ce qui diminue l'énergie du faisceau d'électrons primaires et la longueur de la profondeur de pénétration. Les dimensions de la zone d'interaction dans ce cas, vont prendre des distances latérales plus larges à cause de la distorsion des électrons du faisceau primaire avec le potentiel de surface important. Le coefficient d'influence dans ce cas devient augmente.

#### V. 4. 5) Calcul du Coefficient d'émission

Dans la figure (IV. 8), on présente la variation des coefficients d'émission ( $\sigma$ ) calculés à partir de l'équation (10) pour les différentes températures choisies pour la mesure des courants de fuite et des courants d'influence précédents pour le verre.

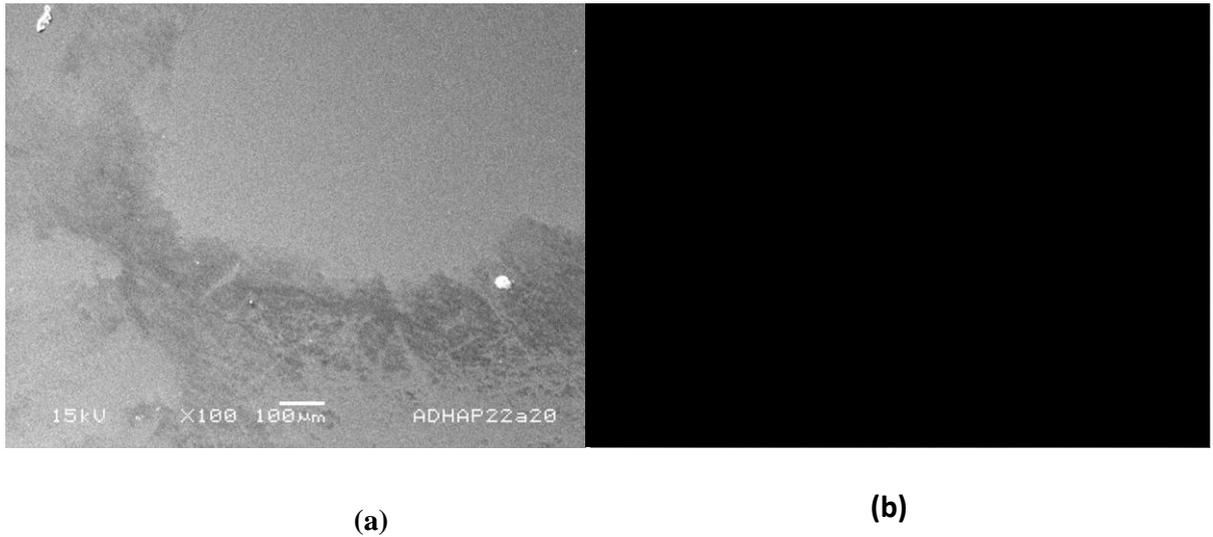


**Figure (IV. 8) :** Variation du coefficient total d'émission en fonction de la température pour le verre

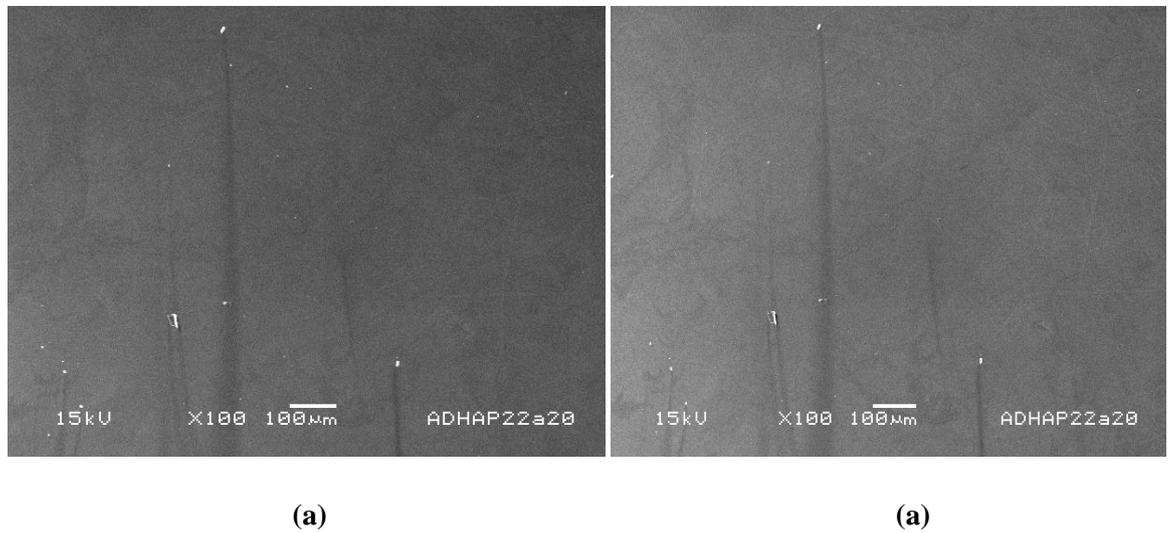
On remarque que ces courbes présentent le même ordre de classement des courants de fuite par rapport aux températures. Ce lien entre les deux phénomènes peut être lié à l'importance de l'ordre de grandeur du courant de fuite par rapport à celui du courant d'influence et qui dépend de l'équation (10). Dans le cas du verre, le courant de fuite est important par rapport au courant d'influence. Du point de vue physique, l'émission des électrons secondaires est importante à faible intensité du faisceau primaire, et les électrons secondaires sont ralentis par le champ électrique créé par les trous résultants du départ des électrons secondaires. A la température ambiante, la charge piégée est très importante ce qui résulte une zone de charge étalée, et un potentiel de surface important, ce qui va réduire l'énergie du faisceau d'électrons primaires et augmente l'émission des électrons secondaires. Pour le cas d'un verre chauffé, la charge piégée est moins importante, ce qui donne une variation de l'énergie effective du faisceau primaire moins importante par rapport à l'énergie du faisceau primaire, et une émission des électrons secondaires très faible ( $E_p = 15 \text{ keV}$ ). Mais en réalité l'image obtenue en secondaire est moins claire à la température ambiante et devient plus claire si on augmente la température figure(IV. 9) et figure (IV. 10), ce qui veut dire que la valeur du coefficient d'émission des électrons secondaire n'est pas un paramètre suffisant pour prédire à

l'avance la résolution des images en secondaire, en effet, l'augmentation du coefficient d'émission des électrons secondaires à la température ambiante est due à l'atténuation du faisceau d'électrons primaire par le potentiel de surface important, résultant de la charge piégée importante à la température ambiante. L'émission des électrons secondaires dans ce cas, augmente et devient importante, d'après le modèle conventionnel (chapitre II, paragraphe (II. 2. 5. 2)). La raison pour laquelle les images obtenues aux hautes températures sont de bonne résolution, et les coefficients d'émission des électrons secondaires trouvés faibles pour ces images, est due à la diminution de la profondeur d'échappement des électrons secondaires en augmentant la température (voir chapitre II, paragraphe (II. 2. 1. 1)), ce qui donne aux électrons secondaires issus de ces profondeurs, de faible chance de subir des diffusions avec des atomes de l'échantillon pendant leurs passages, et ainsi, les électrons secondaires dus au phénomène de cascade et les charges positives résultantes de leurs départs, vont baisser en augmentant la température. Tout cela explique la diminution de l'émission des électrons secondaires, et l'amélioration de la qualité des images obtenues à haute température.

On cite aussi un autre paramètre qui se produit pendant l'échauffement de l'échantillon irradié, qui est la diminution de la profondeur de pénétration du faisceau d'électrons primaires à l'intérieur de l'isolant irradié, à cause du seuil de l'énergie critique de l'électron, égale à l'énergie thermique ( $kT$ ), qui augmente avec l'augmentation de la température de l'échantillon. La diminution de la profondeur de pénétration à un effet sur le déplacement du centre d'inertie de la charge négative du volume d'interaction vers la surface, ce qui permet de neutraliser une partie des charges négatives du volume, par les charges positives des couches proches de la surface. Le résultat de cet équilibre est la diminution du champ électrique totale, résultant de la charge piégée à l'intérieur du verre irradié, ce qui empêche la réorientation et l'abaissement des énergies des électrons secondaires émis, et améliore ainsi, la qualité des images obtenues en électrons secondaires. Comme le montre les figures (IV. 11(a) et (b)) obtenues pour le verre chauffé à 80°C et 100°C respectivement, où on voit une nette amélioration de l'image obtenue à 100°C.

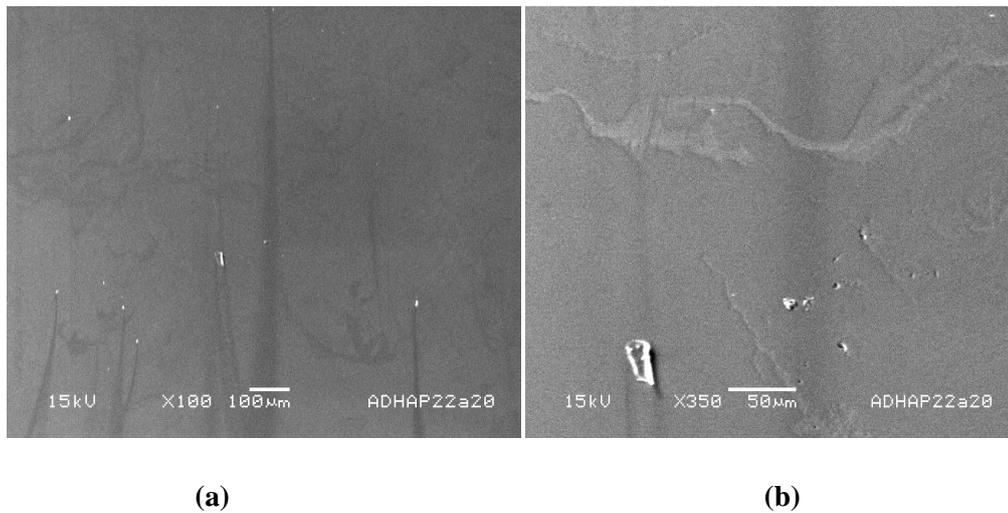


**Fig (IV. 9)** : Images en électrons secondaires obtenues à la température ambiante pour (a) le verre métallisé, et pour (b) le verre non métallisé



**Fig (IV. 10)** : Images en électrons secondaires obtenues pour le verre non métallisé (a) pour 80°C, et (b) pour 100°C.

Si on continue l'échauffement du verre, l'image devient de plus en plus nette comme le montre les figures suivantes obtenues à 180°C et 200°C:



**Fig (IV. 11) :** Images en électrons secondaires obtenues pour le verre à la température (a) 180°C, (b) 210°C.

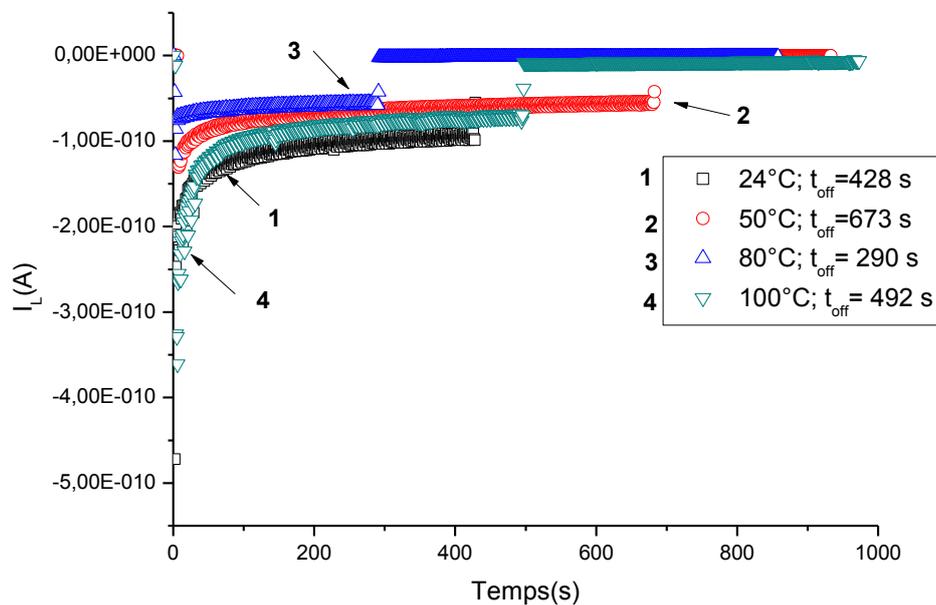
## IV. 5) CAS de PET

### IV. 5. 1) Mesure des courants de fuite et des courants d'influence :

#### IV. 5. 1. 1) Mesure des courants de fuite

La fig (IV. 12) montre les mesures des courants de fuite en fonction de la température pour le PET (Poly Ethylène Tetralphate semi cristallin). L'allure des courbes montrent une brusque augmentation des courants de fuite dès le début de l'irradiation, puis une diminution progressive jusqu'à se stabiliser à la fin de l'irradiation. Ces courbes présentent une discontinuité qui correspond à la rupture du faisceau d'électrons primaire. La courbe qui suit la rupture du faisceau d'électrons primaire, correspond à la période de décharge, où le courant de fuite mesuré, correspond aux mouvements des charges dépiégées qui s'écoulent vers la masse du pico-ampèremètre, jusqu'à épuisement de ces dernières. Tout cela va donner un courant de fuite nulle à la fin de la période de décharge. L'augmentation du courant de fuite dès le début de l'irradiation, est associée à la création d'un maximum nombre de pièges dès le début de l'irradiation. Ce phénomène est suivie par un phénomène de compétition entre les charges

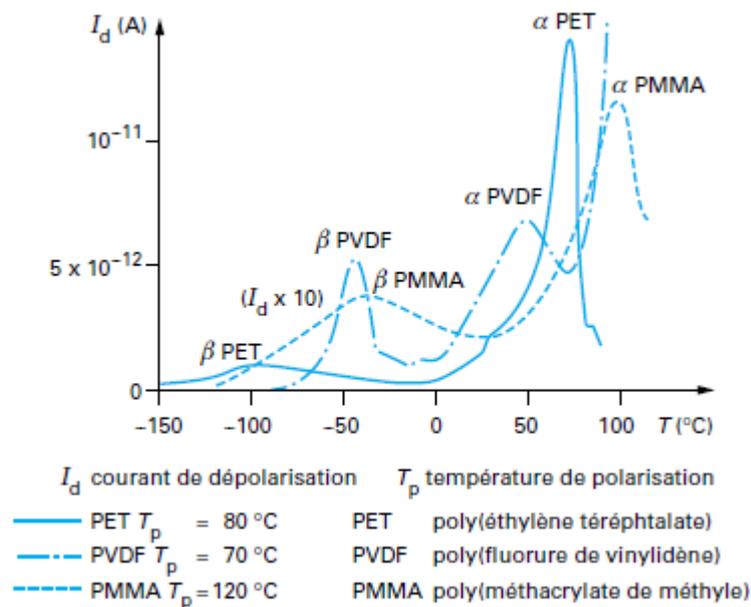
positives dues au départ des électrons secondaires de l'échantillon et les électrons du faisceau primaire qui interagissent avec l'échantillon. On remarque aussi pour les courbes qui correspondent aux températures ( 24 , 50, 80), qu'elles subissent une diminution des courants de fuite en fonction de la température pendant la période de charge, et un effet inverse très faible pendant la période de décharge, ce qui implique que l'échantillon retient toujours une charge lorsqu'on augmente la température jusqu'à 80°C.



**Fig (IV. 12) :** Courant de fuite mesuré pour le PET pour différentes températures.

Ce phénomène d'inversion dans l'ordre des intensités des courants de fuite en augmentant la température, pour le PET, peut être attribué au courant de dépolarisation des molécules de PET, sous l'effet du champ électrique résultant du piégeage de la charge à l'intérieur du volume d'interaction de l'échantillon. Les molécules du PET se désorientent de leurs directions initiales vers la nouvelle direction imposée par le champ électrique, et deviennent polarisées. Il faut tenir compte du fait que le temps de relaxation trop rapide des molécules de PET chauffées, et l'abaissement de la température qui se produit au niveau de la résistance thermique, pendant laquelle est à l'arrêt durant l'acquisition des mesures des courants

de fuite, font apparaître un courant de dépolarisation positive, qui dépend de la température du PET à l’instant de la mesure du courant de fuite. La figure (IV. 13) montre la variation du courant de dépolarisation en fonction de la température pour quelques polymères (parmi ces polymères il y a le PET semi cristallin utilisé dans les mesures). On voit sur cette figure, que l’intensité du courant de dépolarisation augmente avec la température d’échauffement, et atteint son maximum à la température de la transition vitreuse qui correspond à (80°C), puis diminue rapidement après cette température. Ce courant de signe positif, va neutraliser une partie du courant de fuite négatif, pour former le courant de fuite réel qu’on mesure par le dispositif expérimental.

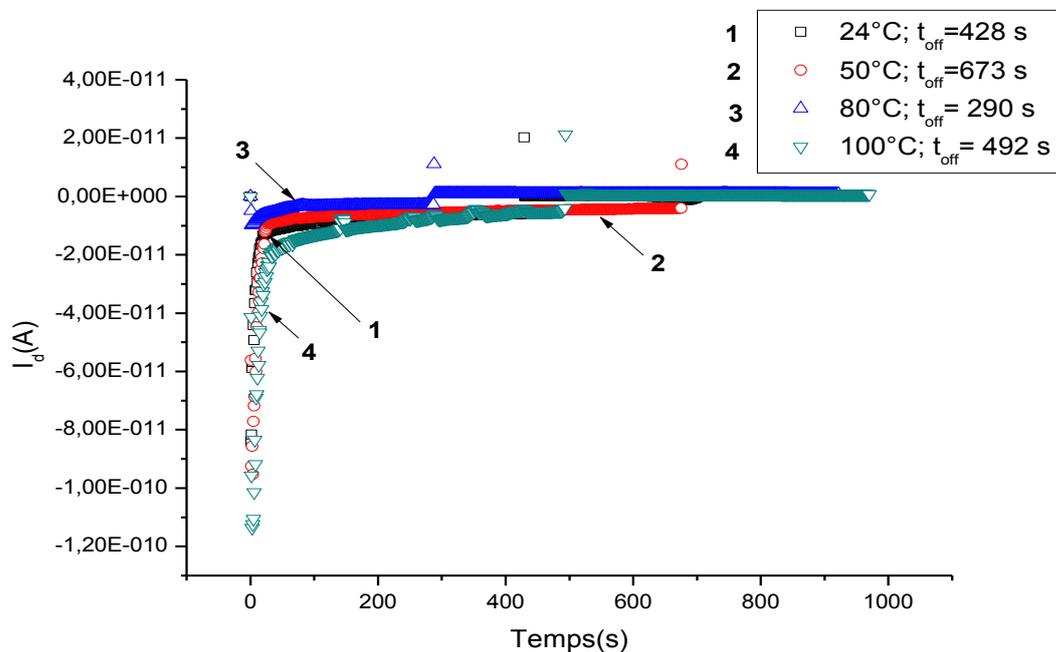


**Fig (IV. 13) :** Variation du courant de dépolarisation de quelques polymères en fonction de la température [49]

On peut constater que les courants de fuite sont des courants croissants avec la température, jusqu’à la température de la transition vitreuse où les molécules deviennent mobiles et suivent l’orientation du champ électrique résultant des charges piégées. A partir de la température de la transition vitreuse (noté  $t_g = 80^\circ\text{C}$  pour PET), des volumes molaires libres apparaissent et contribuent au piégeage de la charge et au phénomène de transport par le phénomène de saut (hopping) entre les sites de piégeage. Ce qui signifie que l’augmentation du courant de fuite à  $100^\circ\text{C}$  est due au phénomène de hopping et à la diminution du courant de dépolarisation.

### V. 5. 1. 2) Mesure du courant d'influence :

La figure (IV. 14) montre les mesures des courants d'influence obtenues pour le PET en fonction des températures. Ces courbes qui sont obtenues instantanément avec les mesures précédentes des courants de fuite, montrent une augmentation du courant d'influence au début de l'irradiation puis, une diminution progressivement jusqu'à atteindre la saturation. Après la rupture du faisceau d'électrons primaire, on constate une diminution brusque des courants d'influence vers des valeurs positives stables et très faibles. Le changement de signe du courant d'influence a été expliqué auparavant dans le paragraphe concernant la mesure du courant d'influence pour le verre.



**Fig (IV. 14) :** Courant d'influence mesuré pour le PET pour différentes températures.

Dans ces courbes on constate que le courant d'influence est très important pour la température de 100 °C et très faible par rapport à celui de 80°C. On remarque dans la figure (IV. 14) que le même ordre de classement des courants d'influence en fonction de la température a été obtenu auparavant pour les courants de fuite. Donc le même raisonnement

utilisé pour interpréter l'ordre des courants de fuite en fonction de la température, peut être valable pour interpréter l'ordre de classement des courants d'influence en fonction de la température. En effet, le courant d'influence mesuré par l'électrode (C) du dispositif expérimental (détaillé au chapitre II) est dû à la charge image de la charge qui n'a pas été neutralisé par le courant de dépolarisation dans le PET irradié.

Lorsque la charge piégée devient importante, le phénomène de flash-over peut se produire après que le champ électrique résultant de la charge piégée, atteint une valeur critique, ce qui va libérer des électrons des pièges, lesquels vont ioniser d'autres atomes sur leurs passages. Ces atomes vont émettre d'autres électrons secondaires qui seront à leurs tours, soient piégés de nouveau ou iront ioniser d'autres atomes, ou seront libérés dans le vide.

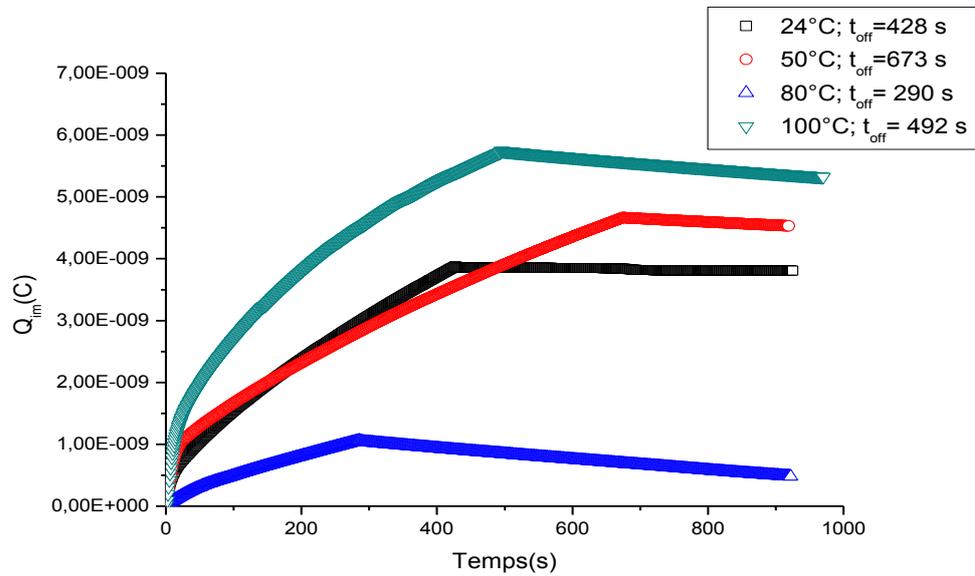
Le phénomène de flash-over se manifeste du point de vue mesure du courant d'influence par des déplétions périodiques qui apparaissent sur le courant d'influence, et c'est ce qu'on voit sur la mesure du courant d'influence mesuré à 100°C. A noter qu'à cette température, le courant de fuite mesuré précédemment (fig (IV. 12)), ne présente pas de supériorité comme le courant d'influence mesuré à cette température, à cause de l'augmentation du piégeage des électrons à cette température dans des volumes libres qui sont importants à cette température, et à la diminution du courant de dépolarisation (figure (IV. 13)). On constate aussi une inversion du courant d'influence mesuré à 50°C avec le courant d'influence mesuré à la température ambiante. Cette inversion peut être expliquée par l'image du courant de dépolarisation qui varie rapidement avec la température à 50°C, ce courant de signe négatif, va s'ajouter au courant d'influence négatif de la charge piégée dans le PET (Fig (IV. 11) ), et va donner un courant résultant plus intense. Cette observation peut être à l'origine de l'augmentation du courant d'influence obtenue à 100°C.

### IV. 5. 2) Mesure de la charge piégée :

L'évolution de la charge image en fonction du temps est calculée à partir de l'équation (9) Dans cette équation, les courants d'influences mesurés précédemment pour le PET, pour les différentes températures d'échauffement, sont intégrés par rapport au temps, et les résultats sont présentés dans la figure (IV. 15):

Dans ces courbes on remarque que la charge piégée a une allure exponentielle pendant la période de la charge et une allure linéaire pendant la période de décharge. La variation de la charge image calculée pour la partie de charge dans ce cas là, est donnée par l'équation (14).

Pour mieux interpréter ces courbes, deux paramètres sont calculés pour chaque courbe, la constante de temps de charge  $\tau$  et la fraction de la charge dépiégée  $\alpha = \Delta Q / Q_s$  et qui sont présentés sur le tableau (IV. 2).



**Fig (IV. 15) :** Charge image calculée pour le PET à partir du courant d'influence pour différentes températures

Température (°C)	$\tau$ (s)	$\alpha$
24	495	1,29E-02
50	749	3,02E-02
80	393	3,55E-02
100	270	7,32E-02

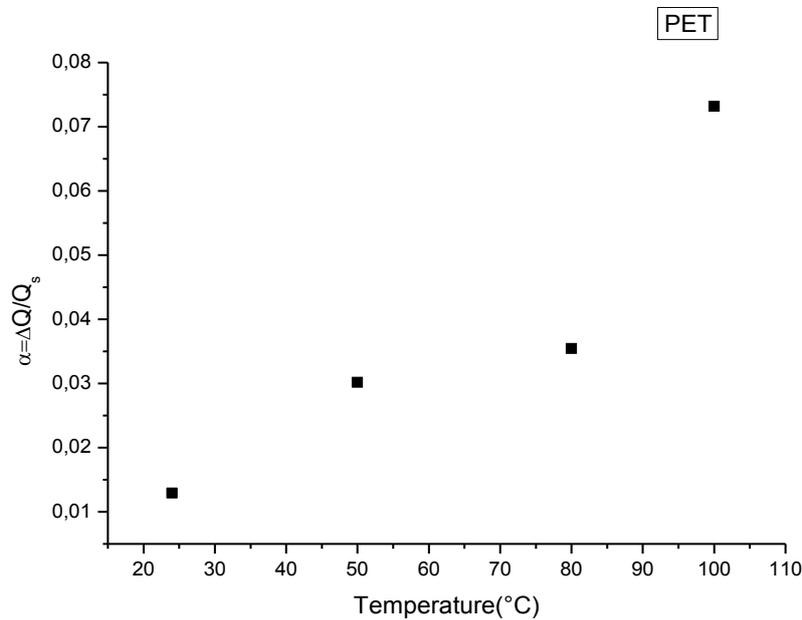
**Table (IV. 2) :** Variation du temps de charge  $\tau$  et la fraction de la charge piégée  $\alpha$  pour le PET en fonction de la température.

On remarque une diminution du temps de charge en augmentant la température à l'exception du temps de charge correspondant à la température de 50°C qui a augmenté. Cette diminution du temps de charge en fonction de la température peut être attribuée à deux paramètres importants qui sont : le volume de la poire d'interaction et l'intensité du courant de dépolarisation. En effet, l'augmentation de la température du PET qui est accompagnée par l'augmentation du courant de dépolarisation va contribuer à atteindre la saturation de la charge rapidement. Ce qui va diminuer le temps nécessaire pour la charge du PET jusqu'à la température 100°C ou le courant de dépolarisation est très faible.

L'augmentation du temps de charge à 50°C peut être attribuée au comportement du courant d'influence observé à cette température, et qui est discuté précédemment dans la mesure du courant d'influence du PET en fonction de la température. Où on n'a constaté que le courant de dépolarisation qui est quasiment présent pendant tout le temps d'irradiation pour toutes les températures, il n'est présent à la température de 50°C qu'après un certain temps d'irradiation du PET. Ce qui augmentera le temps nécessaire pour charger l'échantillon par rapport aux autres températures.

Les courbes des charges images obtenues en fonction de la température montrent que pendant la décharge, la variation de la charge en fonction du temps est linéaire pour l'ensemble des températures choisies pour les mesures (à part quelques déplétions pour 24°C). Cette forme de variation montre qu'une partie de la charge piégée pendant la période de charge, sera après la rupture du faisceau primaire, évacuée d'une manière uniforme du volume d'interaction vers la masse du pico-ampèremètre, et une autre partie va rester piégée dans le volume d'interaction de l'échantillon.

Le paramètre de la fraction de la charge dépiégée  $\alpha = \Delta Q / Q_s$ , permet d'étudier la variation de cette charge qui reste accumulée dans l'échantillon pour les différentes températures. Les valeurs calculés pour ce paramètre sont présentées dans le tableau (IV. 2) et tracées dans la fig (IV. 16) en fonction de la température.

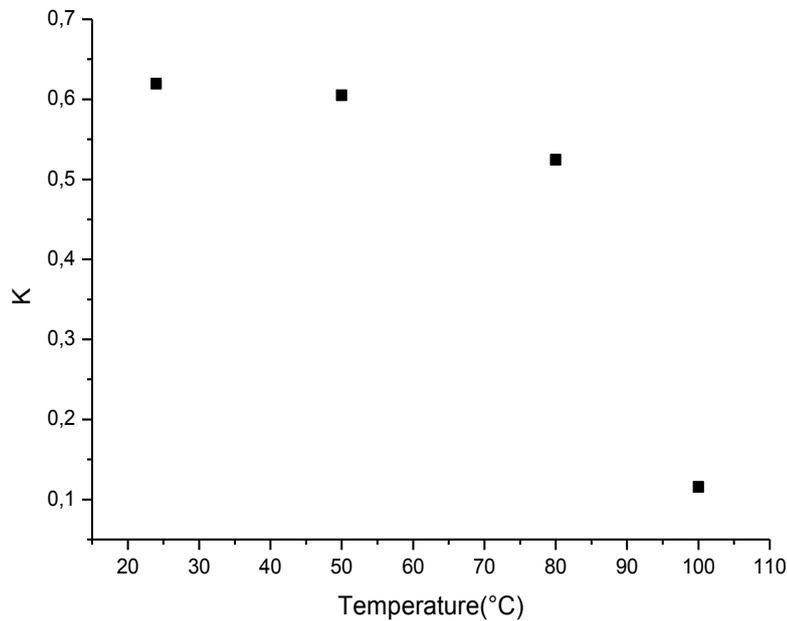


**Fig (IV. 16) :** Variation de  $\alpha = \Delta Q / Q_s$  en fonction de la température pour le PET

Dans cette figure on voit une variation quasi linéaire et croissante de  $\alpha$  en fonction de la température (avec une déplétion à 80 °C), cette forme de variation peut être expliquée par les volumes molaires libres créés par le mouvement des molécules du PET et qui augmentent en augmentant la température d'échauffement du PET et devient important après la température de transition vitreuse. Ces volumes molaires libres sont proportionnels aux températures d'échauffement et servent à cumuler une certaine quantité de charge qui reste piégée par son propre champ électrique, ou par le champ électrique du aux charges piégées aux voisinages. La déplétion de la courbe de  $\alpha$  à 80°C peut être attribuée au courant de dépolarisation important et au temps de relaxation trop court à cette température.

#### IV. 5. 3) Calcul du coefficient d'influence :

Dans la fig (IV. 17) nous présentons la courbe de la variation du coefficient d'influence en fonction de la température.

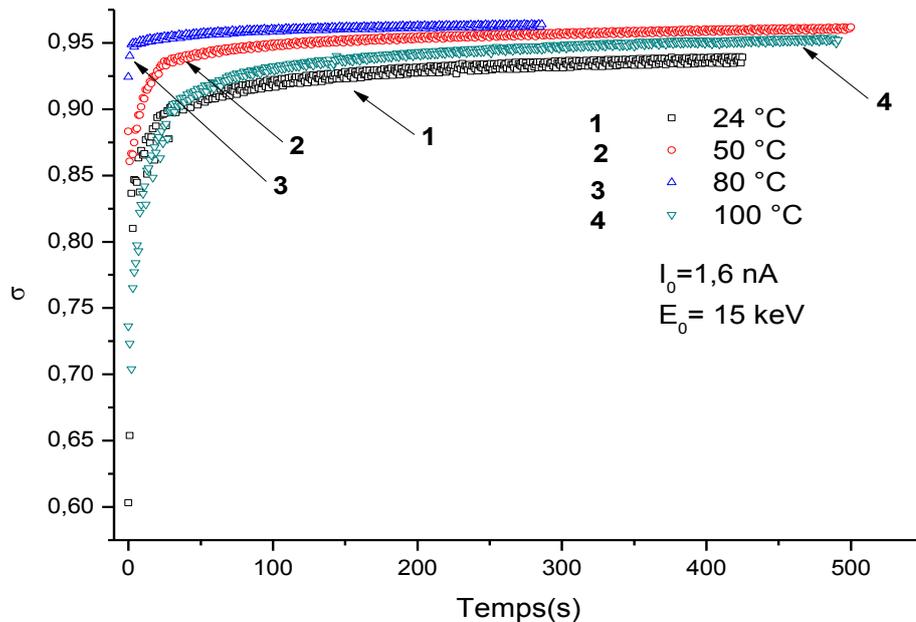


**Fig (IV. 17) :** Variation du coefficient d'influence en fonction de la température pour le PET

Sur ce graphe on voit une diminution du coefficient d'influence en fonction de la température avec une forme parabolique. Cette diminution peut être attribuée à la diminution de la profondeur de pénétration du faisceau d'électrons primaires en augmentant la température. La charge piégée est de plus en plus étalée sur la surface irradiée lorsque la température du PET augmente, ce qui va permettre à la charge piégée de s'éloigner progressivement en distance par rapport l'électrode (C). L'allure parabolique de la variation du coefficient d'influence en fonction de la température est due aux changements que subissent les dimensions latérales et verticales de la zone irradiée, en fonction de la température d'échauffement de l'échantillon. En effet, à la température ambiante et jusqu'à 50°C, la charge piégée est importante, ce qui provoque une distorsion des électrons du faisceau d'électrons primaires par la présence de la charge piégée (étalement de la charge piégée). Aux hautes températures, on assiste à une diminution de la charge piégée, ce qui augmente la profondeur de pénétration et diminue par conséquent l'étalement de la zone de charge piégée.

### V. 5. 4) Calcul du Coefficient d'émission

Sur la fig (IV. 18), on présente les valeurs des coefficients d'émission calculées à partir de l'équation (10) pour les différentes températures de mesure des courants de fuite et d'influence effectués précédemment sur le PET.

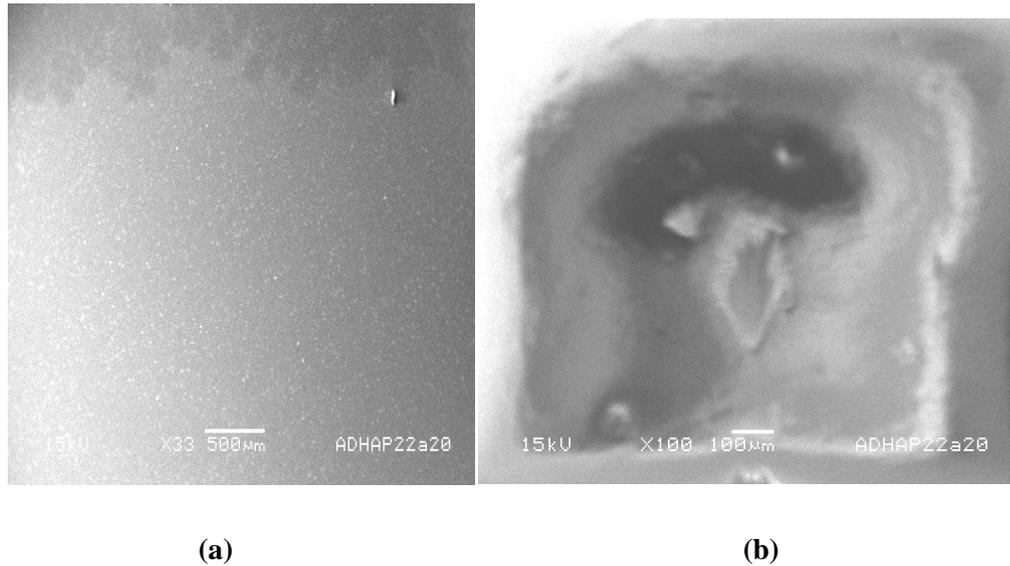


**Fig (IV. 18) :** Variation du coefficient total d'émission ( $\sigma$ ) en fonction de la température pour le PET

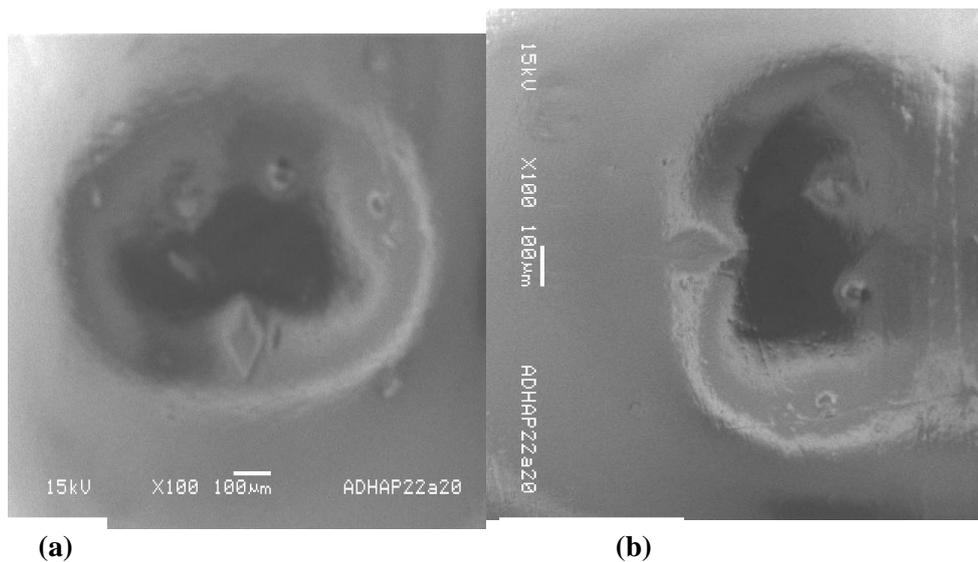
On remarque que ces courbes présentent le même ordre de classement des courants de fuite mesurés pour le PET en variant la température. Ce lien entre les deux phénomènes peut être lié à l'ordre de grandeur du courant de fuite qui est important par rapport à celui du courant d'influence lorsque les deux intensités de courant sont remplacées dans l'équation (10). Du point de vue physique, l'émission des électrons secondaires est plus sensible au champ électrique de la charge piégée à cause de leurs faibles énergies cinétiques. On voit une proportionnalité inverse entre le coefficient d'émission et les quantités de charges piégées mesurées précédemment..

Pour vérifier la variation du coefficient d'émission des électrons secondaires en fonction de la température, nous avons pris des images de l'échantillon PET pour différentes

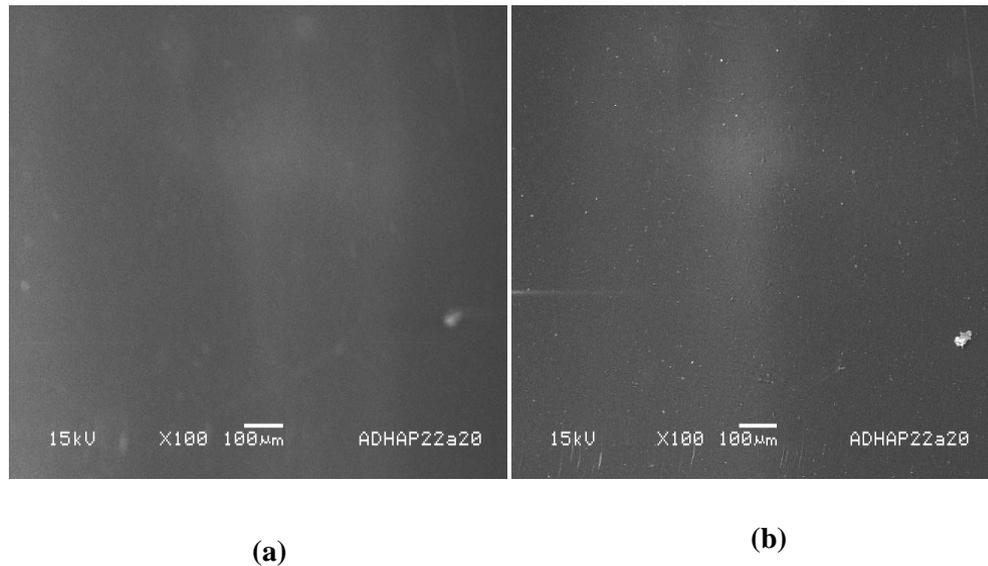
températures, et pour montrer l'effet de charge, une image en secondaire pour le PET métallisé a été prise pour la même énergie du faisceau d'électrons primaires, et la même distance de travail. Voir fig (IV. 19).



**Fig (IV. 19) :** Images en électrons secondaires obtenues à la température ambiante pour (a) le PET métallisé, et pour (b) le PET non métallisé



**Fig (IV. 20):** Images en électrons secondaires obtenues pour le PET non métallisé (a) pour 80°C, et (b) pour 100°C.



**Fig (IV. 21) :** Images en électrons secondaires obtenues pour le PET non métallisé (a) pour 180°C, et (b) pour 200°C.

On voit sur la figure (IV. 18a) qui correspond au PET métallisé, un changement de contraste qui apparaît dans la partie supérieure de l'image. Ce contraste sombre peut provenir d'une inclinaison très faible (angle d'inclinaison de l'ordre de  $0,01^\circ$ ). Cette inclinaison est liée au réglage automatique de l'inclinaison de l'échantillon dans la chambre objet du MEB utilisé dans cette étude. L'inclinaison de l'échantillon a un effet sur l'émission des électrons secondaires qui ne va pas être uniforme au long de l'échantillon (augmentation suivant une direction, et diminution suivant l'autre direction) [50].

Sur ces figures (IV. 19. b), (IV. 20). On voit la présence de l'effet miroir jusqu'à la température de 100°C. On remarque que cet effet diminue avec l'augmentation de la température (figure (IV. 21)) à cause de l'étalement de la charge piégée jusqu'à disparition complète à 180°C. L'image obtenue à 200°C possède une bonne résolution avec une tendance de prendre la couleur sombre qui est dû au coefficient d'émission des électrons secondaires qui est proche de 1.

L'augmentation du coefficient d'émission des électrons secondaires, associé aux images contenant l'effet miroir (chapitre II, paragraphe II. 2. 5. 3 1), est due à l'abaissement de l'énergie du faisceau d'électrons primaires non défléchi par le potentiel de surface, et qui

interagit avec l'échantillon. Le résultat de cet abaissement d'énergie, est l'augmentation de l'émission des électrons secondaires comme le mentionne le principe de la variation conventionnelle (chapitre II, paragraphe II. 2. 5. 2 ).de la partie

#### **IV. 5) Conclusion**

Nous avons utilisé dans cette étude un dispositif expérimental basé sur le principe de l'influence de la charge pour mesurer le courant d'influence et le courant de fuite. Le calcul du coefficient d'influence est indispensable pour la mesure de la charge piégée dans l'isolant irradié.

L'étude menée sur deux isolants de natures différentes ( le verre et le polymère) nous a permis de constater une différence entre le piégeage et le dépiégeage de la charge piégée pour chaque type d'isolant. En effet, l'application de l'effet thermique sur chaque type d'isolant irradié, nous a aidé à comprendre le comportement de la charge piégée dans chaque type d'isolant, à partir des courbes qui donnent la variation du coefficient d'influence en fonction de la température, ou du coefficient de la fraction de la charge piégée en fonction de la température.

La particularité du comportement du polymère par rapport au verre sous l'effet de la température, nous a contraint de connaître à l'avance, les courants omniprésents dans le polymère sous l'effet de la température, information nécessaire pour interpréter les résultats issus des mesures des courants, obtenus à partir du dispositif expérimental contenant un polymère chauffé et irradié.

La comparaison entre le verre et le polymère vis-à-vis du piégeage de la charge, nous a permis de connaître l'évolution des sites de piégeage en augmentant la température. Leurs densité est stable pour le verre par contre pour le polymère, malgré qu'elle est faible, elle augmente en augmentant la température. Cette propriété de l'évolution des sites de piégeage en fonction de la température, donne deux aspects différents pour les deux matériaux en ce qui concerne l'évolution de la charge résiduelle en fonction de la température : le verre qui a tendance pour libérer sa charge résiduelle en augmentant la température, et le PET qui a tendance d'accumuler plus de charge résiduelle, mais avec une faible quantité, avec l'augmentation de la température d'échauffement.

La comparaison entre l'allure des courants de fuite et des courants d'influences du verre et du PET est due au piégeage de la charge à des distances plus profondes pour le PET, et à des

distances moins profondes pour le verre. Cela est dû à la différence de densité entre les deux matériaux (la densité du PET (1,38) et celle du verre est (2,5)).

Les mesures des coefficients d'émission total, à partir des mesures des courants d'influence et de fuite, en changeant la température, et en faisant le rapport avec les images obtenues pour chaque température, nous a révélé que ce coefficient n'est pas suffisant pour prédire à l'avance la qualité des images qu'on peut obtenir pour des conditions d'irradiation données dans le MEB, sans métallisation et sous échauffement thermique. En effet, des images de bonne qualité pour des échantillons chauffés et irradiés, peuvent être obtenues avec des coefficients d'émission faibles. La température qui réduit les profondeurs d'échappements des électrons secondaires va les empêchés de subir d'autres collisions avant de s'évacuer vers la surface de l'échantillon, et prendre le chemin vers le détecteur des électrons secondaire. Ce qui rend leurs points de départ plus précis et dans ce cas-là, les images obtenues deviennent plus claires. L'équilibre qui se produit entre les charges de différents signes dans le cas d'un échantillon chauffé et irradié, vient favoriser la détection des électrons secondaires issus des profondeurs d'échappement faibles, améliorant ainsi la qualité des images obtenues par le détecteur des électrons secondaire.

**CHAPITRE V : ETUDE PAR LA SPECTROSCOPIE DES RAYONS  
X L'EFFET DE CHARGE SUR DES ISOLANTS IRRADIEES DANS LE  
MEB**

## **V. 1) Introduction**

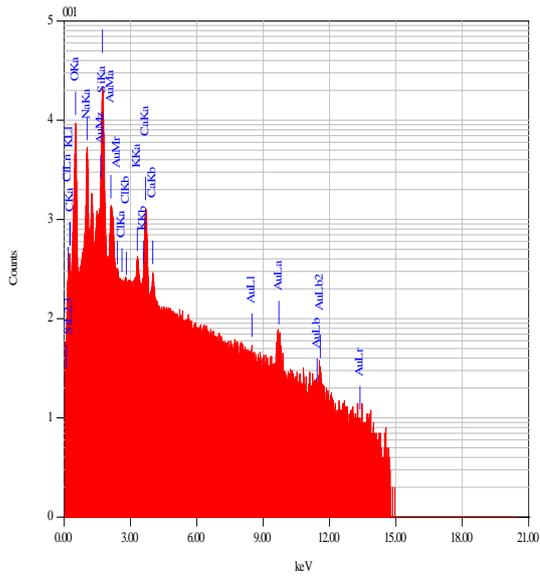
Nous complétons dans ce chapitre l'étude précédente menée sur les deux isolants (une lame de verre et un Poly Ethylene Tetralphate (PET)), par une étude par la microanalyse X, de l'effet de la température sur la variation de la fraction de masse des éléments chimiques que constituent les échantillons analysés (détail du détecteur des rayons X utilisé est donné au chapitre précédent). Ces fractions de masses sont calculées également pour les mêmes échantillons, mais avec une métallisation supplémentaire apportée sur leurs surfaces. Les spectres des rayons X obtenus, sont exploités pour mesurer la variation du potentiel de surface en fonction de la température d'échauffement des échantillons irradiés dans le MEB.

## **V. 2) Cas du verre**

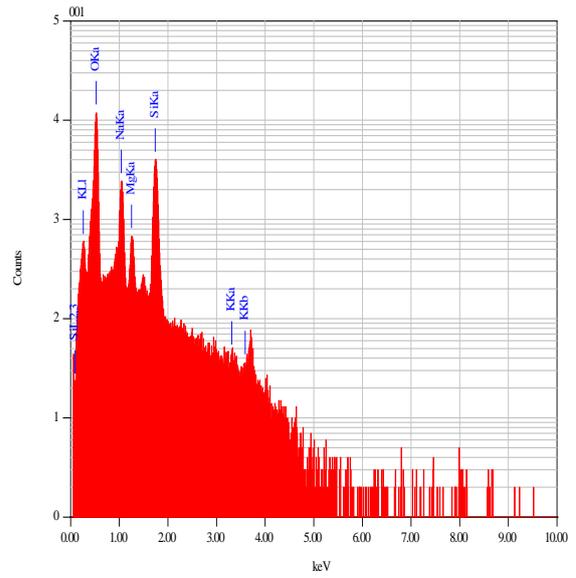
### **V. 2. 1) Etude de l'effet de la température sur la spectroscopie des rayons X**

Nous avons fait varier la température d'échauffement du verre placé dans le dispositif expérimental décrit précédemment à partir de la température ambiante jusqu'à 210 °C, et nous avons enregistré le spectre des rayons X pour chaque température, et afin de montrer l'effet de la charge piégée sur l'erreur qu'elle peut provoquer sur l'intensité des raies caractéristique du spectre des rayons X, le spectre des rayons X pour le verre métallisé connecté à la masse est enregistré à la température ambiante. Ce spectre est considéré comme un spectre de référence, c.à.d un spectre qui n'est pas affecté par l'erreur due à la charge piégée dans l'échantillon après irradiation. Les spectres enregistrés sont montrés sur les figures suivantes :

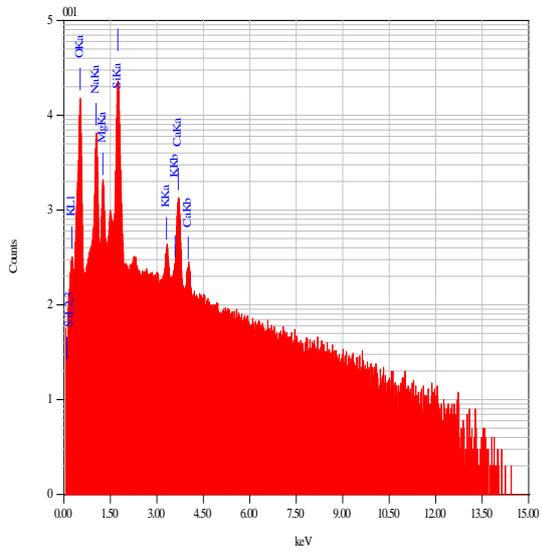
## Chap V : Etude par la spectroscopie des rayons X l'effet de la charge sur les isolants irradiés



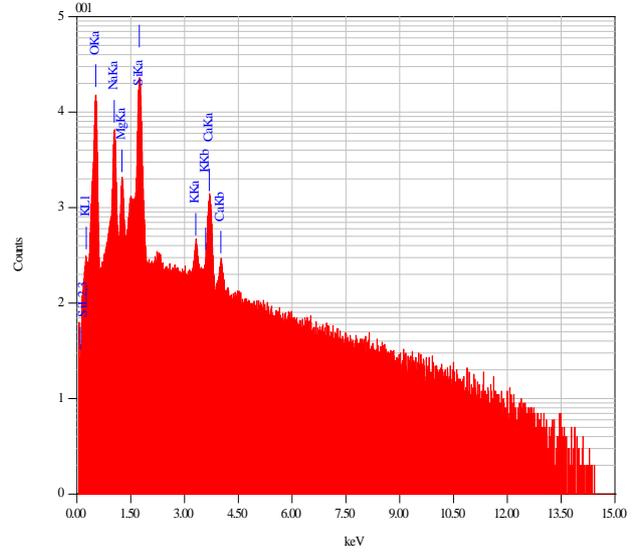
**Fig (V. 1) :** Spectre du verre métallisé à la température ambiante



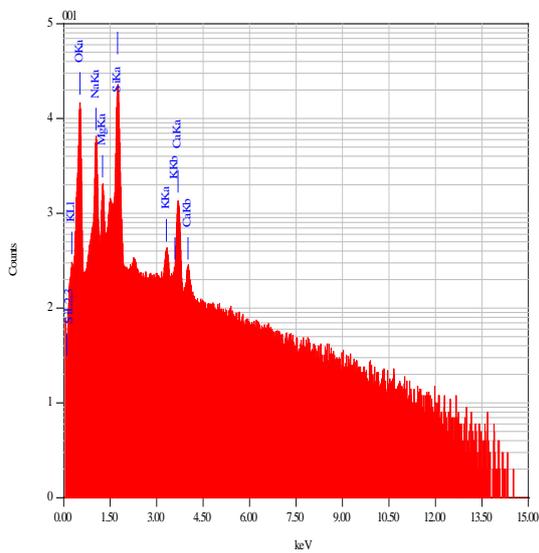
## Chap V : Etude par la spectroscopie des rayons X l'effet de la charge sur les isolants irradiés



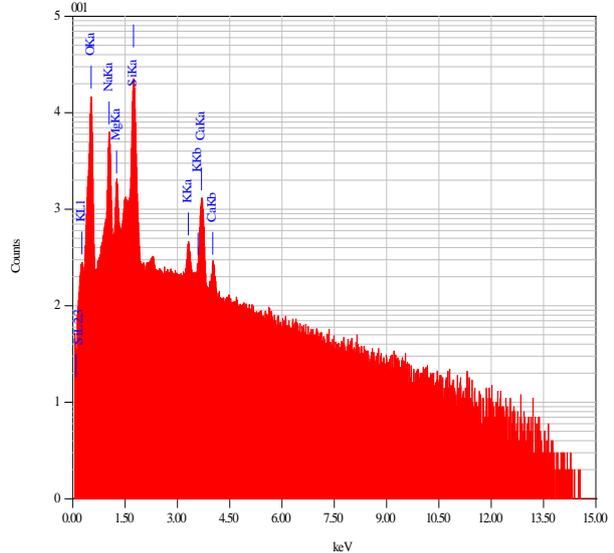
**Fig (V. 5) :** Spectre du verre à la température 100°C



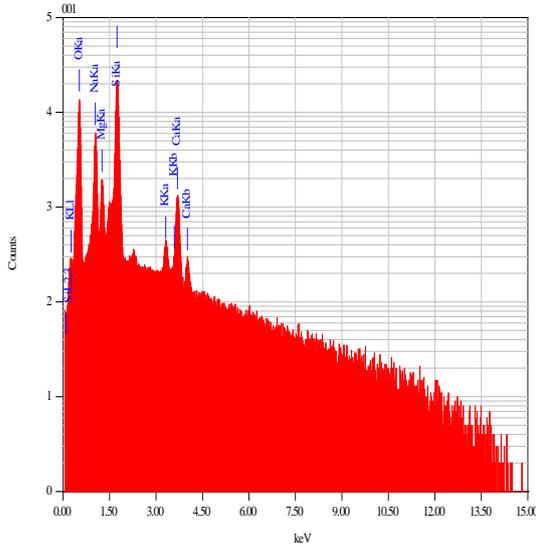
**Fig (V. 6) :** Spectre du verre à la température de 120°C



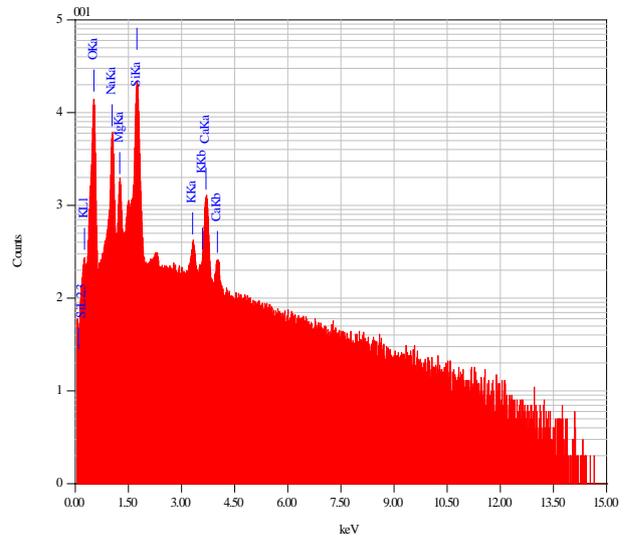
**Fig (V. 7) :** Spectre du verre à la température 140°C



**Fig (V. 8) :** Spectre du verre à la température 160°C



**Fig (V. 9) :** Spectre du verre à la température 180°C



**Fig (V. 10) :** Spectre du verre à la température de 200°C

On voit sur ces spectres que les pics des rayons caractéristiques et l'extrémité du spectre du fond continu augmentent en augmentant la température d'échauffement du verre. Si on compare le spectre du verre métallisé à la température ambiante et du verre chauffé sans métallisation, on remarque que le spectre du verre métallisé contient en plus du spectre du verre chauffé, un spectre qui caractérise la couche d'or de la métallisation, et les intensités des pics des raies caractéristiques sont plus importants pour le verre métallisé, à part une diminution pour la raie de l'oxygène par rapport au verre non métallisé. Cette diminution peut être justifiée par la présence d'une couche de matériau supplémentaire qui est la couche d'or de métallisation (quelques nano mètres) et qui réduit de quelques dizaines d'électrons volts, l'énergie du faisceau d'électrons primaires, ce qui va réduire l'intensité de la raie caractéristique de l'oxygène et qui peut aussi être réduite par absorption par la couche d'or.

Pour toutes les autres raies caractéristiques, on remarque une diminution des intensités des raies caractéristiques enregistrées à la température ambiante et sans métallisation. Cette diminution peut être expliquée par la distorsion du faisceau d'électrons primaires en interagissant avec le verre contenant une quantité de charge importante à la température

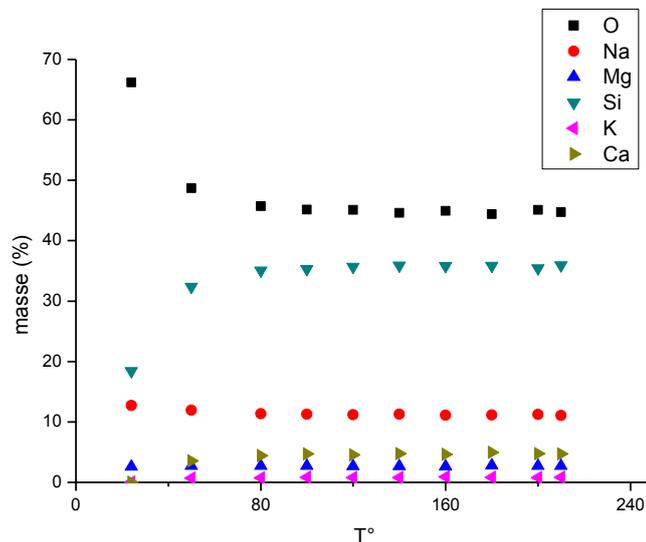
## Chap V : Etude par la spectroscopie des rayons X l'effet de la charge sur les isolants irradiés

ambiante. Une large zone de surface balayée n'est plus concernée par les rayons X récoltés à cause de l'effet miroir partiel, ce qui explique la diminution de l'intensité des rayons X de quelques éléments obtenues à cette température.

Pour les hautes températures on constate une ressemblance entre l'intensité de différentes raies caractéristiques enregistrées pour tous les éléments. Une comparaison plus exacte entre l'intensité des raies caractéristiques dans ce cas là, nécessite le calcul de variation de compositions chimiques calculées à partir des raies caractéristiques et qui sera montré dans le paragraphe suivant.

On constate aussi dans ces courbes la réduction de la douane-hunt-limite en augmentant la température d'échauffement du verre, On remarque que pour les hautes températures, la Douane reste très faible mais ne s'annule pas comme pour le spectre du verre métallisé, cette limite qui n'est pas nulle est due à la présence de faibles quantités de charges à hautes températures.

Pour montrer la variation des proportions de masse des éléments que contient le verre analysé, on a présenté sur la figure (V. 11) la variation de la fraction de masse de ces différents éléments fonction de la température :

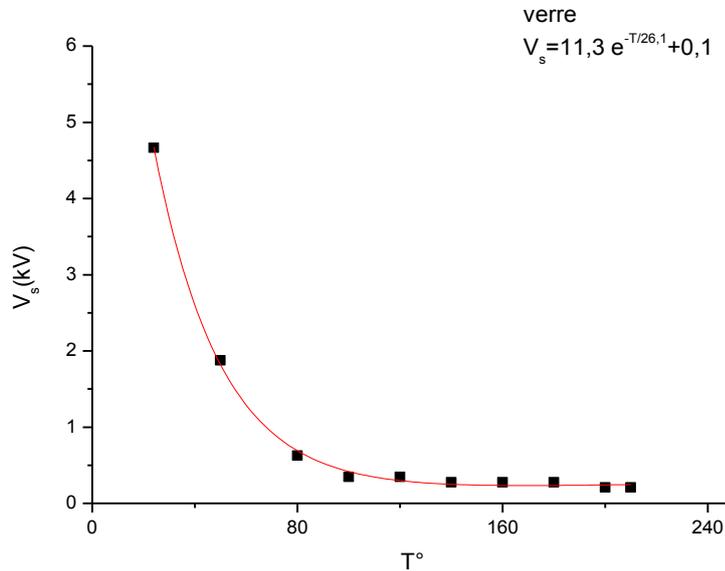


**Fig (V. 11) :** Variation de la fraction de masse des différents éléments du verre en fonction de la température

On remarque sur cette figure, une augmentation de la fraction de masse du silicium à la température ambiante et à la température de 50°C. Cette augmentation est suivie par contre d'une diminution de la fraction de masse de l'oxygène, cette variation de l'intensité des deux éléments aux températures indiquées peut être attribuée au potentiel de surface qui reste important à ces deux températures, d'où la réduction de l'énergie effective du faisceau primaire qui excite les atomes de silicium. Cette réduction de la fraction de masse du silicium est compensée par la fraction de masse de l'oxygène et des autres éléments ( la somme des fractions de masse doit être 100%), et puisque les atomes d'oxygène sont majoritaires dans le verre, alors la compensation se fait par les atomes d'oxygènes. La libération du gaz d'oxygène dans le vide de la chambre objet, à cause du courant ionique résultant du mouvement des atomes de sodium sous l'effet du champ électrique intense, résultant de la charge piégée, est aussi responsable de la réduction de la fraction de masse de l'oxygène [51]. On remarque aussi une augmentation de la fraction de masse du calcium à la température ambiante et à 50°C, jusqu'à se stabiliser à partir de 80°C. Cette augmentation peut être attribuée à la faible présence du calcium et à l'effet de distorsion dû à la quantité de charge piégée importante à ces deux températures. Pour le sodium la variation est différente par rapport aux cas précédents. On remarque une diminution de la fraction de masse du sodium à la température ambiante et à 50°C. Aux températures élevées par contre, la fraction de masse du sodium se stabilise. Cette variation dans la fraction de masse du sodium, peut être attribuée aux changements dans l'intensité du champ électrique induit par la charge piégée dans le verre irradié, et qui est responsable de la migration des ions de sodium de leurs sites vers le point I (figure II. 8 au chapitre II) .

### V. 2. 2) Mesure du potentiel de surface

Dans la figure nous présentons la courbe de la variation du potentiel de surface en fonction de la température, le potentiel de surface a été calculé à partir de la mesure de la douane-Hunt-limite des spectres des rayons X obtenu pour les différentes températures de mesure.



**Fig (V. 12) :** Variation du potentiel de surface du verre en fonction de la température

On remarque sur ce graphe une diminution exponentielle du potentiel de surface du verre en fonction de la température. Ce potentiel de surface qui est considérablement élevé à la température ambiante et à 50°C, diminue à 80°C et se stabilise après, jusqu'aux températures élevées. Ce comportement peut être attribué à la variation de la quantité de charge piégée qui devient très faible à hautes températures, et par conséquent, le potentiel de surface qui lui correspond devient stable. On remarque que la même allure a été observée pour la courbe de variation du coefficient d'influence K en fonction de la température. Ce lien entre l'allure de ces deux courbes peut être attribué à la dépendance du coefficient d'influence aux dimensions des zones de charge et de leurs hauteurs par rapport au détecteur du courant d'influence, et puisque ces dimensions sont en lien avec le potentiel de surface, l'étalement de la charge piégée pour un potentiel de surface élevé, et la localisation de la charge piégée pour les faibles valeurs du potentiel de surface.





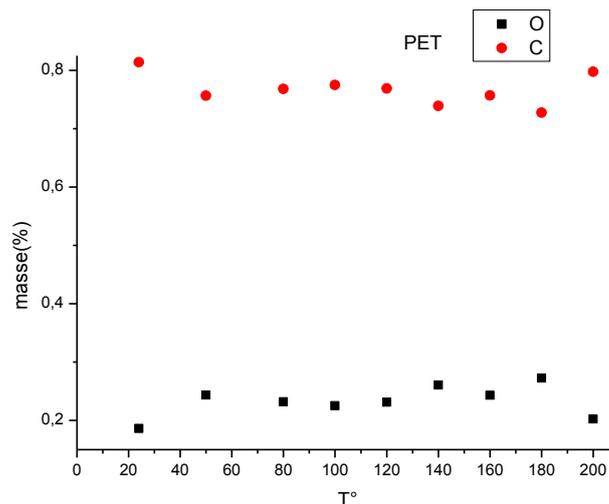


## Chap V : Etude par la spectroscopie des rayons X l'effet de la charge sur les isolants irradiés

On remarque sur les spectres du PET que l'effet de charge est très important par rapport à celui observé pour le verre. On constate aussi la présence dans ces spectres de quelques raies parasites tels que la raie de l'argent et la raie de cuivre qui proviennent des rayons X provenant du dispositif expérimental qui a interagi avec les électrons rétro-diffusés ou les électrons du faisceau primaire défléchi de leur trajectoire initiale par l'effet de charge très important (effet miroir).

Si on compare le spectre du PET métallisé et du PET non métallisé à la température ambiante, on voit une différence considérable en ce qui concerne le nombre de coups enregistré pour le carbone et pour l'oxygène ( 10000 coups de carbone et 4000 coups d'oxygène) pour PET métallisé contre 2000 coups de carbone et 600 coups d'oxygène pour le PET non métallisé). Cette différence provient essentiellement de la charge piégée dans le PET non métallisé à la température ambiante qui est importante (calculé au chapitre (IV)) et qui peut défléchir une grande partie du faisceau incident (effet miroir voir fig (IV 17.b)), ce qui atténue considérablement l'intensité des coups enregistrés.

Pour montrer l'effet de la température sur la composition chimique du PET, on a présenté sur la fig (V. 23) la variation de la fraction de masse des différents éléments que contient le PET (carbone et oxygène) en fonction de la température :

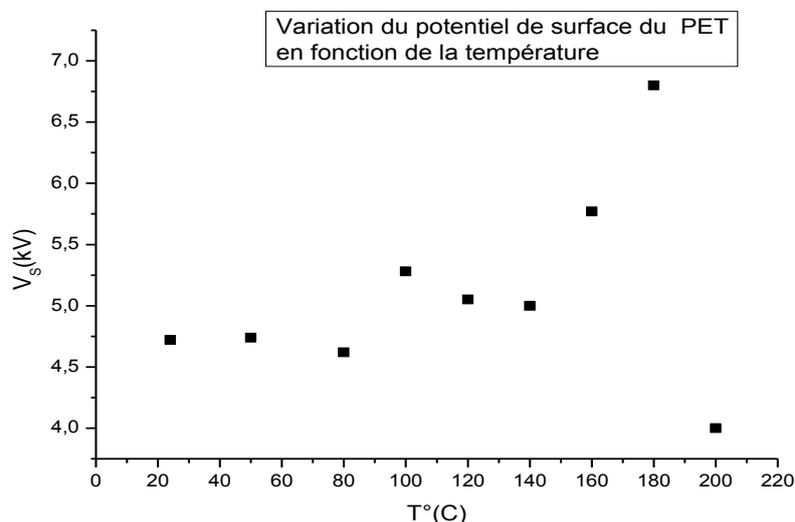


**Fig (V. 23) :** Variation de la fraction de masse de l'oxygène et du carbone pour le PET en fonction de la température

On voit que les fractions de masses calculées ne sont pas stables, et montre que le PET analysé est composé par du carbone d'oxygène. On remarque aussi que l'allure de la courbe qui présente la variation de fraction de masse prend pas une forme bien précis, On remarque une diminution de la fraction de masse pour le Carbone à 100°C et à 120°C . Cette fluctuation peut être attribuée aux quantités de charges pour les différentes températures de mesures et qui peut affecter la précision des mesures de la Douane. La variation de la quantité de charge piégée dans le PET (calculées dans le chapitre IV) peut changer le potentiel de surface, ce qui affecte indirectement l'intensité des rayons X mesurés par le changement que va subir l'énergie effective du faisceau d'électrons primaires. Ce qui va modifier les profondeurs de l'échantillon qui vont interagir avec les électrons du faisceau d'électrons primaires et donc changer l'intensité des rayons X mesurés.

### **V. 3. 2) Mesure du potentiel de surface**

Dans la figure nous présentons la courbe de la variation du potentiel de surface en fonction de la température, le potentiel de surface a été calculé à partir de la mesure de la douane-hunt-limite des spectres des rayons X obtenu pour les différentes températures de mesure ( plus de détail de la douane est donné au chapitre II).



**Fig (V. 24) :** Variation du potentiel de surface du verre en fonction de la température

## **Chap V : Etude par la spectroscopie des rayons X l'effet de la charge sur les isolants irradiés**

Dans ce graphe on voit une instabilité pour les potentiels de surface mesuré, et elle devient plus visible après la température de la transition vitreuse. Ceci exactement à 100°C, où on voit une remontée importante du potentiel de surface, puis une diminution pour les deux températures qui viennent après. Ensuite une remontée à nouveau jusqu'à 180°C puis une diminution à 200°C. Cette augmentation et diminution du potentiel de surface est due aux phénomènes de charge qui commencent à devenir importants après la température de la transition vitreuse. Lorsque la charge atteint un certain champ critique, elle est libérée sous forme de phénomènes de cascades dans le vide de la chambre échantillon ou elle peut circuler vers la masse par le courant de surface.

### **V. 4) Conclusion**

L'étude par la microanalyse X sur le verre et le PET chauffées à différentes températures, nous a permis de suivre l'évolution de la concentration des éléments chimiques qui sont instables par l'effet du champ électrique résultant du piégeage des charges. Cet effet est atténué par l'effet thermique qui peut diminuer considérablement les charges piégées pour le verre. Par contre la précision de cette méthode diminue lorsque la charge piégée et par conséquent le potentiel de surface devient considérablement important.

Cette méthode nous a permis aussi de mesurer le potentiel de surface en variant la température pour le verre et le PET. Ceci a permis d'obtenir une loi exponentielle décroissante pour le verre, et une forme qui présente différentes phases pour le PET, où on remarque un pic de potentiel de surface aux alentours de la température de transition vitreuse, et une décente considérable du potentiel de surface pour la température de 200°C, qui est due aux phénomènes de flash over déclenchés à cette température.

L'effet de charge peut ajouter aux spectres des échantillons le spectre des éléments chimiques qui composent le dispositif expérimental.

## Conclusion générale et perspective

L'objectif de notre travail était d'étudier le comportement de l'isolant irradié dans le MEB et les modifications que subissent les émissions des électrons secondaires responsables des images en électrons secondaires. Cette étude était devenue possible grâce à un dispositif expérimental qui permet de mesurer la charge piégée dans les isolants irradiés dans le MEB, et qui permet aussi de suivre son évolution temporelle grâce aux mesures du courant de fuite et du courant d'influence simultanément, lequel peut remonter au calcul de la charge piégée dans l'isolant irradié par le principe d'influence électrostatique. Ce dispositif développé à l'origine au laboratoire de Reims, et qui a subi plusieurs modifications depuis son invention afin d'augmenter la performance dans les mesures des courants, et de diminuer les effets parasites qui peuvent réduire la précision de celles-ci. Notre étude par la méthode des éléments finis de la distribution et l'intensité du champ électrique résultant de la présence d'une charge dans un isolant placé dans le dispositif expérimental. Ce dispositif est placé dans la chambre objet du MEB, et en reproduisant les mêmes dimensions et les mêmes formes géométriques des différents objets qui entourent la zone de charge présente dans l'échantillon, nous a permis de reproduire les mêmes conditions des mesures effectuées par le dispositif expérimental. Ceci nous a permis aussi d'étudier les différents paramètres qui peuvent affecter sur ces mesures. Cette étude nous a permis également d'obtenir une relation globale entre le coefficient d'influence et les différents paramètres qui peuvent affecter les mesures du coefficient d'influence. Ceci permettra d'optimiser le dispositif expérimental. Notre apport de la méthode des éléments finis à 3 dimensions pour optimiser le dispositif expérimental ouvre d'autres perspectives pour envisager d'autres géométries, formes et matières pour de nouveaux dispositifs expérimentaux.

L'ajout d'une résistance thermique à ce dispositif expérimental nous a permis d'étudier l'effet de la température sur le piégeage de la charge dans deux isolants différents qui sont le verre et le polymère PET. La réponse des deux matériaux vis-à-vis le piégeage de la charge et la création des défauts est différente pour les deux matériaux, et la présence d'un courant de dépolarisation pour le PET a rendu cette étude très délicate.

Les mesures effectuées par le dispositif expérimental ont été exploitées pour calculer le coefficient d'émission total pour différentes températures d'échauffement pour le verre et le polymère. La comparaison entre les images en secondaires et les coefficients d'émission obtenus pour les mêmes conditions, nous a informé sur le fait que la grande valeur du coefficient d'émission, n'est pas suffisante pour prévoir la bonne qualité des images en secondaires, obtenues sous échauffement. Les résultats obtenus montrent que l'amélioration des images obtenues à haute température est due essentiellement à la diminution du potentiel de surface de l'échantillon irradié. Cette baisse du potentiel de surface qui a un effet direct sur signaux des électrons secondaires récoltés par le détecteur des électrons secondaires, résulte essentiellement de l'équilibre entre les charges de différents signes qui se produisent pendant l'irradiation d'un isolant chauffé à haute température.

L'application de la microanalyse X au verre et au PET, nous a permis de définir la composition chimique des deux isolants, et nous a permis aussi de suivre leurs évolutions en fonction de la température d'échauffement. L'exploitation des spectres obtenus nous a permis de mesurer le potentiel de surface pour les deux isolants, et pour les différentes températures d'échauffement. Les variations obtenues sont : une loi exponentielle décroissante pour le verre, et une forme qui présente différente phase pour le polymère, où la courbe du potentiel de surface présente un sommet qui correspond à la température de transition vitreuse du PET semi cristallin. Ce résultat important obtenu pour le polymère, ouvre de nouvelle perspective pour ajouter la méthode de la microanalyse X aux autres méthodes utilisées dans le domaine des polymères pour déterminer les températures des transitions vitreuses des polymères.

## Références Bibliographiques

- [1] SEILER H., “Electron Beam Interaction with Solids” in *SEM*, KYSER, D.F., NIEDRIG, H., NEWBURY, D.E. and SHIMIZU, R. (eds), p. 33, Chicago, 1984.
- [2] Kanaya K and Okayama S 1972 Penetration and energy-loss theory of electrons in solid targets *J. Phys. D: Appl. Phys.* **5**, p. 43–58
- [3] Reimer L., “Scanning electron microscopy, physics of image formation and microanalysis “, p 5, Springer, 2009.
- [4] E.I. Rau and V.N.E. Robinson, *Scanning* **18**, 556 (1996).
- [5] JOY D.C., “A Database on Electron-Solid Interactions”, *Scanning* vol.17, p. 270–275, 1995.
- [6] SEILER H., “Some problems of secondary electron emission”, *Angew Z Phys.* **22**, p.249–263, 1967.
- [7] ALIG R.C., BLOOM S., “Secondary electron escape probabilities”, *J. Appl. Phys.* **49**, p. 3476–3480, 1978.
- [8] MARTINEZ. J, VEGA, “ Matériaux diélectriques pour le génie électrique 1”, Lavoisier, 2007.
- [9] Microanalyse et Microscopie électronique à balayage, Ecole d’été de ST-Martin-d’Hère. 11-16 Septembre 1978, Les éditions de physique, page 470.
- [10] CAZAUX J., “Mechanisms of charging in electron spectroscopy”, *J. Elect. Spect. Rel. Phen.*, **105**, p.155–185, 1999.
- [11] WHETTEN N.R, “Cleavage in high vacuums of alkali halide single crystals secondary electron emission”, *J. Appl. Phys.* **35**, p. 3279–3282, 1964.
- [12] CAZAUX J., “Correlations between ionisation radiation damage and charging effects in transmission electron microscope”, *Ultramicroscopy*, **60**, p. 411–425, 1995.
- [13] SATO F., GOTO K., CHIKAWA J.I., “Solid-Phase Epitaxy with X-ray irradiation to grow dislocation-free silicon films at low temperatures”, *Jap. J. Appl. Phys.*, **30**, p. 205–208, 1991.

- [14] CAZAUX J., “The role of the Auger mechanism in the radiation damage of insulators”, *Microsc. Microanal. Microstruct.* 6, p 345–352, 1995.
- [15] JBARA O., PORTRON B., MOUZE D., CAZAUX J., “Electron probe microanalysis of insulating materials: Monte Carlo simulations”, *X-ray Spectrometry*, 26, p. 291–302, 1997.
- [16] WEEKS R. A., “Paramagnetic resonance of lattice defects in irradiated quartz”, *J. Appl. Phys.* 27, p. 1376–1382, 1956.
- [17] GRISCOM D. L., “Defects in amorphous insulators”, *J. Non-Cryst. Solids.* 31, p. 241–266, 1978.
- [18] FEIGL F. J., FOWLER W. B., YIP K.-L., “Oxygen vacancy model for the E1 center in SiO<sub>2</sub>”, *Solid State Commun*, 14, p. 225–229, 1974.
- [19] EDWARDS A. H., FOWLER W. B., “Theory of the peroxy-radical defect in a-SiO<sub>2</sub>” *Phys. Rev. Bulletin.* 26, p. 6649–6660, 1982.
- [20] STAPELBROEK M., GRISCOM D.L., FRIEBELE E.J. AND SIGEL, G.H. “Oxygen associated trapped-hole centers in high-purity fused silicas” *J. Non-Cryst. Solids.* 32, p. 313–326, 1979.
- [21] GRISCOM D. L., E’ “Center in glassy SiO<sub>2</sub>: 17O, 1H, and “very weak” 29Si superhyperfine structure”, *Phys. Rev. Bulletin* 22, p. 4192–4202, 1980.
- [22] VIGOUROUX J. P., DURAD J. P., LE MOEL A., LE GRESSUS C., GRISCOM D. L., “Electron trapping in amorphous SiO<sub>2</sub> studied by charge build up under electron bombardment”, *J. Appl. Phys.* 57, p. 5139–5144, 1985.
- [23] CAZAUX J, KIM K.H., JBARA O., SALACE G., “Charging effects of MgO under electron bombardment and nonohmic behavior of the induced specimen current”, *J. Appl. Phys.*, 70, p. 960–965, 1990.
- [24] CAZAUX J., LE GRESSUS C, “Phenomena relating to charge in insulators macroscopic effects and microscopic causes”, *Scanning Microscopy*, 5, p. 17–26, 1991.
- [25] REMOND G., “Importance of the specimen preparation on the reliability of quantitative x-ray analysis”, *Proceedings of EMAS 98*, Barcelona, LIOVET, X.C, MERLET, C. SALVAT, F. (eds), p. 249–278, 1998.
- [26] CAZAUX J., “About the secondary electron yield and the sign of charging of electron irradiated insulators”, *European Physics Journal, AP*, 15, p. 167–172, 2001.
- [27] BELHAJ M., Contribution à l’étude des effets de charge dans les isolants soumis à une irradiation électronique, Thesis, University of Reims Champagne-Ardennes, 2001.

- [28] JBARA O., FAKHFAKH S., BELHAJ M., CAZAUX J., RAU E.I., FILIPPOV M.V., ANDRIANOV M., “A new experimental approach for characterizing the internal trapped charge in ground coated insulators during their e irradiation” *Nucl. Instrum. Methods. Phys. Res., B* 194, p.302–10, 2002.
- [29] JARDIN C., “Manifestation de la polarisation superficielle d’un isolant en spectroscopie d’électrons Auger et de pertes d’énergie”, *Le vide, les couches minces*, Société Française du Vide, No. spécial, p. 95–99, 1988.
- [30] BONNELLE C., BLAISE G., LE GRESSUS C., TREHEUX D., “Les isolants”, Lavoisier, p 29, 2010.
- [31] JOSEPH G., DALE N., DAVID J, CHARLES LYMAN., *Scanning Electron Microscopy and x-ray Microanalysis.*, Springer , 2007.
- [32] BELHAJ M., TONDU T., INGUIMBERT V., ELSAFI B., FAKHFAKH S., JBARA O, “Electron emission yield and charging process of alkali-silicate glass submitted to an electron beam under the varying temperature condition” *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B*, 270, p 120-127, 2012.
- [33] BONNELLE C., BLAISE G., LE GRESSUS C., TRAIHEUX D., “ Les isolants“, Lavoisier, p 45, 2010.
- [34] FAKHFAKH S., Charge régulation mécanism of grounded-coated insulator, *Physics Procedia* 2 , p. 1391- 1398, 2009.
- [35] JBARA O., FAKHFAKH S., BELHAJ M., CAZAUX J. RAU E. I., FILIPOY M. ANDRIANOV M. V. « A new experimental approach for characterizing the internal trapped charge and electric field build up in ground-coated insulators during their e<sub>-</sub> irradiation ». *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B* 194 (2002) 302–310
- [36] COMSOL Multiphysics User’s Guide, Version 3.5 <http://www.comsol.com/> (11 March 2010)
- [37] FAKHFAKH S, JBARA O, BELHAJ M, RONDOT S, MOUZE D and FAKHFAKH Z., Study of electrical properties of silica glasses, intended for FED spacers, under electron irradiation *J. Appl. Phys.* **104** 093704, 2008
- [38] BRISSET F., “ Microscope Electronique à balayage et Microanalyse“, EDP Sciences, 2008 , page 183.
- [39] POUCHOU JL. - X-Ray microanalysis of thin surface films and coatings, *Mikochimica Acta* , 138, 133-152, 2002.
- [40] CASTAING R., Electron probe micranalysis , *Advances in Electronics and Electron Physics* , , 13, 317-386, 1960.

- [41] FAKHFAKH S., FAKHFAKH Z., JBARA O., Behaviour of glass containing alkali Ions under electron- irradiation. 2010 Annual Report Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena.
- [42] BRISSET F., “ Microscope Electronique à balayage et Microanalyse“, EDP Sciences, 2008 , page 628.
- [43] SONG Z. G., ONG C. K. and HONG H., J. Appl. Phys. **79**, 7123 (1996).
- [44] BELHAJ M., ODOF S, MSELLAK K. and JBARA O., J. Appl. Phys. **88**, 2289 (2000).
- [45] FAKHFAKH S., JBARA O., BELHADJ M., FAKHFAKH Z., KALLEL A. and RAU E. I., Eur. Phy. J. AP. **21**, 137 (2003).
- [46] JBARA O., BELHAJ M., ODOF S., MSELLAK K., RAU E. I. and ANDRIANOV M. V., Rev. Sci. Instrum. **72**, 1788 (2001).
- [47] JBARA O, FAKHFAKH S, BELHAJ M, RONDOT S, HADJAJ S, J.M. PATAT, J. Phys. D Appl.Phys. 41 (2008) 245504.
- [48] WASON A, DOW J, J. Appl. Phys. 39 (1968) 5935.
- [49] TEYSSÉDRE G, LACABANNE C, Caractérisation des polymères par analyse thermique, Technique de l'ingénieur, AM3272, V1, Octobre 1997.
- [50] BELKORISSAT R., MATIEU C., Direct measurement of electron beam of electron beam scattering in the low vacuum SEM. Micro Chimica Acta 147 (3), 135-139 (2004).
- [51] BARTON J, GUILLEMET C, Le verre. Science et technologie, p 137, Edition EDP (2009).

## خلاصة

ان دراسة المواد العازلة بمجهر الكتروني للمسح هي مقيدة دائما بعبي ظواهر الشحن الكهربائي التي يمكن ان تؤثر سلبا أو إيجابا في المساهمة في التحليل الكمي والكيفي في المجهر الكتروني للمسح . ان ظواهر الشحن الكهربائي تستطيع ان تؤثر بشكل مباشر أو غير مباشر على إشارات الكشف التي تجمعها أجهزة الكشف التي تعمل داخل المجهر الكتروني للمسح. ان هذه الظواهر المعقدة والمتراطة يمكن فقط دراستها في اللحظات الأولى من وقوعها خلال تشعع المواد العازلة في المجهر الالكتروني للمسح.

في هذه الأطروحة، استخدمنا جهاز تجريبي قادر على أن يوضع في غرفة مجهر الكتروني للمسح لهدف قياس كمية الشحنة الكهربائية المخزنة في المواد العازلة المشعة بمجهر الكتروني للمسح. هذا القياس يتألف من قياس تيارات النفوذ والتسرب خلال تشعع المواد العازلة في مجهر الكتروني للمسح. ان إضافة مقاومة التسخين الكهربائي لهذا الجهاز التجريبي مكنتنا من دراسة تأثير درجة الحرارة على قدرة المواد العازلة المشعة من تفريغ الشحنة الكامنة عن طريق حساب معامل الشحنة الكامنة. النقطة المهمة لهذا الجهاز أنه يمكن من الوصول إلى قيم معامل انبعاث الإلكترونات الثانوية المحسوبة من قياسات التيارات التسرب والنفوذ. ان المقارنة بين معامل انبعاث الإلكترون الثانوية مع الصور التي تم الحصول عليها لنفس الظروف سمحت لنا أن نتعرف على الظواهر الفيزيائية التي يمكن أن تمنع أو تحسن إشارات الكشف. ان استكمال هذه الدراسة بالتحليل الطيفي بواسطة الأشعة س لشروط القياس نفسها، وارتفاع درجة الحرارة، سمح لنا من دراسة تأثير الشحن الكهربائي على الظواهر الثانوية التي تحدث داخل العازل المشع مثل الامتزاز وتثريد بعض المواد الكيميائية. وقد أجريت هذه القياسات على اثنين من العوازل من أنواع مختلفة، الزجاج، وبولي إيثيلين تينترالفات.

## **Résumé :**

L'analyse des isolants irradiés dans le MEB par le faisceau d'électrons primaires, été toujours contraint par les phénomènes de charge qui peuvent contribuer positivement ou négativement sur l'analyse qualitative et quantitative en MEB, en agissant directement ou indirectement sur les signaux détectés par les détecteurs qui opèrent à l'intérieur du MEB. Ces phénomènes complexes et interdépendants ne peuvent être cernés qu'en les étudiant aux moments réels de leurs productions pendant l'irradiation de l'isolant dans le MEB.

Dans ce travail de thèse, nous avons utilisé un dispositif expérimental capable d'être placé dans la chambre objet du MEB, et qui permet de mesurer la quantité de charge piégée dans les isolants irradiés dans le MEB par la méthode d'influence électrostatique, qui consiste à mesurer les courants d'influence et de fuite pendant l'irradiation de l'isolant. L'équipement de ce dispositif expérimental par une résistance thermique, nous a permis d'étudier l'effet de la température sur l'aptitude de l'isolant irradié à décharger la charge piégée grâce au coefficient de la fraction de la charge piégée calculé. Le point marquant de ce dispositif expérimental c'est qu'on peut remonter aux valeurs des coefficients d'émissions des électrons secondaires calculés à partir des mesures des courants de fuite et d'influence. La comparaison entre le coefficient d'émission d'électrons secondaires calculé avec les images obtenues pour les mêmes conditions, nous a permis de connaître des phénomènes physiques qui peuvent empêcher ou améliorer leurs détectations. L'analyse spectrale par les rayons X en MEB pour les mêmes conditions de mesures et d'échauffements, nous a permis d'étudier l'effet de la charge sur les phénomènes secondaires qui se produisent à l'intérieur de l'isolant irradié, tels que la désorption et le déplacement de certains composants chimiques, et nous a permis aussi de mesurer le potentiel de surface résultant de la charge piégée. Ces mesures ont été effectuées sur deux isolants de types différents, le verre et le poly éthylène tétralphate.