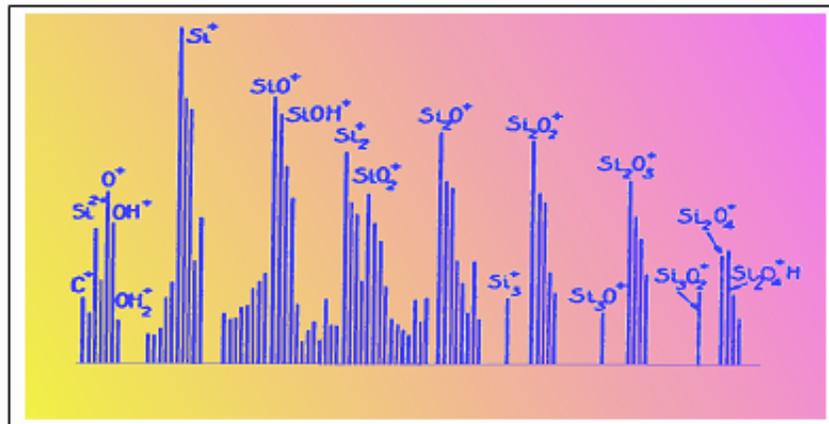
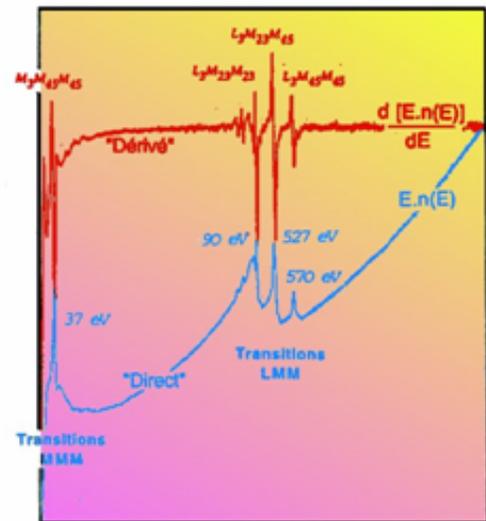


B. MERCIER-Roscoff 2008



INTRODUCTION A L'ANALYSE DES SURFACES@VIDE



INTRODUCTION

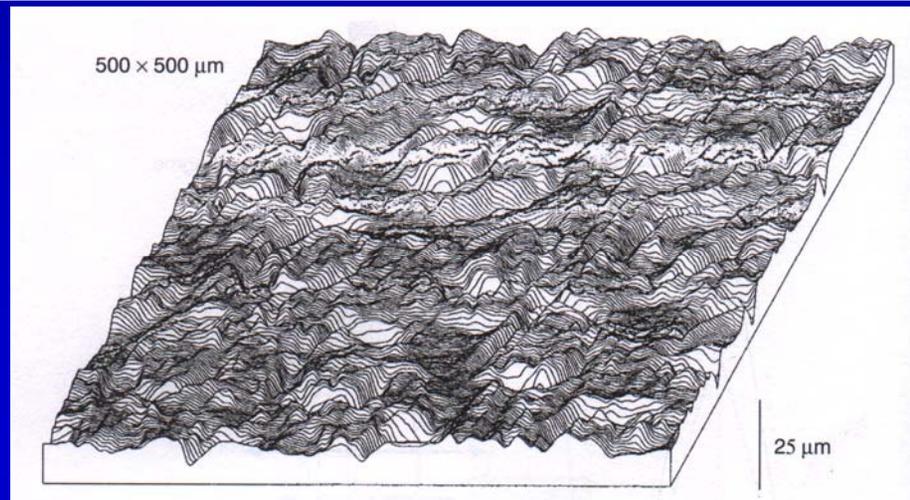
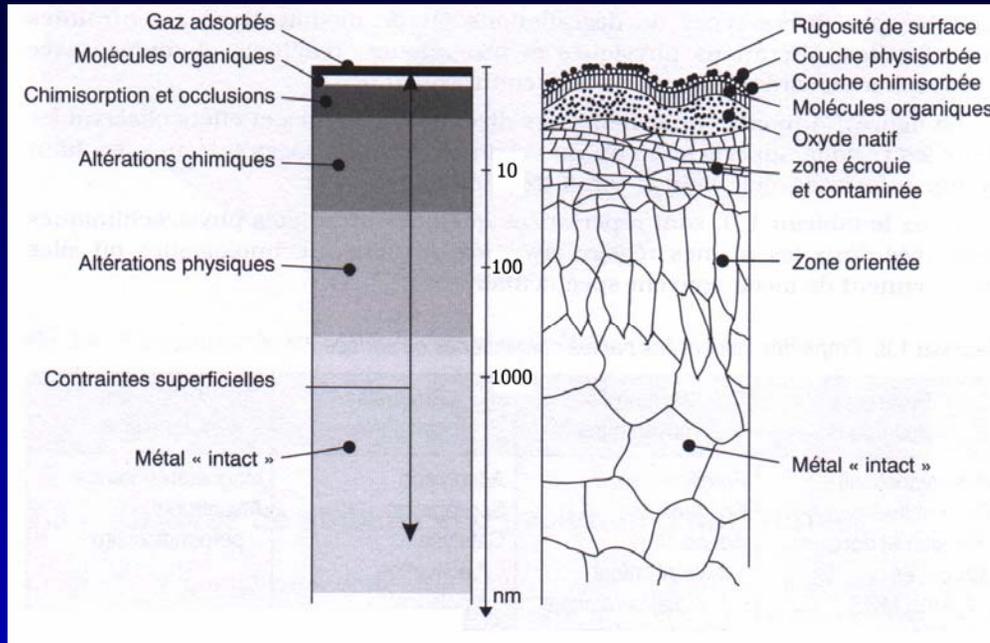
La surface est l'interface métal d'enceinte-vide. Ses interactions avec les gaz résiduel et occlus conditionnent la pression ultime.

Le spécialiste du vide est de plus en plus souvent amené à se poser 2 grandes questions:

- De quoi est fait le gaz résiduel? → **SGR**
- Qu'y-a-t'il sur la surface? → **Analyses de surface**
- Avec les sous-entendus: quels corps contaminent ou dopent? Sur quelle profondeur? En quels composés? En quelle concentration? Avec quelle évolution?

La morphologie de surface joue un rôle secondaire et ne sera pas abordée

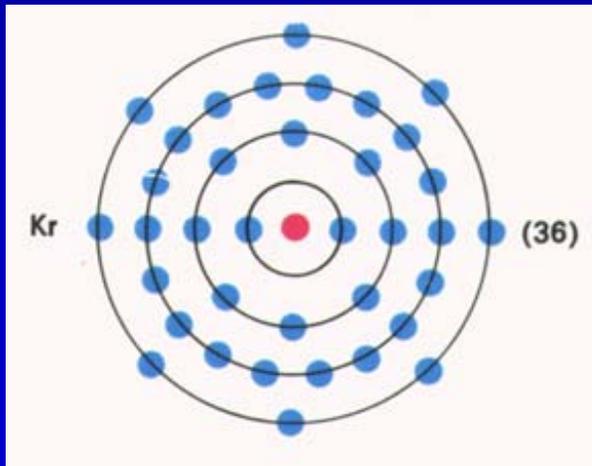
LA SURFACE du TECH@VIDE



L'ENQUETE!!

A la question qui est sur la surface et en quelle quantité? La réponse ne peut venir qu'en connaissant un signe distinctif indubitable du suspect.

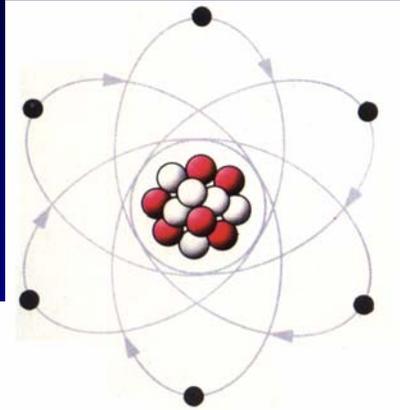
L'analyse de surface utilise des sondes pour décrypter ce signe. Il est caché obligatoirement dans la structure de l'atome.



L'analyse ne doit pas détruire la surface!

Mais elle peut prélever des échantillons révélateurs.

L'ATOME de RUTHERFORD



Déterminer Z ou A par SM classique est trop invasif!
Deux méthodes de micro-analyse permettent néanmoins de

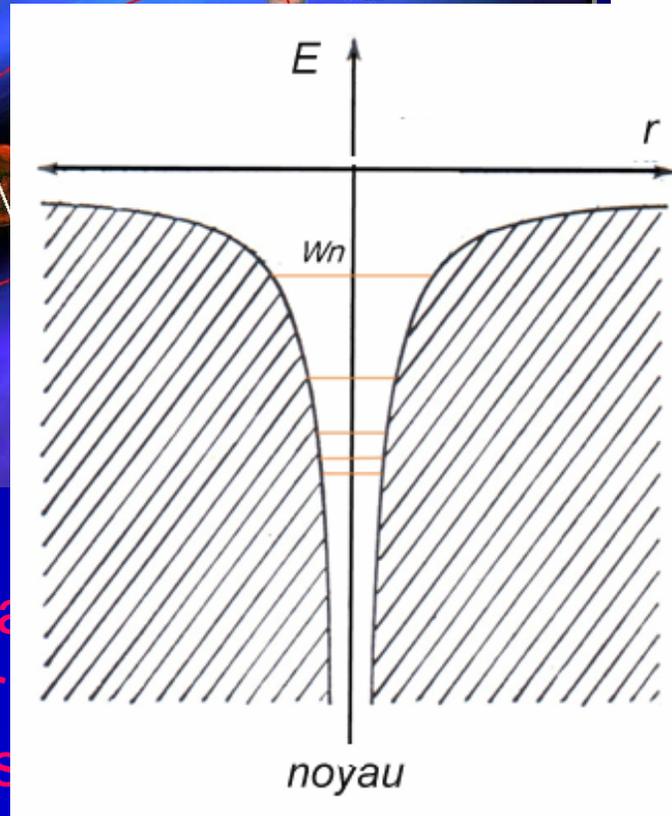
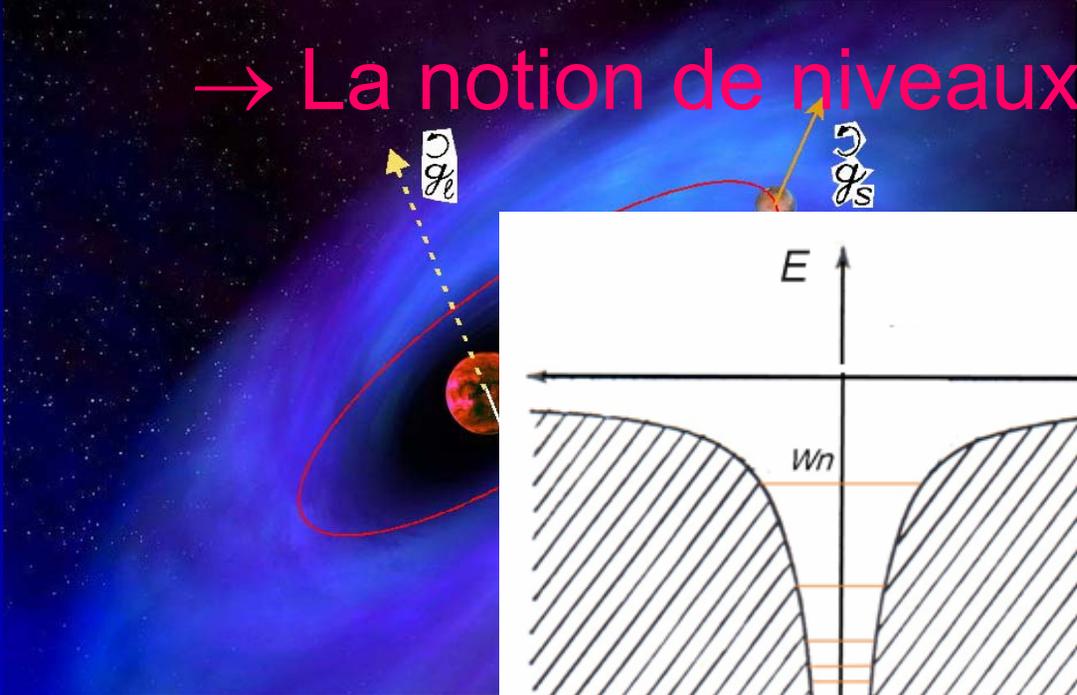
déterminer A: SIMS et RBS

L'ATOME de BOHR

→ La notion de niveaux d'énergie

$$g_l = mrv \quad M_l = iA$$

$$E = -\frac{1}{2} \frac{e^2}{4\pi\epsilon_0 r} + f(g_l, M_l)$$



Un électron de l'atome a une énergie épendant de n , g_l , M_l

La nature ondulatoire des électrons impose des valeurs discrètes pour les nombres quantiques

se des valeurs de $h/2\pi$: les quanta.

LES NOMBRES QUANTIQUES



n entier > 0 **Nombre quantique principal**
 M.M. Détermine le rayon
 Couches : $n = 1 \rightarrow K$, $n = 2 \rightarrow L$, $n = 3 \rightarrow M$, ...

l entier $0 \leq l \leq n - 1$ **Nombre quantique orbital**
 M.M. Ellipticité - Détermine la forme du volume dans lequel se meut l'électron
 Sous-couches : $l = 0 \rightarrow s$ $l = 1 \rightarrow p$ $l = 2 \rightarrow d$ $l = 3 \rightarrow f$...

m_l $-l \leq m_l \leq l$ **Nombre quantique magnétique**
 M.M. Inclinaison / axe - Détermine l'orientation du volume

$m_s = \pm 1/2$ **"spin"**
 M.M. Détermine le sens de rotation de l'électron

LES SONDES

SONDE	PRODUITS		
	Rayons X	Électrons	Ions
Photons X	Fluorescence X (XRF) Réflexion X (XRR, GISAXS) Diffraction X (XRD) Absorption X (EXAFS) Réflexion X (SEXAFS et ReflEXAFS)	Spectroscopie de photoélectrons (XPS, ESCA et AES) (EXAFS, SEXAFS et ReflEXAFS)	
Électrons	Microsonde électronique (SEM)	Microscopie électronique (TEM et STEM) Diffraction électronique (LEED et RHEED)	
Ions	Impact ionique (IIX et PIXE) Microsonde ionique		Diffraction Rutherford (RBS) Réactions nucléaires (NRA) Spectroscopie d'ions secondaires (ISS) ou diffusés (SIMS)

AES: Auger Electron Spectroscopy

ESCA: Electron Spectroscopy for Chemical Analysis

EXAFS: Extended X-Ray Absorption Fine Structure

IIX: Ion-Induced X-Rays

ISS: Ion Scattering Spectroscopy

GISAXS: Grazing Incidence Small - Angle X-Ray Scattering

LEED: Low Electron Energy Diffraction

NRA: Nuclear Reaction Analysis

PIXE: Particle Induced X-Ray Emission

RBS: Rutherford Back Scattering

RHEED: Reflection High Energy Electron Diffraction

ReflEXAFS: Reflection Extended X-Ray Absorption Fine Structure

SEM: Scanning electron Microscopy

SEXAFS: Surface Extended X-Ray Absorption Fine Structure

SIMS: Secondary Ion Mass Spectrometry

STEM: Scanning Transmission Electron Microscopy

TEM: Transmission Electron Microscopy

UPS: Ultraviolet Photoelectron Spectroscopy

XPS: X-Ray Photoelectron Spectroscopy

XRD: X-Ray Diffraction

XRF: X-Ray Fluorescence Analysis

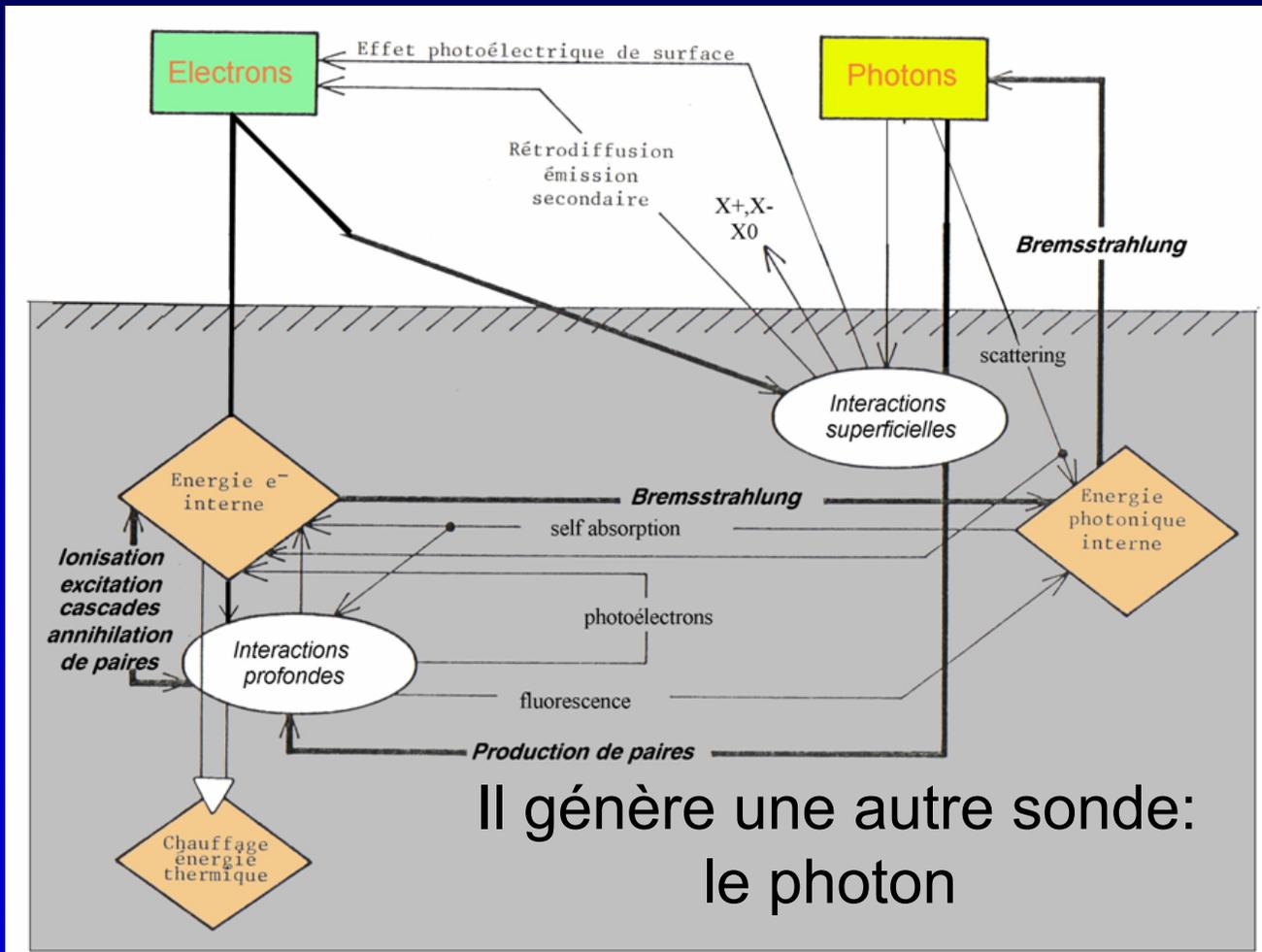
XRR: X-Ray Reflection

L'EXPLOITATION

Renseignement	Méthode	Vide requis
Analytique	AES XRF RBS LAMMA SIMS XPS – ESCA	Ultravide Vide conventionnel Vide conventionnel Vide conventionnel Ultravide + gaz Ultravide
Morphologique	MEB AFM STM	Vide conventionnel Non Ultravide/Atmosphère
Structural longue distance	XRD LEED	Non Ultravide
courte distance	STM	Ultravide

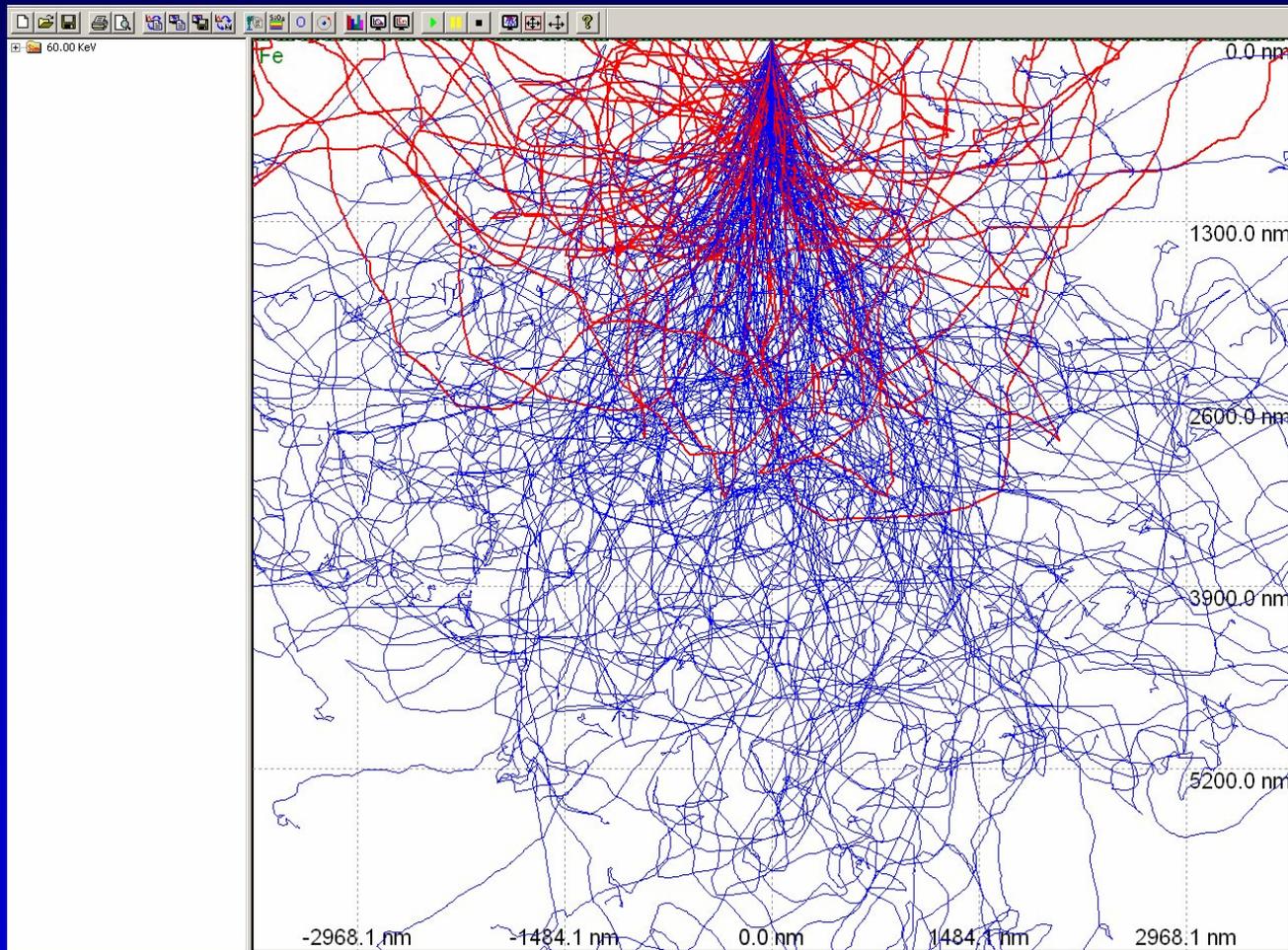
LA SONDE ELECTRONIQUE

L'électron, facile à produire, a de nombreuses interactions avec la matière.



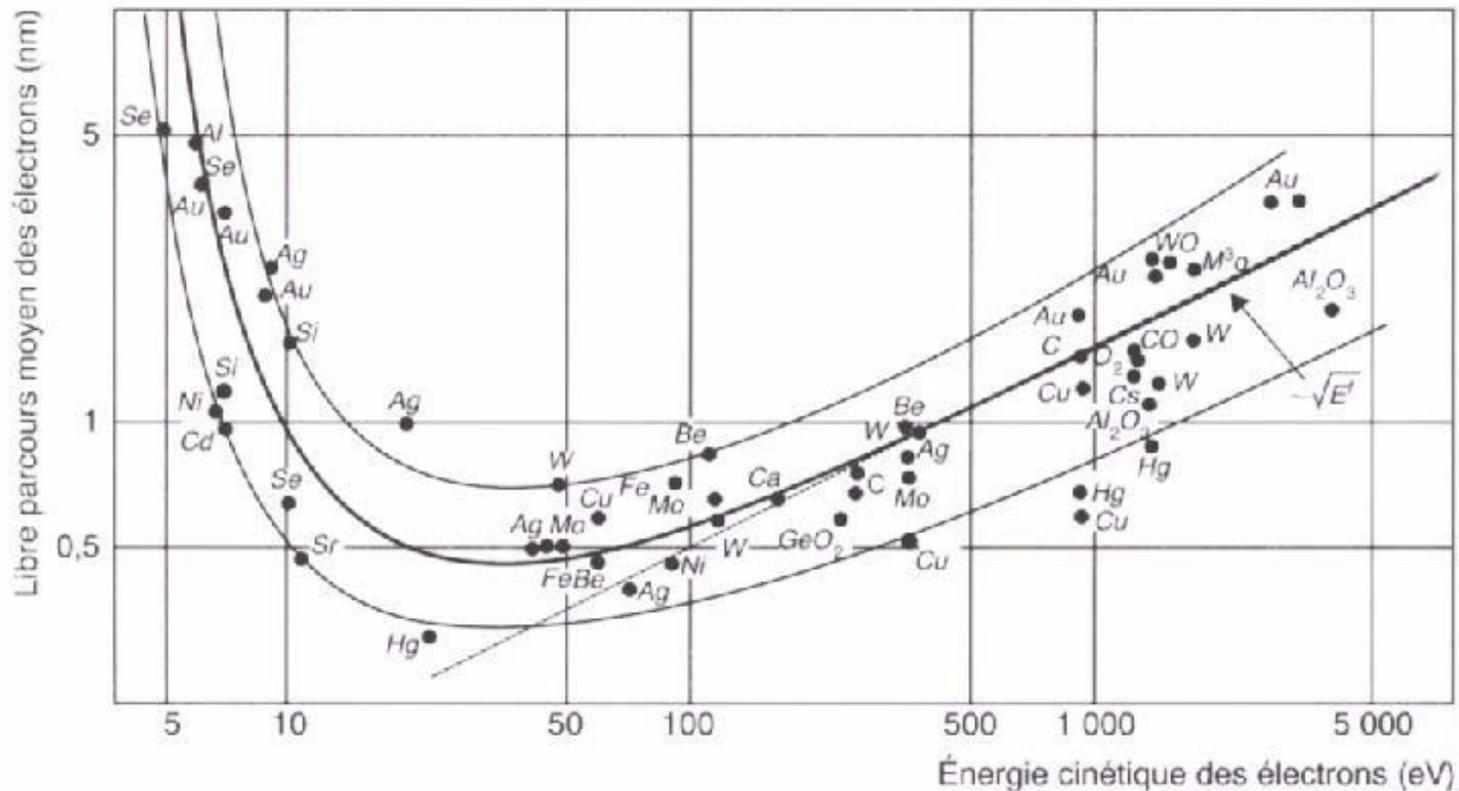
SONDE FRAGILE?

Sa charge lui fait perdre rapidement de l'énergie



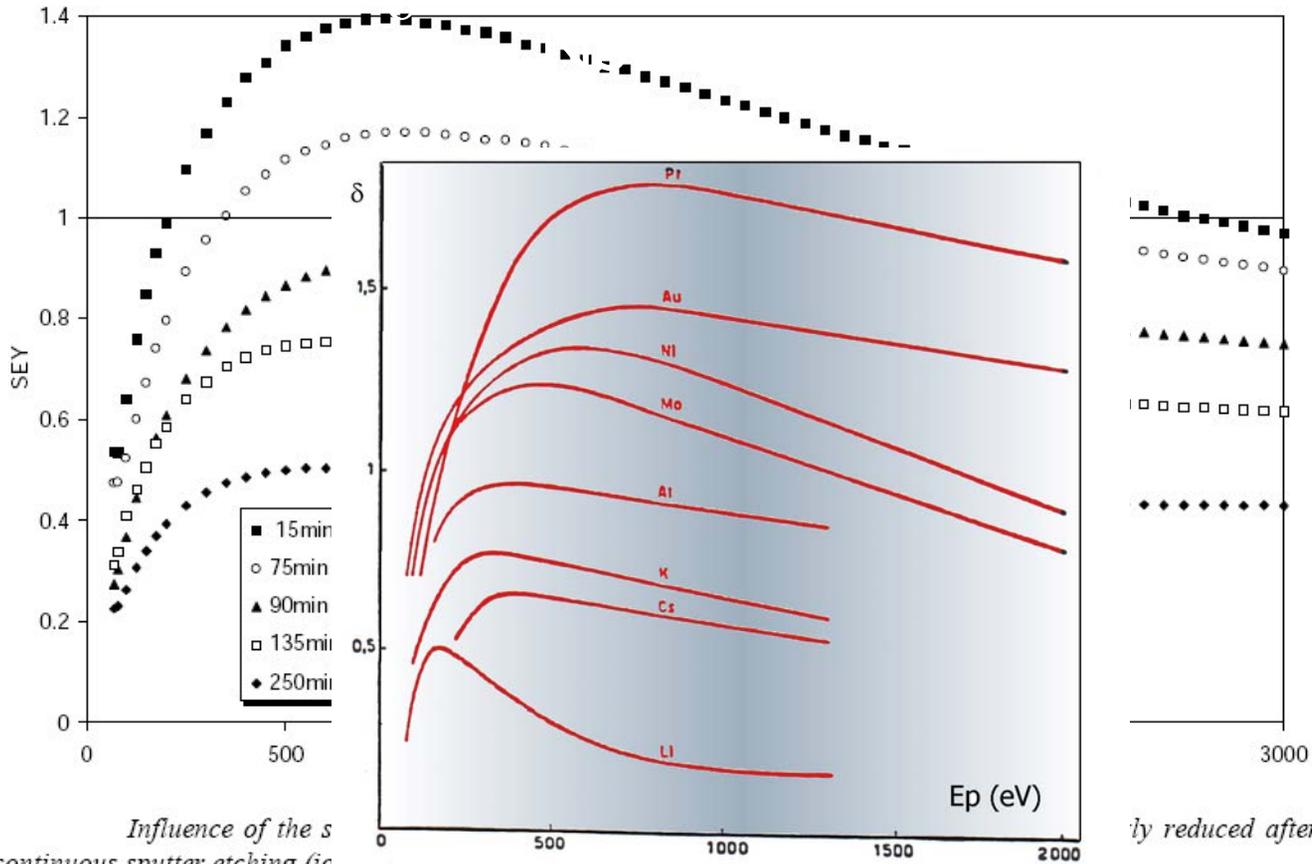
SONDE FRAGILE?

Sa charge lui fait perdre rapidement de l'énergie



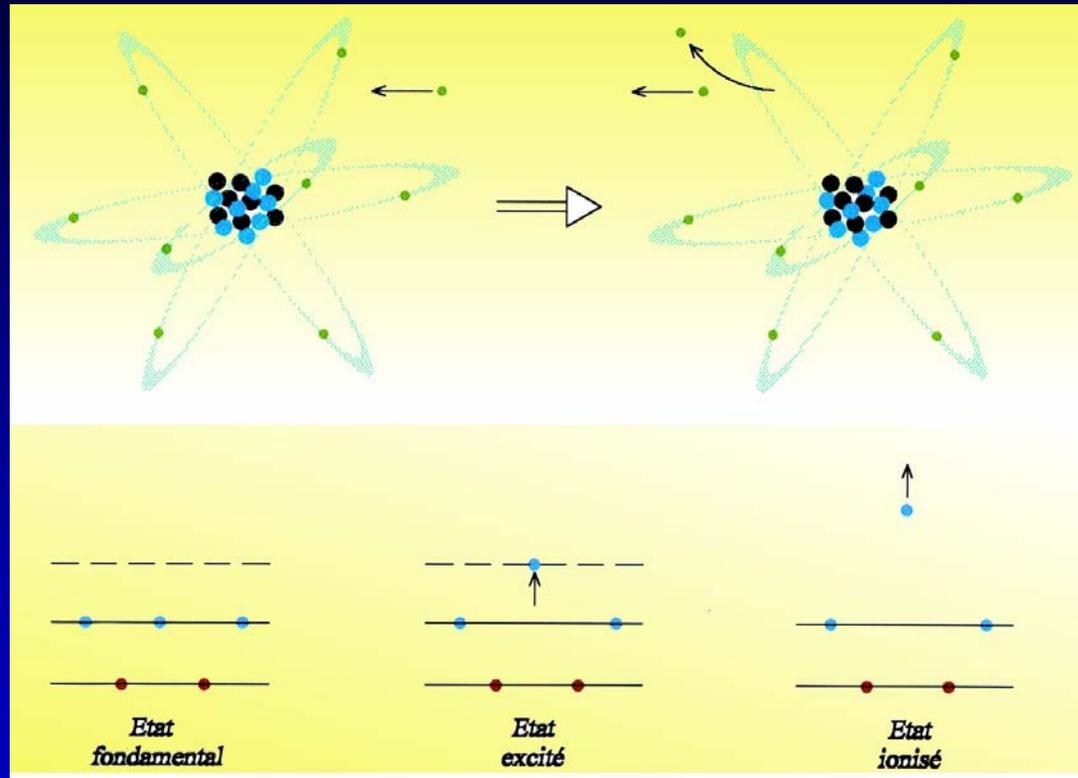
Libre parcours moyen des électrons en fonction de leur énergie.

L'EMISSION SECONDAIRE



Influence of the sputter etching duration on the secondary electron yield (SEY) for different materials.

L'IONISATION

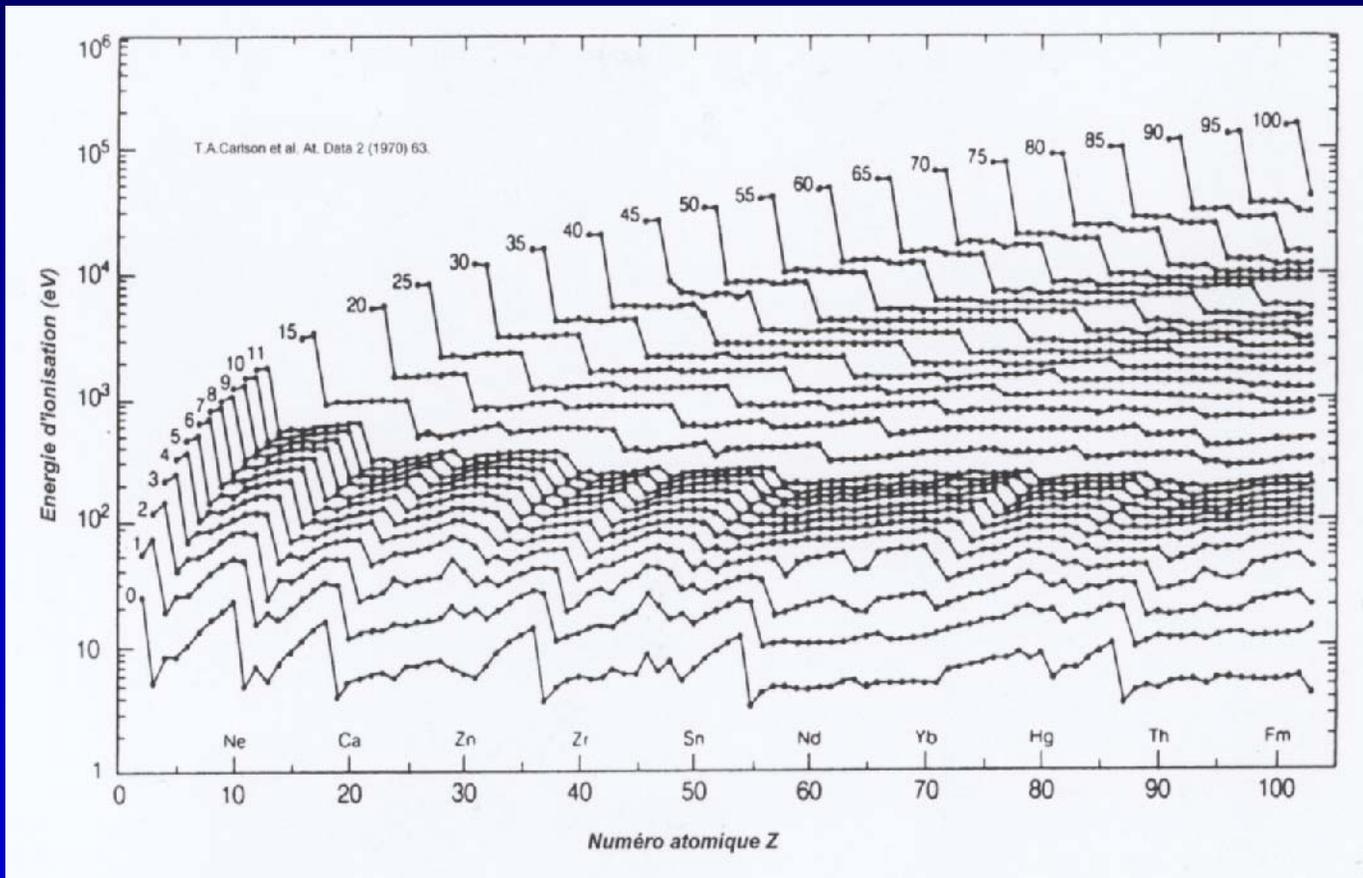


Un niveau ne peut rester dépeuplé (sauf!).

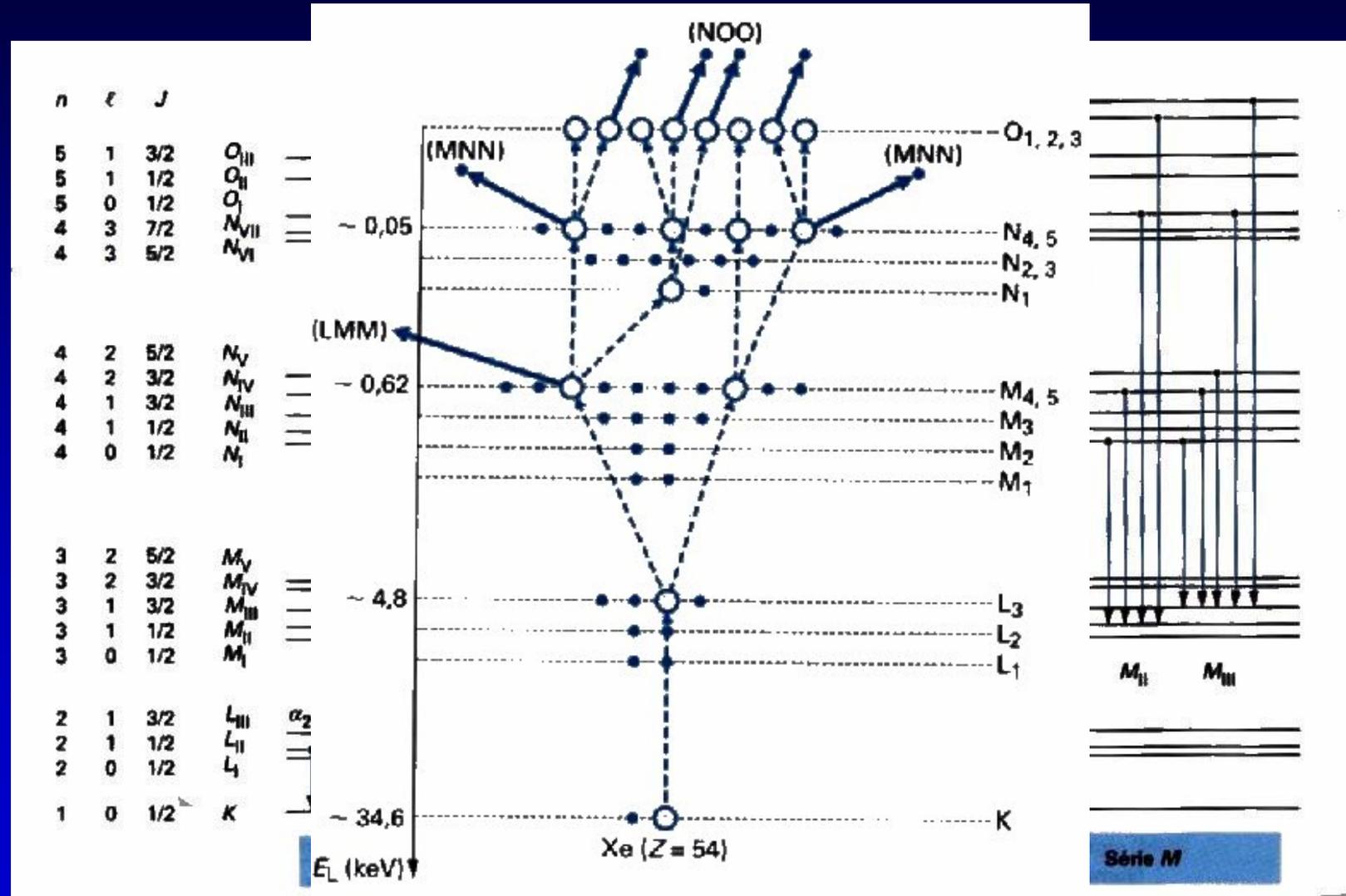
Le trou est comblé par l'habitant (désexcitation) ou par un électron moins lié du même atome (effet Auger).

L'IONISATION

L'exploration profonde nécessite des électrons très énergiques.

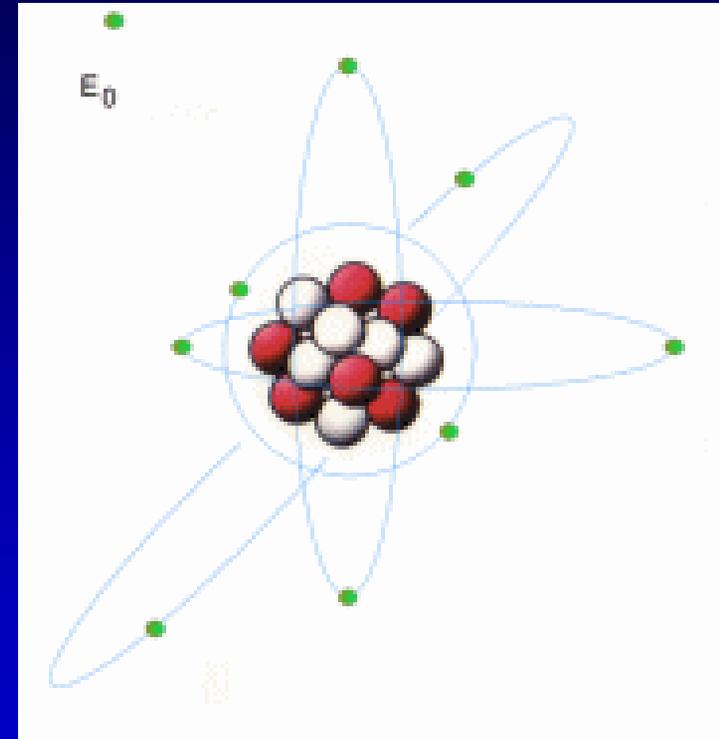
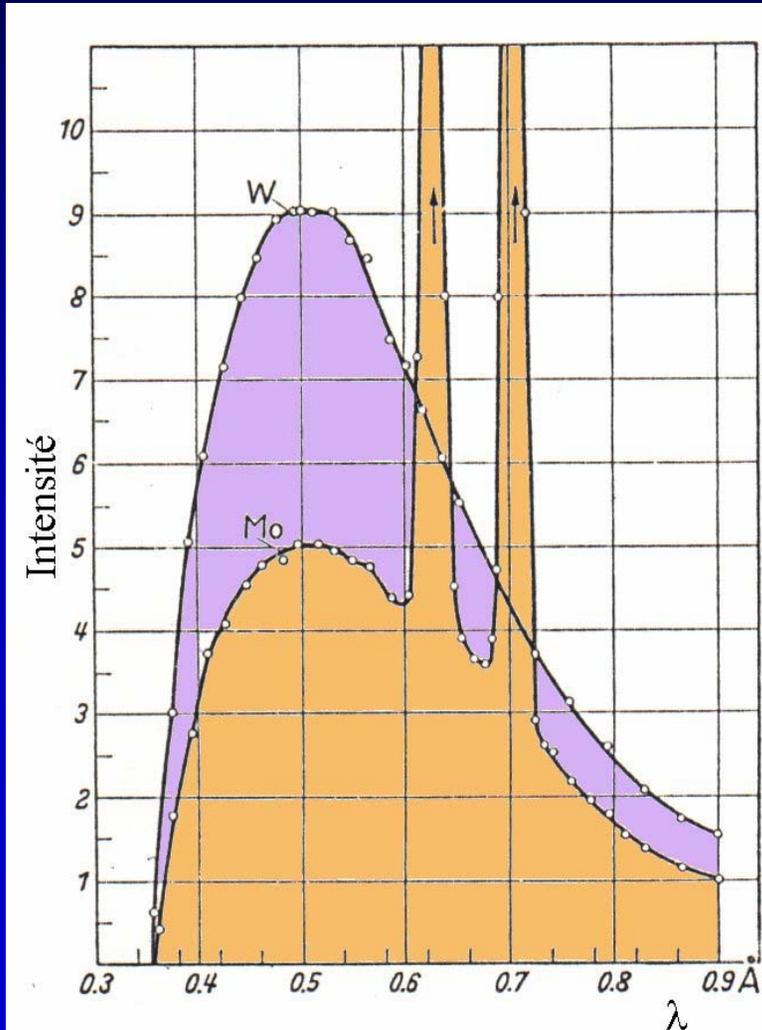


L'EFFET & LA CASCADE AUGER



LA PRODUCTION DE PHOTONS

Bremsstrahlung/ rayonnement de freinage



$$I = kZE^2$$

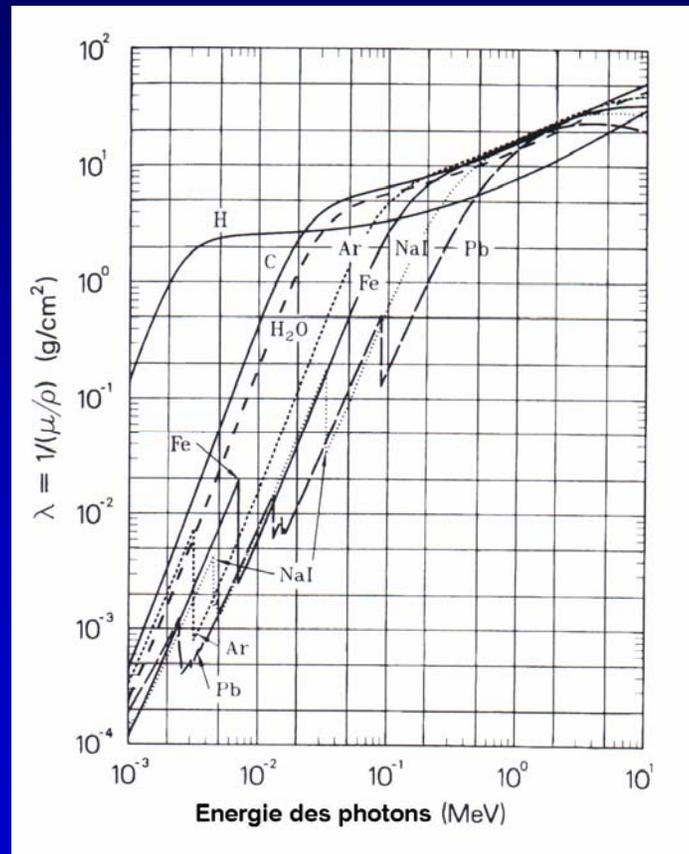
LA SONDE PHOTONIQUE

The image is a composite of three main elements:

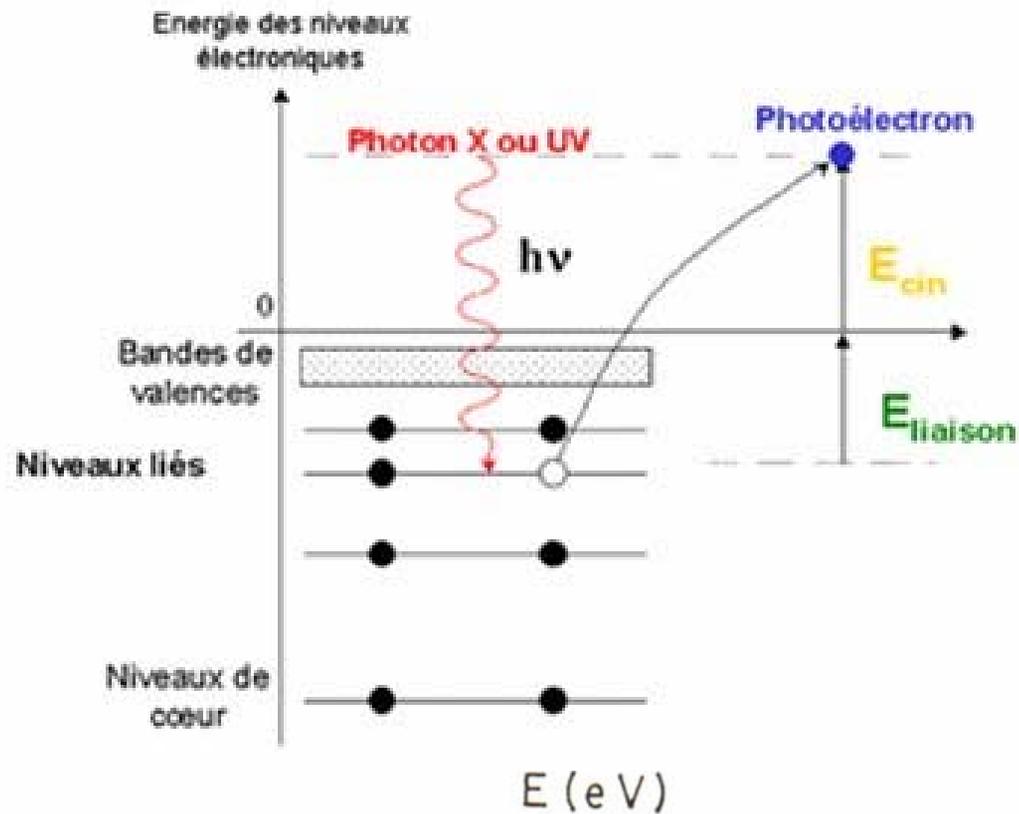
- Top Diagram:** A cross-sectional schematic of an X-ray tube. It features a central filament (Cathode / Filament) and an anode, both housed within a metal tube body. A Be Window is located at the front, and a Ceramic Insulator is at the back. The interior is labeled as High Vacuum. A Coolant system is shown on the left. A green handwritten mark '2' is visible on the left side of the diagram.
- Bottom Center:** A prominent yellow and red radiation warning sign with the text "CAUTION" at the top, a black radiation symbol in the center, and "X-RAY RADIATION" at the bottom.
- Bottom Background:** A portion of an electromagnetic spectrum chart. The vertical axis shows energy levels from 10^{-19} eV to 10^{20} MeV. The horizontal axis shows wavelengths from 10^4 m to 10^{-13} m. Key regions are labeled: "Lasers à extrêmes", "Ultraviolet", "cristallographie", "rayons X « médicaux »", and "radiographie industrielle".

SONDE MOINS FRAGILE?

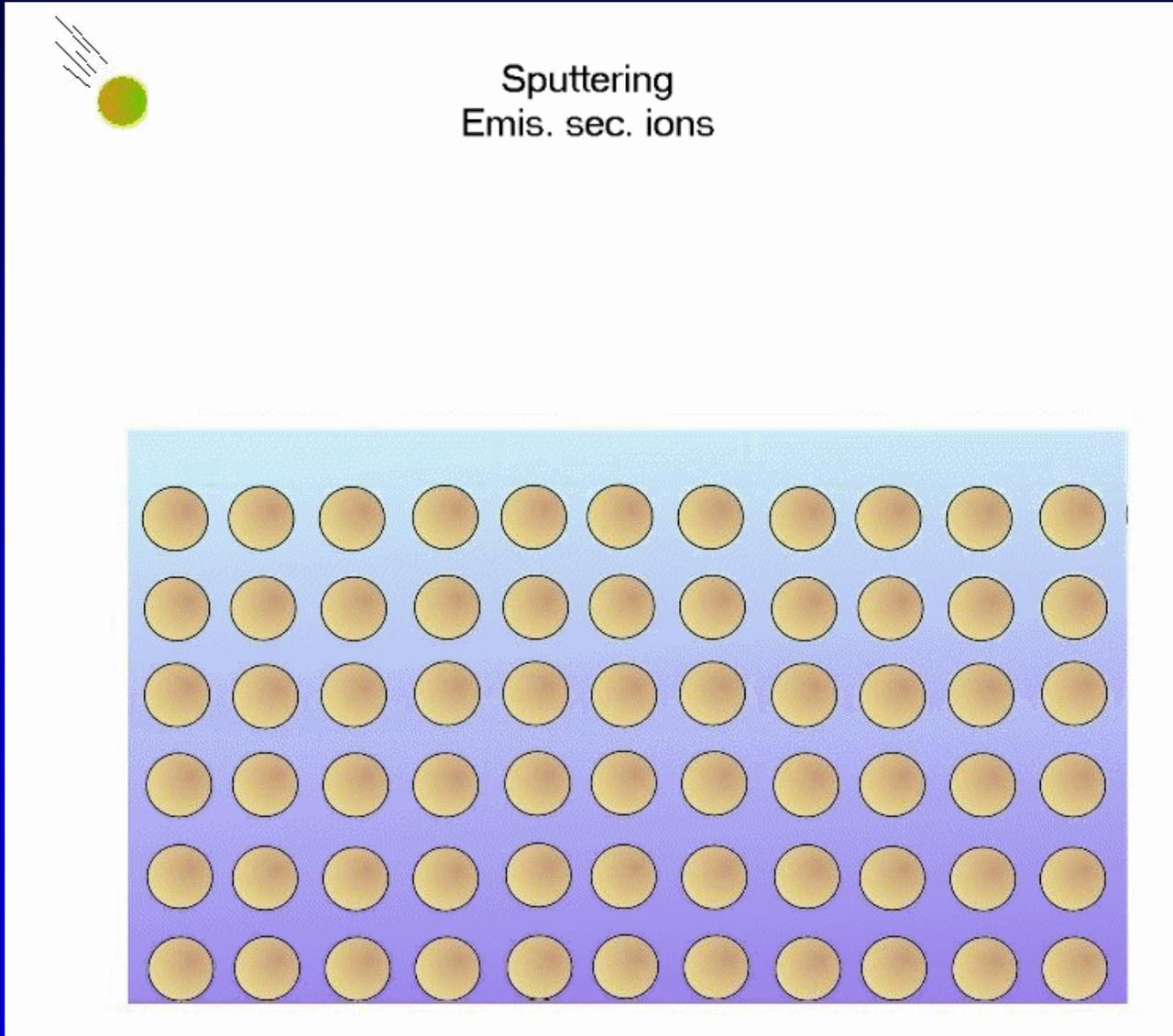
$$I = I_0 \exp\left(-\frac{\rho}{\lambda} x\right)$$



L'EFFET PHOTOELECTRIQUE



LA SONDE IONIQUE



LA SONDE IONIQUE

SRIM-2008.01

File Help, FAQ and Scientific Explanations

Help **Animate** Pause TRIM Change TRIM 100% ION ENERGY 0% Now: 216 of 999999 Ions

ION

Ion Type: U 238 amu
 Ion Energy: 60 keV
 Ion Angle: 0 degrees

Completed: 215 of 999999

SHOW LIVE DATA HELP

Plots

PLOT Window
 0 A - 300 A
 Max Target Depth: 300

COLLISION PLOTS

XY Longitudinal All
 YZ Longitudinal None
 XY Ions Only Tile
 YZ Lateral Clear

Background color White/Black

DISTRIBUTIONS

File Plot

- Ion Distribution
- Ion/Recoil Distribution
- Lateral Range
- Ionization
- Phonons
- Energy to Recoils
- Damage Events
- Integral Sputtered Ions
- Differential Ions
- Ion Ranges (3D data)
- Backscattered Ions
- Transmitted Ions
- Collision Details

HELP

TARGET DATA

? U into Be/Au/Si [Beautiful Cascades] (3 layers, 3 atoms)

Layer Name	Density	Be (9)	Au (198)	Si (28)	Solid/Gas	Stop Corr.
1 Beryllium	1,850	1,00000	0,00000	0,00000	Solid	1
2 Gold	14,200	0,00000	1,00000	0,00000	Solid	1
3 Silicon	2,320	0,00000	0,00000	1,00000	Solid	1

	Be (9)	Au (198)	Si (28)
Lattice Binding Energy	2,1	2,2	2,3
Surface Binding Energy	3,1	3,2	3,3
Displacement Energy	21	22	23

Calculation Parameters

Backscattered Ions: 0
 Transmitted Ions: 32
 Vacancies/Ion: 1128,6

ION STATS

	Range	Straggle
Longitudinal	174 A	47 A
Lateral Proj.	31 A	41 A
Radial	49 A	33 A

Type of Damage Calculation: Full Cascades

Stopping Power Version: SRIM-2003

% ENERGY LOSS

	Ions	Recoils
Ionization	11,46	28,54
Vacancies	0,23	4,08
Phonons	0,58	55,12

SPUTTERING YIELD

	Atoms/Ion	eV/Atom
TOTAL	7,544	
Be	7,53	79,01
Au	0,009302	62,23
Si	0,000000	0,00

Save every 10000 ions

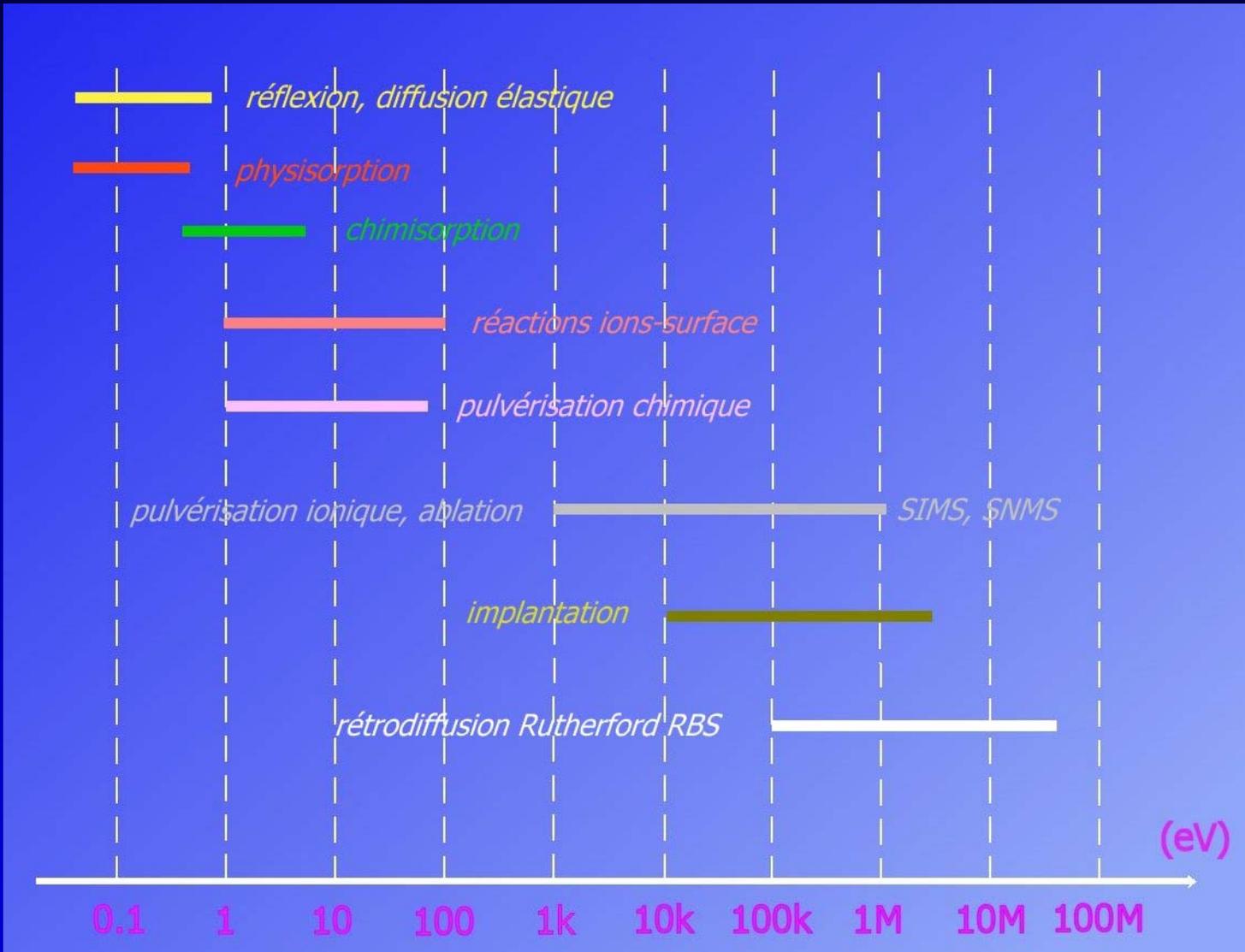
Random Number: 6910443
 Counter: HELP

XY Longitudinal

0 A - Target Depth - 300 A

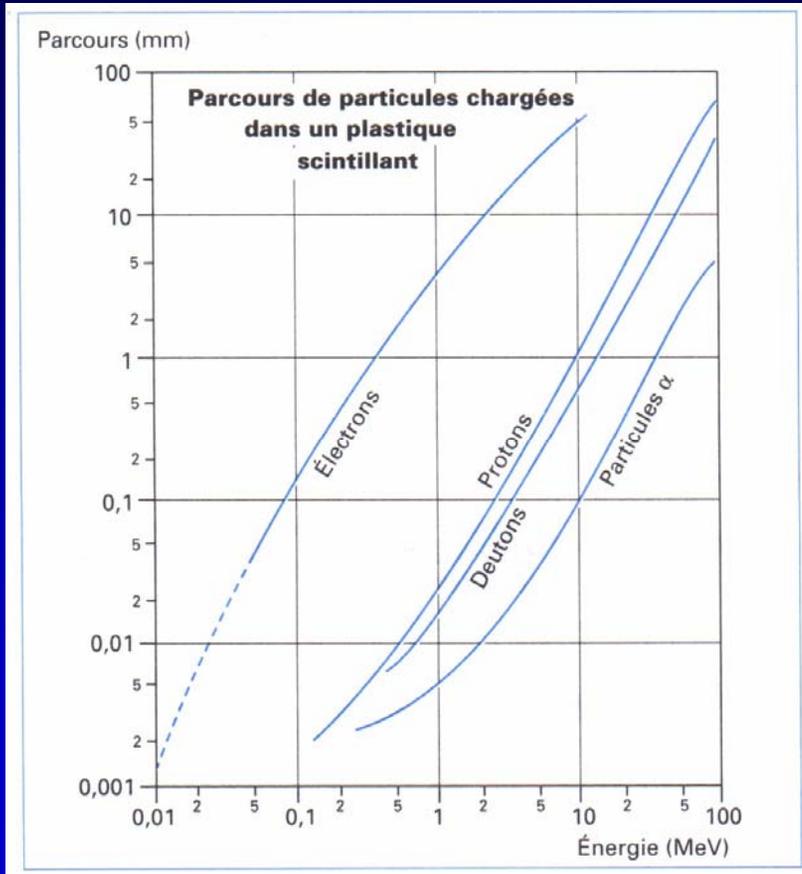
Save Save As Print Label Clear

SES PRODUITS



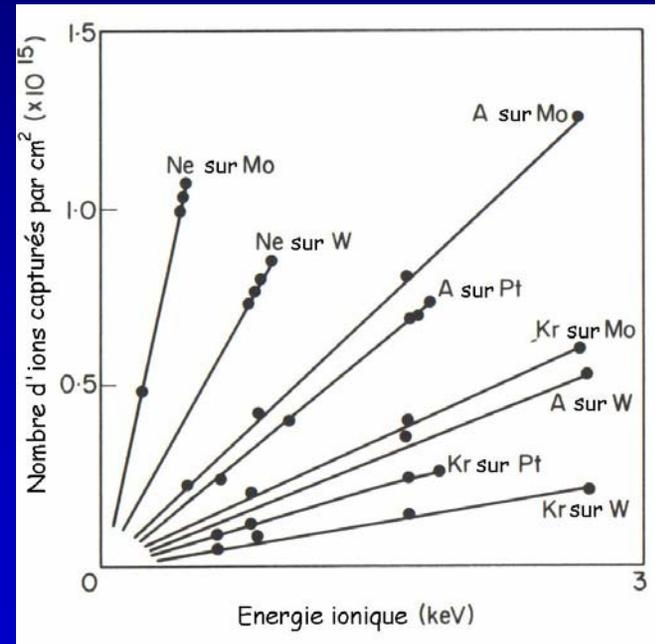
LES PERTES D'ENERGIE

Principalement dues aux collisions électroniques



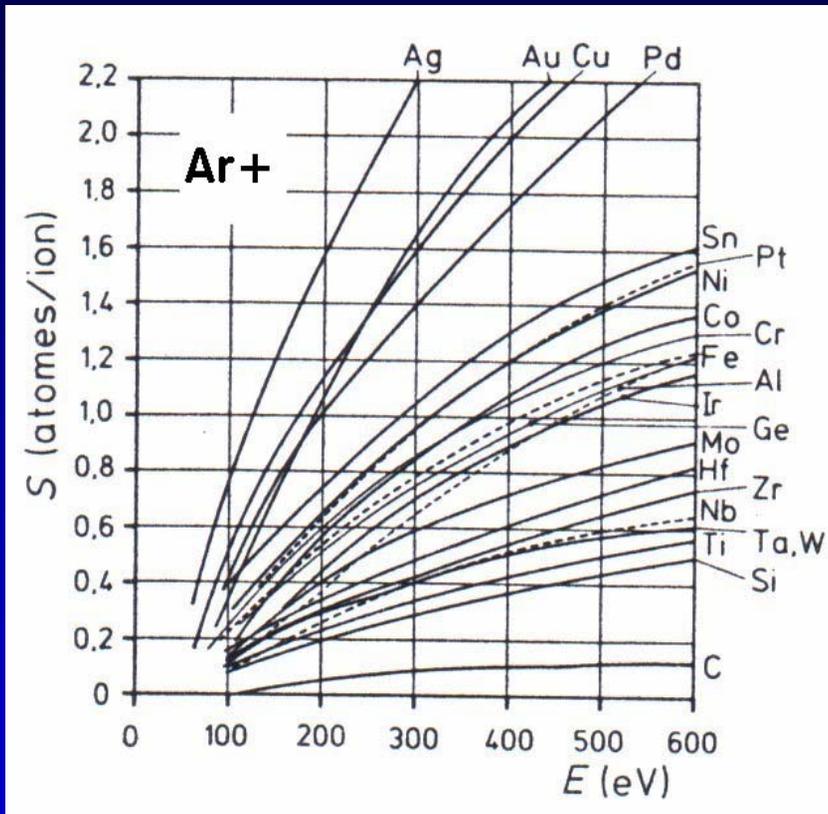
Parcours/Range

$$-\frac{dE}{dx}_{[MeV.cm^{-1}]} \approx 0.3071 \frac{Z_c \rho}{A \beta^2} \left(\text{Ln} \frac{2m_e c^2 \beta^2 \gamma^2}{\mathfrak{I}} - \beta^2 \right)$$

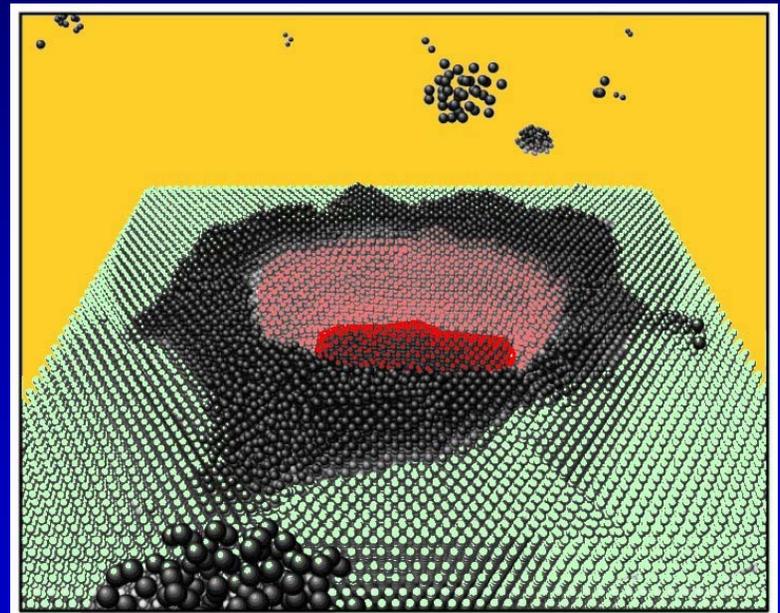


Implantation

LA PULVERISATION



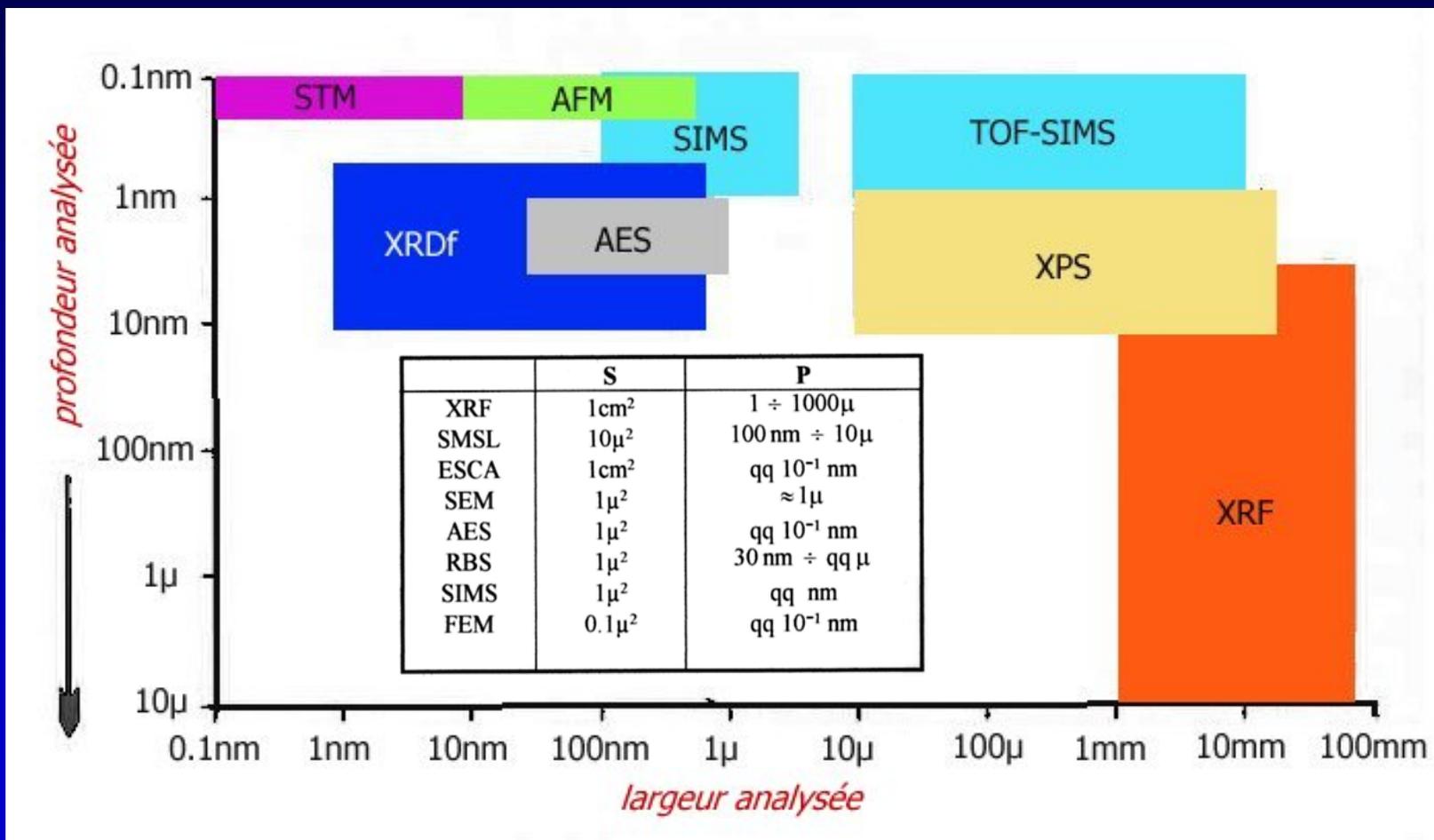
$$S = 76 \cdot 10^9 \alpha \alpha_i Z_i Z_c \frac{A_i}{A_i + A_c} \frac{Sn}{U[eV]}$$



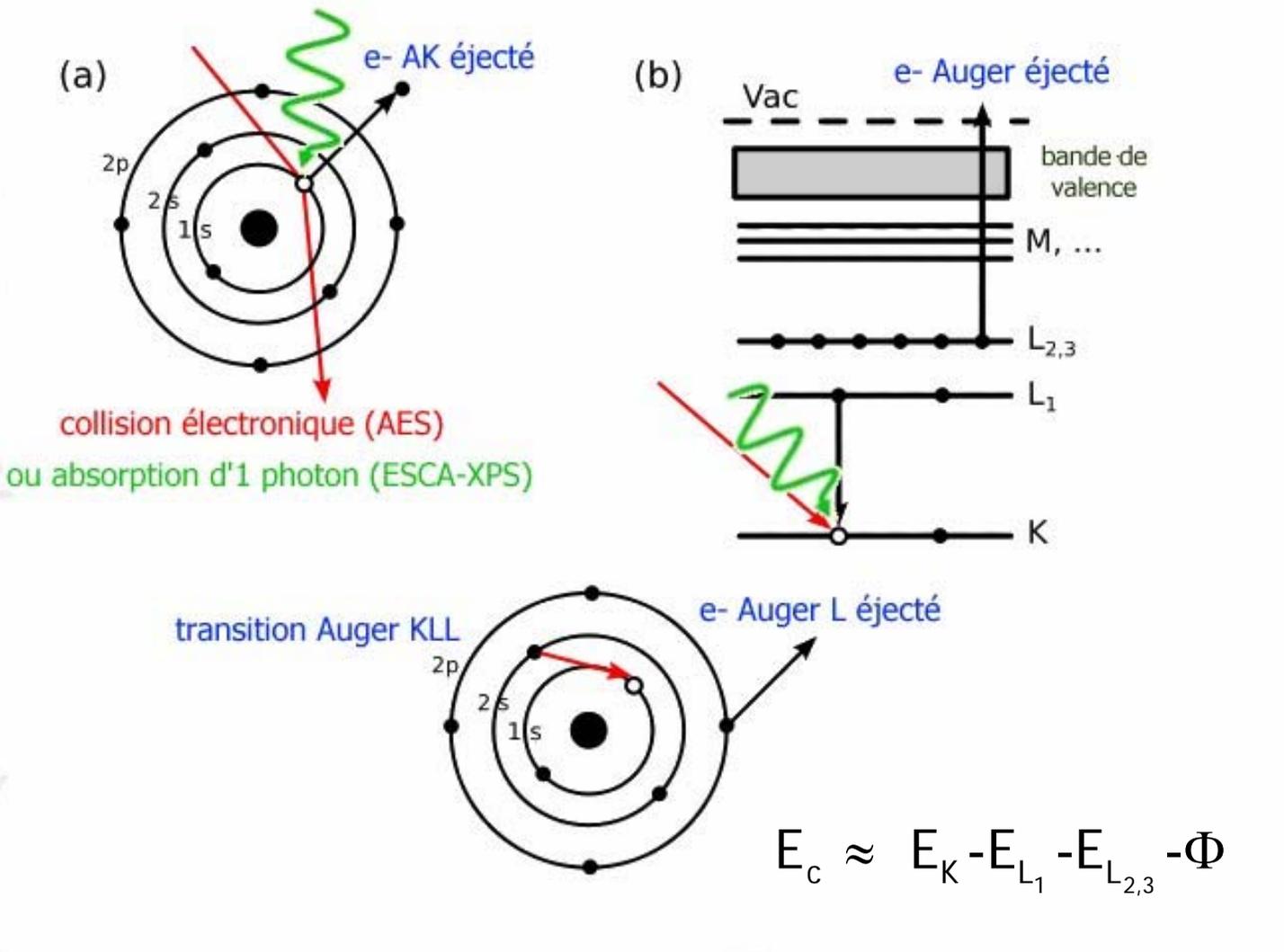
Accompagnée d'une émission d'ions secondaires $\approx 1/1000$

Exaltée par l'oxygène

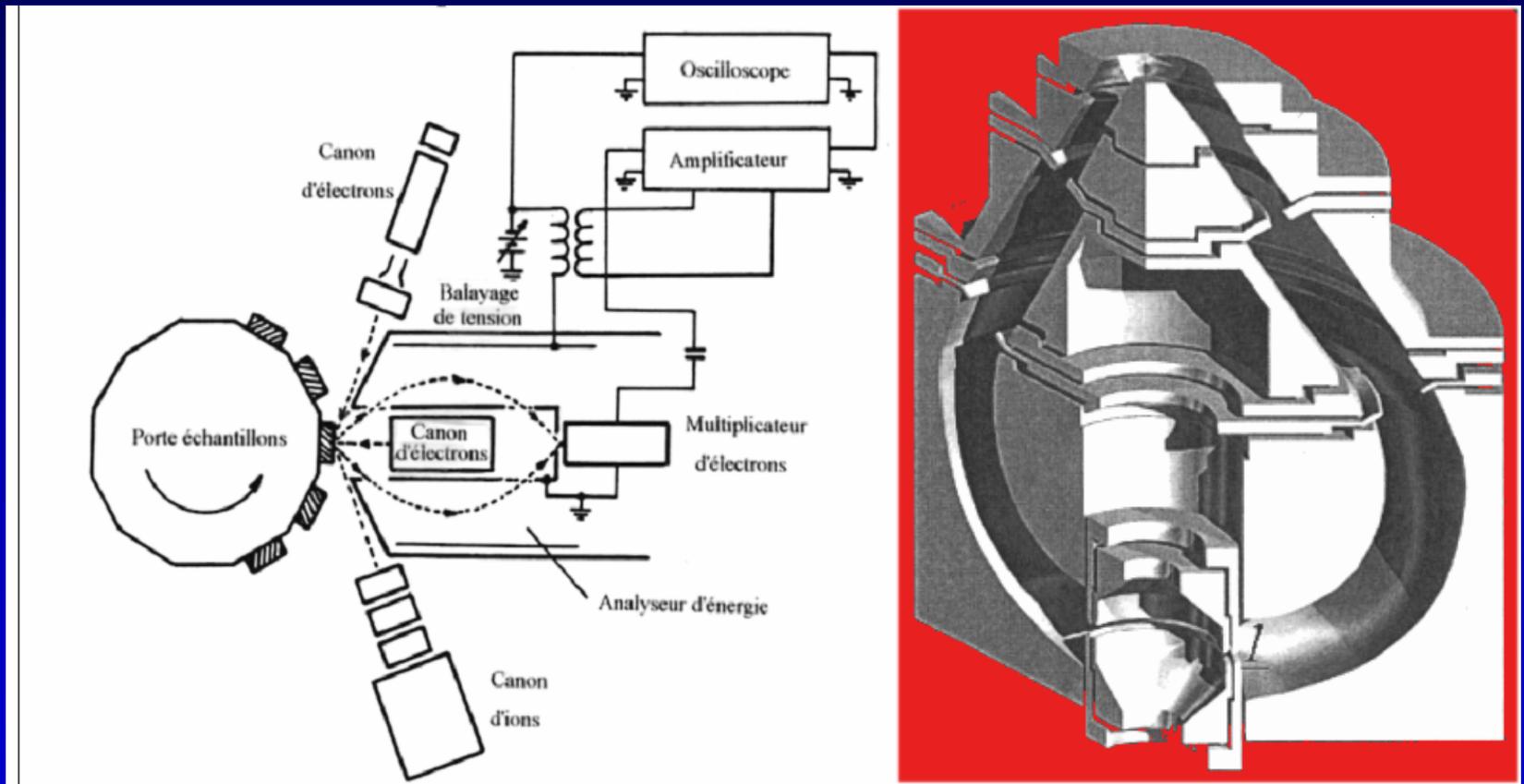
SPECTROMETRIES DU VIDISTE



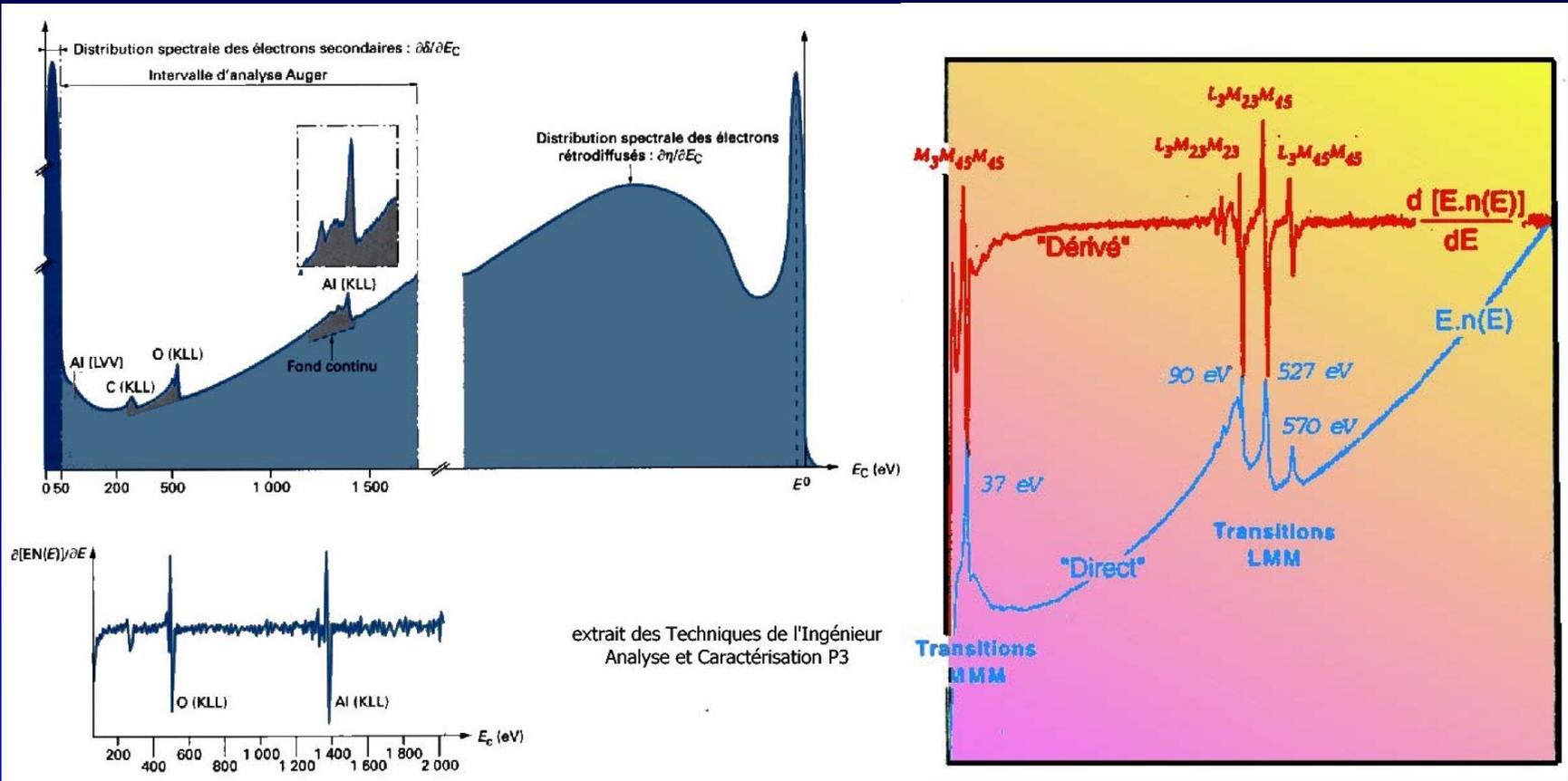
LA SPECTROMETRIE AUGER AES



LE DISPOSITIF

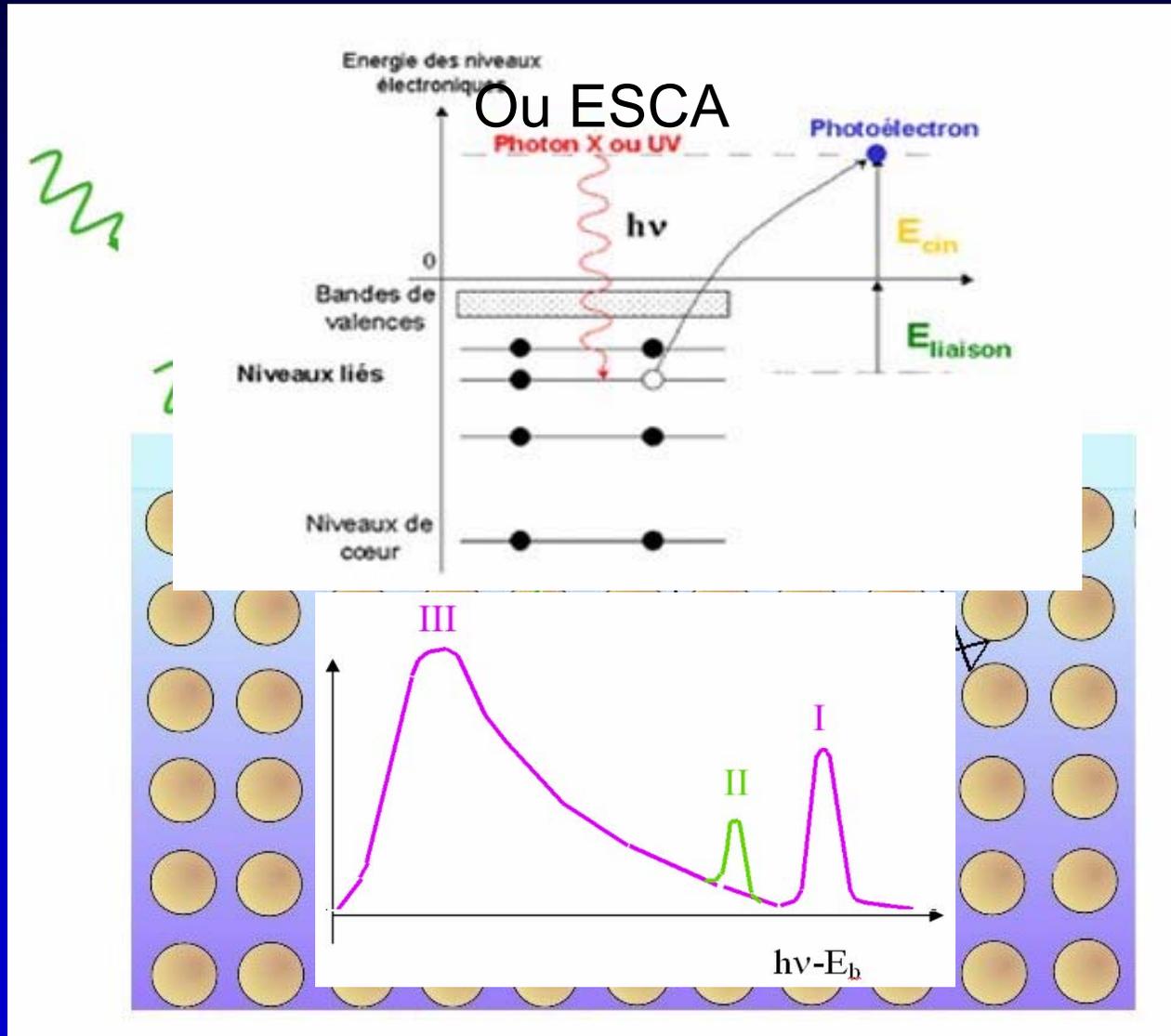


LES SPECTRES

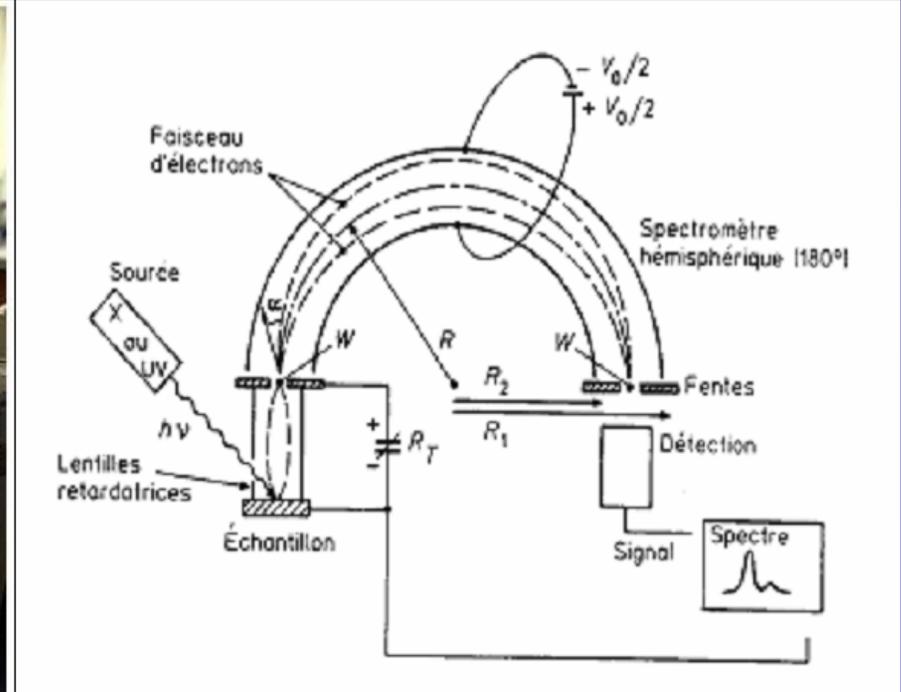
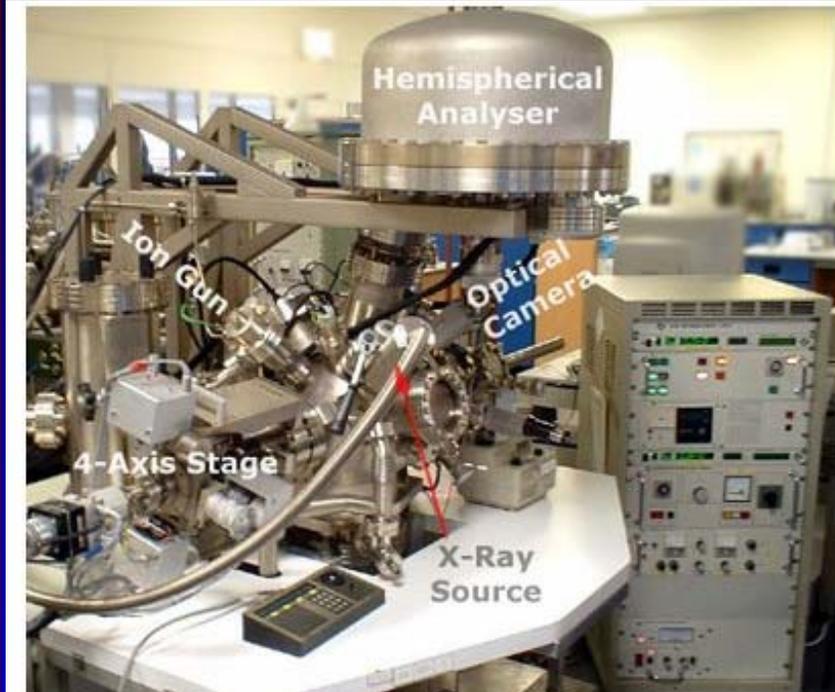


Problème avec les charges sur isolant!

LA SPECTROMETRIE XPS



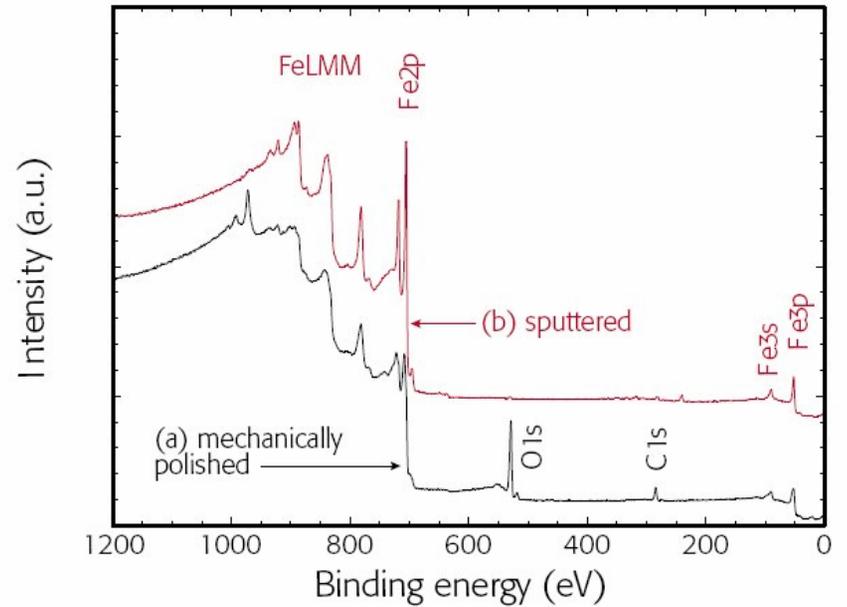
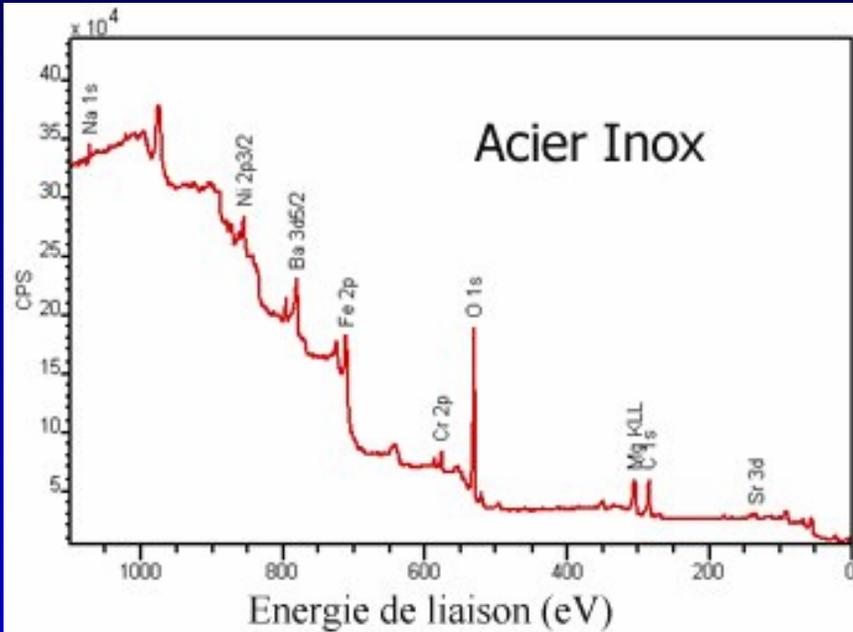
LE DISPOSITIF



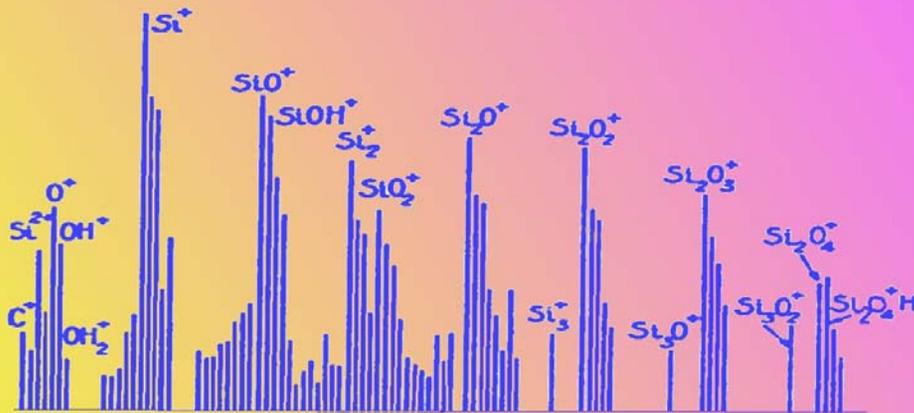
Valable \forall matériau 1ppm

On utilise la raie $K\alpha$ à 8.34 \AA - 1486eV

LES SPECTRES



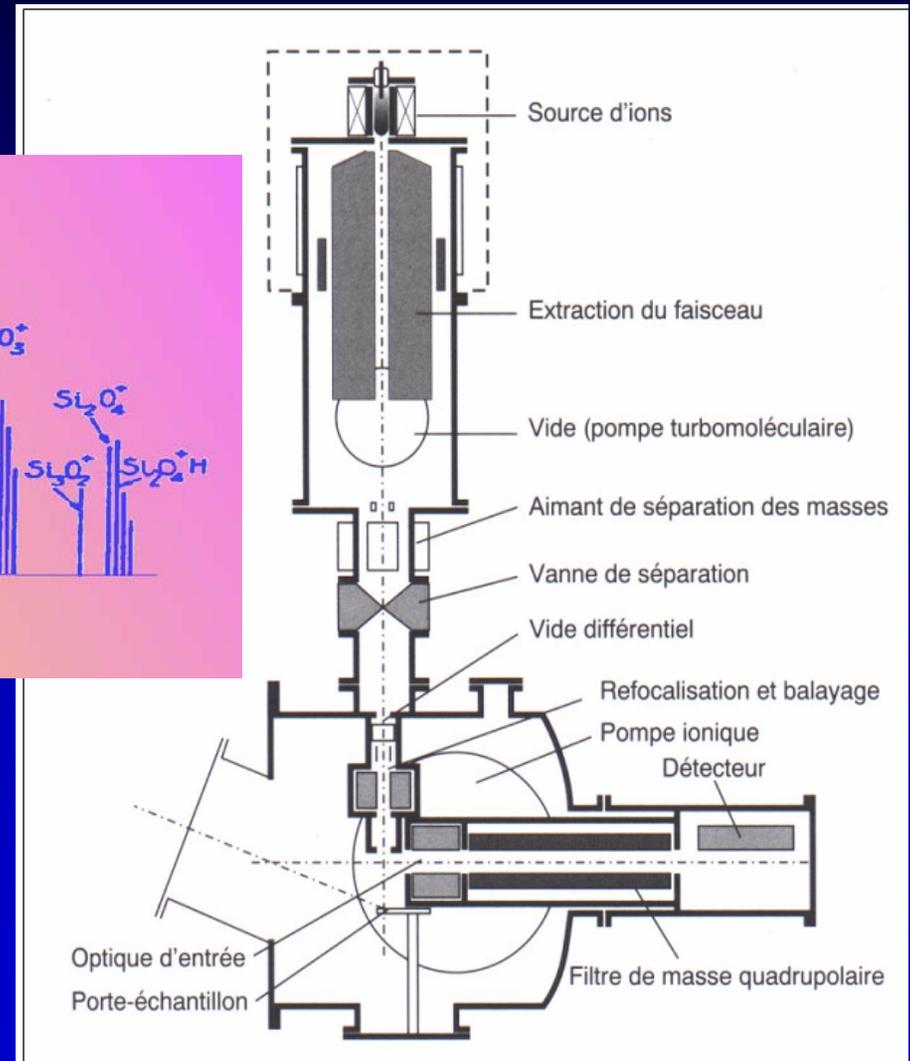
LA SPECTROMETRIE SIMS



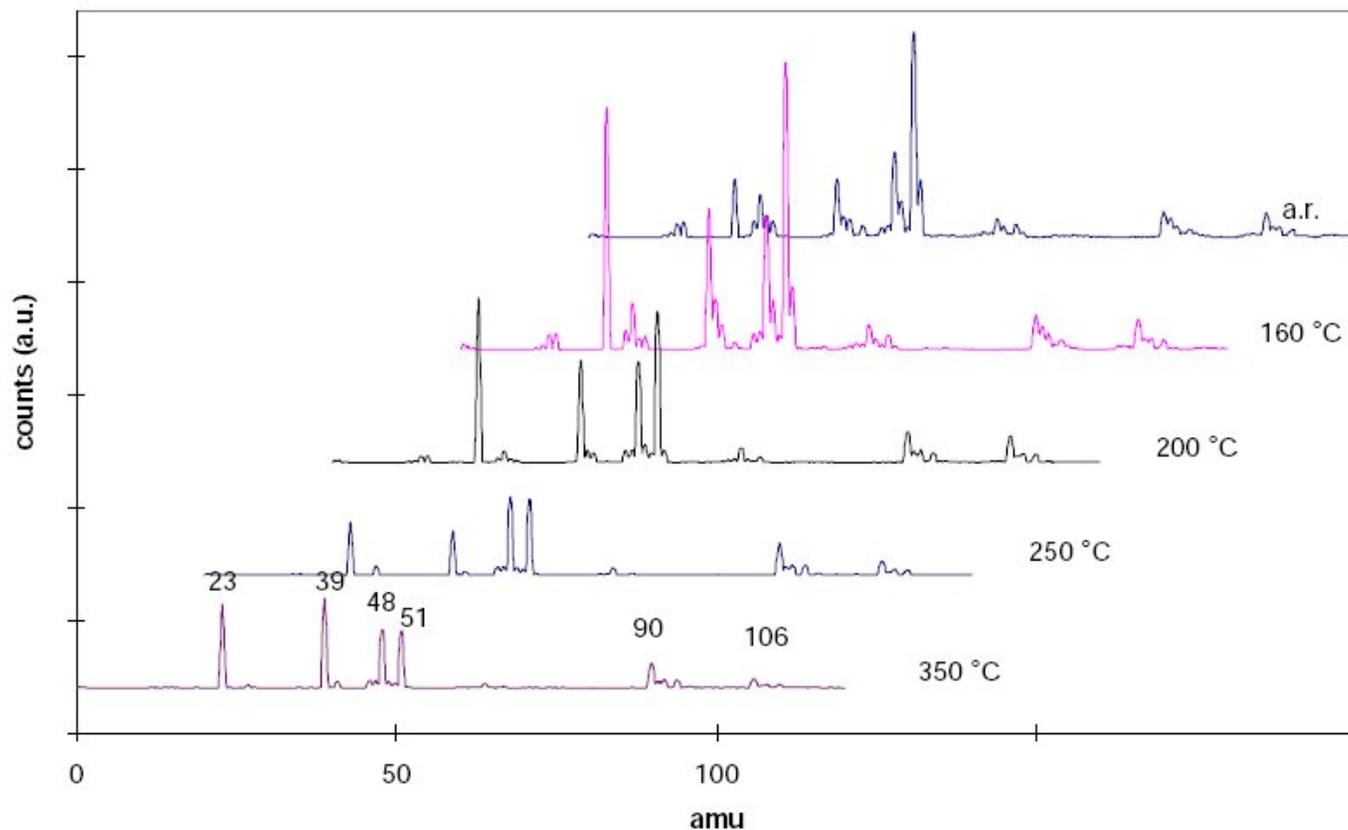
Méthode destructrice
Identification aisée

0.1 ppb-0.1 ppm

profilage



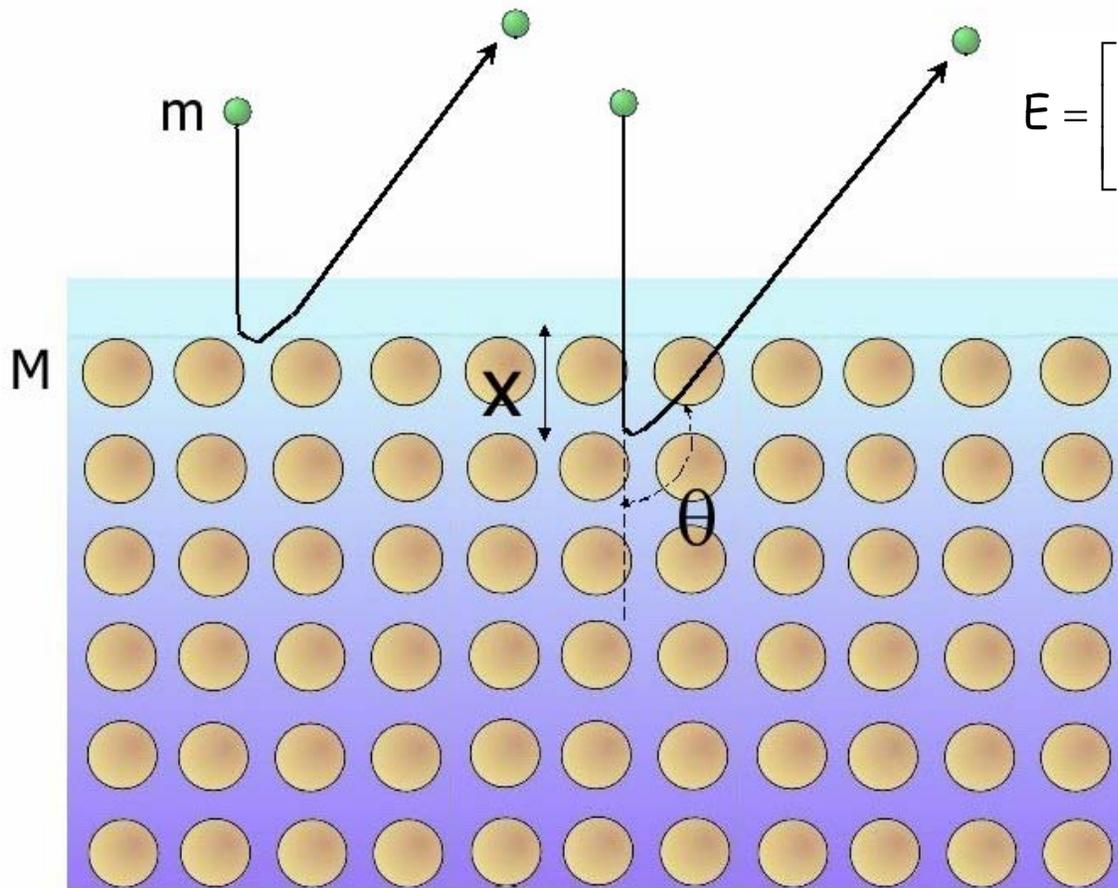
LA SPECTROMETRIE SIMS



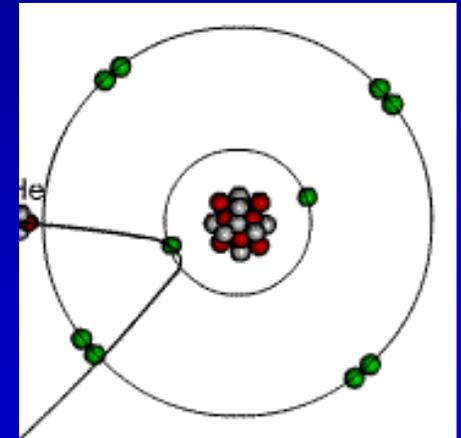
Positive secondary ion mass spectra as a function of 1h heating temperature. The main metal and metal oxide peaks are 48–Ti, 51–V, 90–Zr, 64–TiO, 67–VO and 106–ZrO. The peaks at 23 and 39 amu are characteristic for Na and K, respectively. The peaks at lower masses in the as received spectrum are mainly caused by hydrocarbon fragments (e.g. 15-CH₃, 27-C₂H₃, 29-C₂H₅, 41-C₃H₅, 43-C₃H₇).

LA SPECTROMETRIE RBS

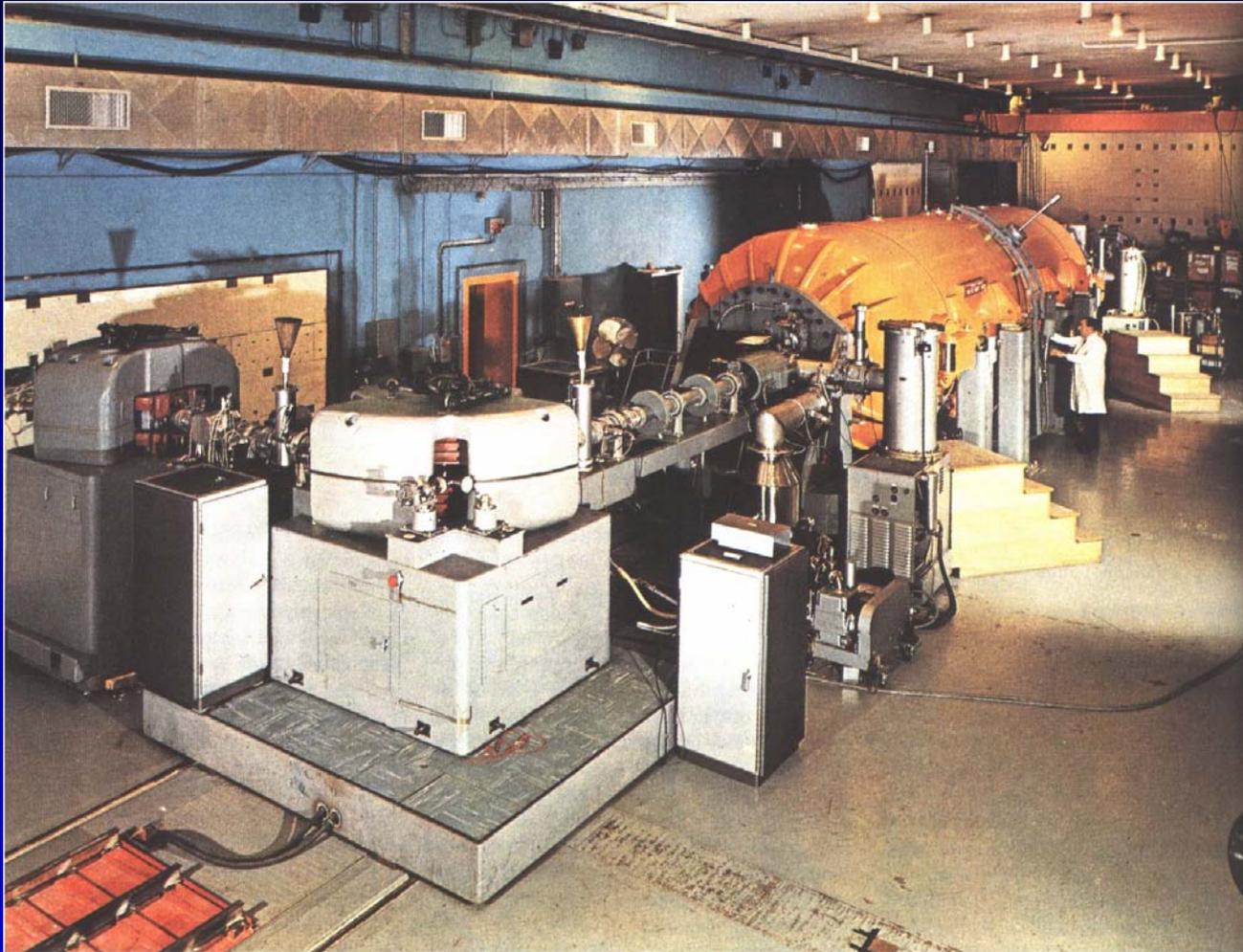
Dite à recul élastique ou rétrodiffusion Rutherford



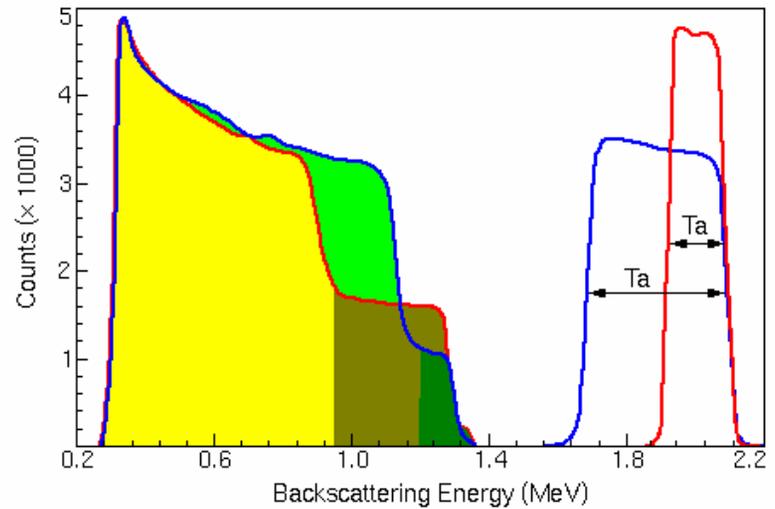
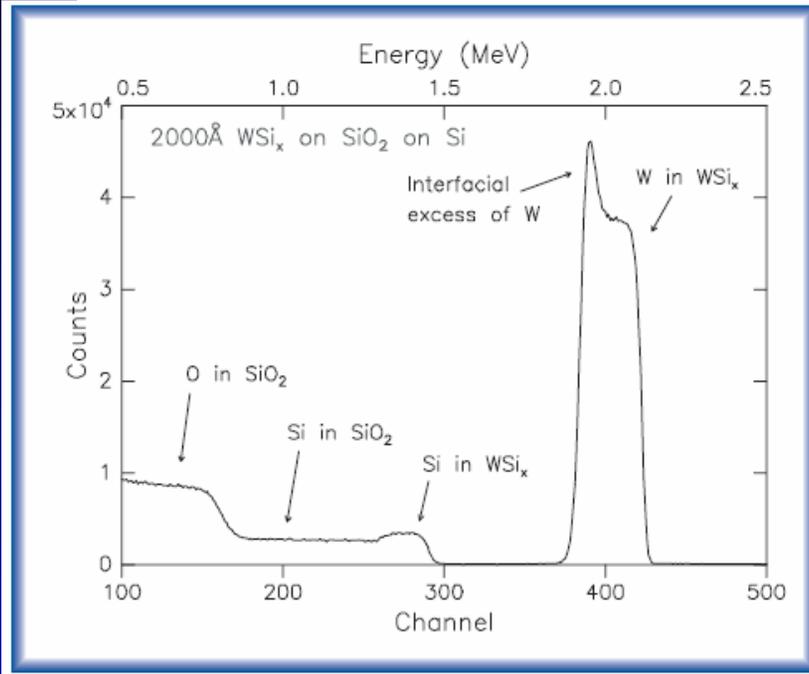
$$E = \left[1 - 2(1 - \cos \theta) \frac{mM}{(m + M)^2} \right] E_0$$



LE DISPOSITIF



LES SPECTRES



M1>M2

Non destructive pour quelques μ

Défauts réticulaires

QUE CHOISIR?

TECHNIQUE	AVANTAGES	INCONVENIENTS
<i>AES</i>	Haute résolution spatiale Rapide Bonne précision avec les standards	Risque de dommages Problème de charges
<i>XPS</i>	Information chimique Faible dommages Bonne précision avec les standards Peu de problème de charge	Pauvre résolution spatiale Lente Ne détecte pas H
<i>SIMS</i>	Extrêmement sensible Détecte H Analyse des isotopes Très rapide	Quantification ardue Destructrice
<i>RBS</i>	Profilage en profondeur Non destructrice Quantification absolue Rapide	Requiert un accélérateur Pauvre résolution en profondeur Pas d'analyse qualitative

**Merci et bravo
pour votre attention!!**