

A large, faint watermark of the University of Grenoble Alpes seal is visible in the background. It features a shield with a lion, a book, and the motto 'VERI LIBERABITUR' (Truth sets free), surrounded by the text 'UNIVERSITATIS GRATIANOPOLITANAE' and the year '1339'.

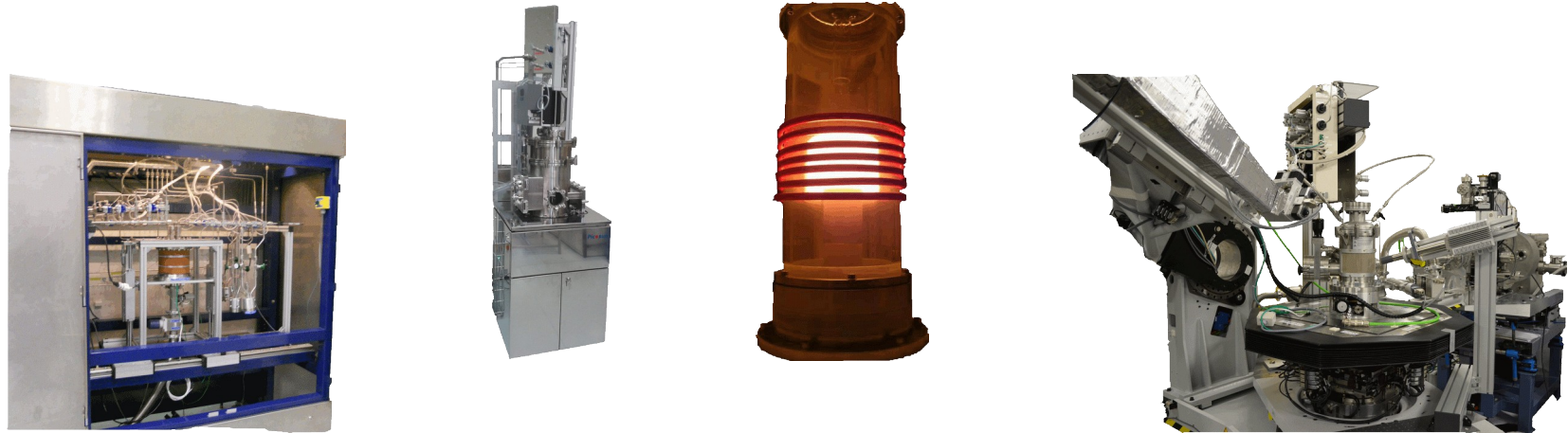
# Contribution de la microsonde électronique à la caractérisation des couches minces

A. Crisci, R. Boichot, A. Mantoux, S. Ponton, M. Benz  
S. Grosso, R. Reboud, F. Mercier, E. Blanquet, M. Pons

- I - Couches minces et caractérisation
  
- II - Microsonde électronique de Castaing
  1. pourquoi
  2. méthodologie
  3. le massif
  4. du massif aux échantillons stratifiés
  
- III - Nitrure d'aluminium élaboré par PE-ALD
  
- IV - Nitrure de titane : limite technologique ?
  
- V - Conclusion

# I – Couches minces et caractérisation

Les couches élaborées doivent être analysées pour déterminer leurs propriétés intrinsèques

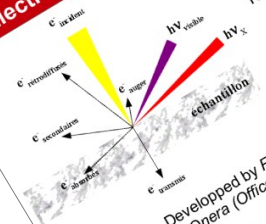


## Techniques mises en œuvre

GI-XRD	cristallisation, orientation, ...
XRR	épaisseur, densité
ellipsometrie	épaisseur, indice optique
Raman	orientation, cristallinité, stress, ...
MEB-EDS	morphologie, composition, ...
XPS	composition, impuretés, ...

# II.1 – Pourquoi la microsonde électronique de Castaing ?

## II.1 - Electron Probe MicroAnalysis : origins



Techniques of analysis X related to SEM :  
 - Well-known Energy Dispersive Spectroscopy (EDS)  
 - Wavelength Dispersive Spectroscopy (WDS)

Developed by Raymond Castaing in 1950 during his PhD at Onera (Office National d'Etudes et de Recherches Aéronautiques)

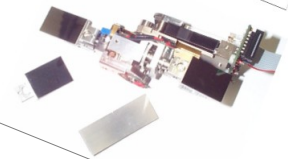


### Crystal characteristics

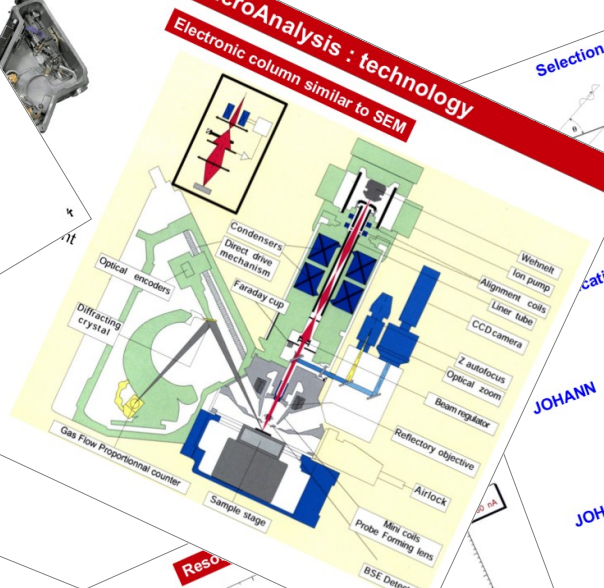
$2d$ (Å)	$\lambda$ (Å)	K line	L line	M line
4,0267	0,84 - 3,30	Sc - Sr	Te - U	
6,6862	1,39 - 5,48	S - Zn	Mo - Re	Tl - U
8,74	1,82 - 7,16	Si - Fe	Sr - Dy	W - Pt
26,632	5,54 - 21,81	F - P	Mn - Nb	La - Hg
25,75	5,36 - 21,10	F - P	Mn - Nb	La - Hg

Formula	$2d$ (Å)	K line
W / Si	45	N - F
Ni / C	60	C - F
Mo / B,C	95	B - O
	200,5	Be - B



## II.2 - Electron Probe MicroAnalysis : technology



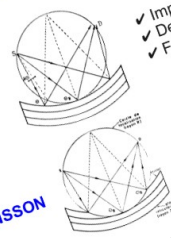
Selection of element is based on diffraction principle

$$AB + BC = n\lambda$$

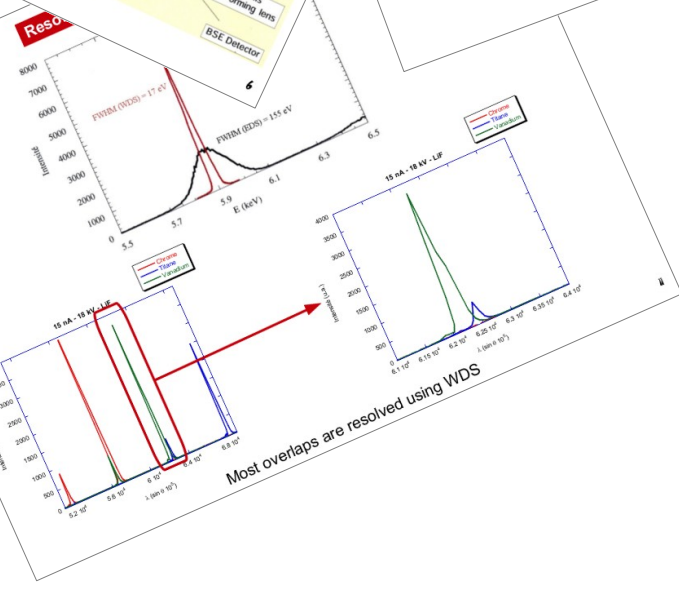
$$AB = BC = d \sin\theta$$

$$\text{Bragg law } 2d\sin\theta = n\lambda$$

Selection of crystal geometry is required : crystal need to be bent @  $2R$



- ✓ Imperfect focus on detector
- ✓ Degradation of resolution
- ✓ For all crystals
- ✓ Crystal ground @ R
- ✓ Good focus on detector
- ✓ For some crystals only



## Échantillons

enrobés, polis miroir (éventuellement collés)

dépôts carbone dans le cas d'échantillons isolants ( $\approx 15$  nm)



## Étapes de l'analyse

valeur de la haute tension

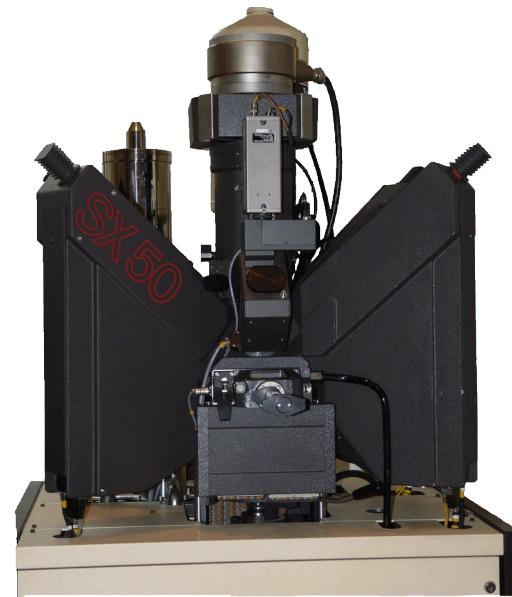
raies d'analyse pour chaque élément ( $K\alpha$ ,  $K\beta$ ,  $L\alpha$ ,  $L\beta$ , ...)

choix du cristal d'analyse

définition du fond continu (acquisition de spectres WDS)

acquisition des standards (avec optimisation du courant)

analyse de l'échantillon



## II.3 - Microsonde électronique de Castaing : le massif



**isolant** : dépôt carbone

**énergie de liaison** :

- $E_K(\text{O}) = 0,54 \text{ keV}$
- $E_K(\text{Al}) = 1,55 \text{ keV}$
- $E_{L1}(\text{La}) = 6,28 \text{ keV}$

→ 18 kV

**standard** :

- O :  $\text{Al}_2\text{O}_3$  carboné
- Al :  $\text{Al}_2\text{O}_3$  carboné
- La :  $\text{LaPO}_4$  carboné

$\text{Al}_2\text{O}_3$	$\text{LaPO}_4$	plot
17 nm	18,5 nm	19 nm

# II.3 - Microsonde électronique de Castaing : le massif



**isolant :** dépôt carbone

**énergie de liaison :**

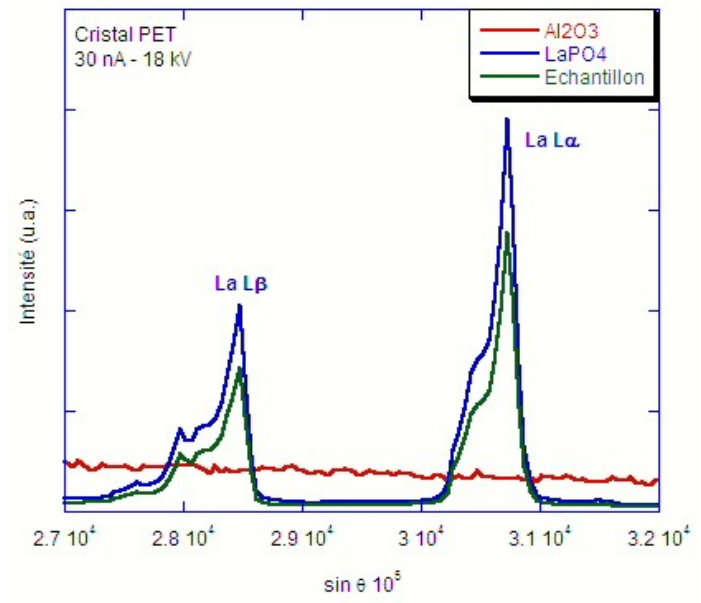
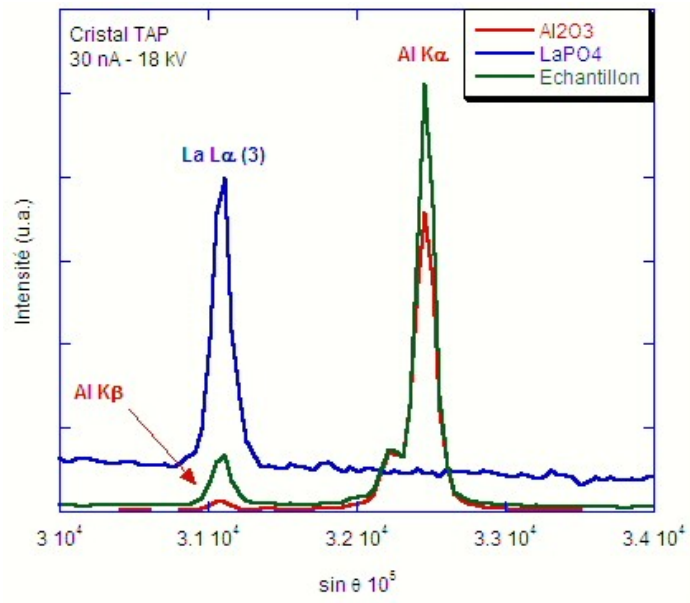
- E<sub>K</sub>(O) = 0,54 keV
- E<sub>K</sub>(Al) = 1,55 keV
- E<sub>L1</sub>(La) = 6,28 keV

**standard :**

- O : Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> carboné
- Al : Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> carboné
- La : LaPO<sub>4</sub> carboné

Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	LaPO <sub>4</sub>	plot
17 nm	18,5 nm	19 nm

➔ 18 kV



<u>Element/Line</u>	<u>Spectro/crystal</u>	<u>Standard</u>	<u>Calibration current</u>	<u>background</u>	<u>Analysis current</u>
Al Kα	SP1 - TAP	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	10 nA	± 600	100 nA
La Lα	SP3 - PET	LaPO <sub>4</sub>	50 nA	± 600	50 nA
O Kα	SP4 - PC1	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	100 nA	± 3500	100 nA

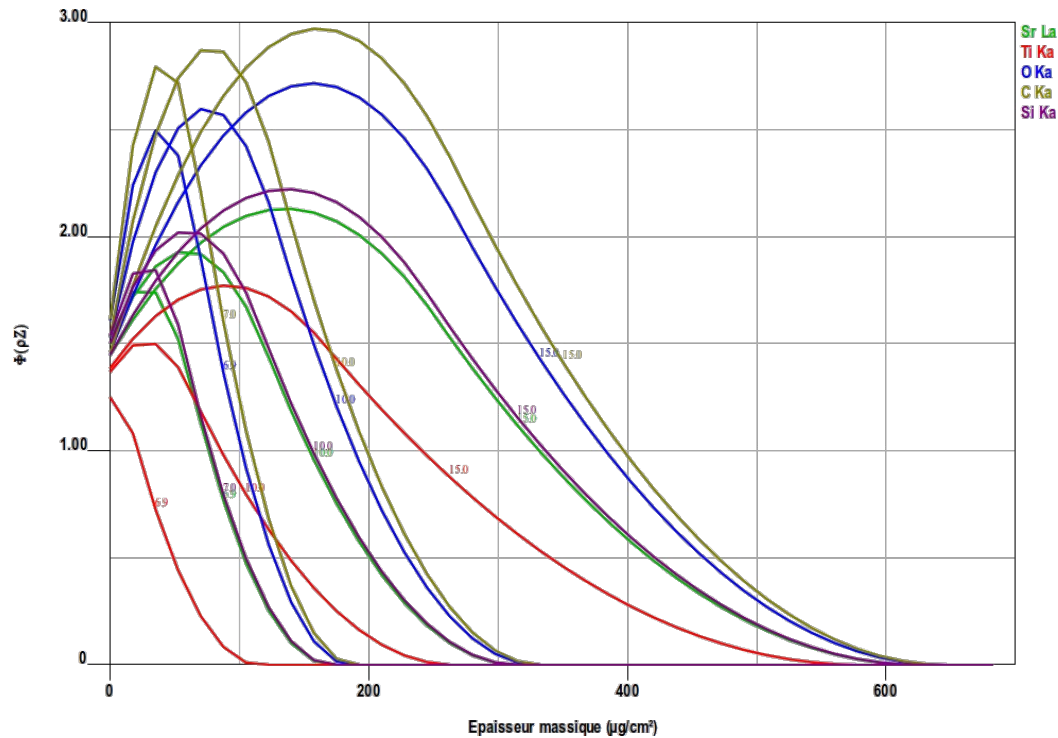
Points	Al (%W)	La (%W)	O (%W)	Somme	Al (%A)	La (%A)	O (%A)
1	12,74	67,05	20,32	100,11	21,23	21,69	57,08
2	12,72	66,85	20,20	99,78	21,28	21,72	57,00
3	12,73	66,87	20,32	99,92	21,22	21,65	57,12
4	12,79	67,35	20,26	100,40	21,30	21,79	56,91
5	12,87	67,10	20,24	100,20	21,43	21,71	56,86
6	12,81	66,89	20,35	100,05	21,30	21,61	57,09
7	12,84	67,24	20,38	100,46	21,30	21,67	57,02
8	12,89	67,41	20,40	100,70	21,34	21,69	56,98
9	12,59	66,47	20,30	99,36	21,07	21,61	57,31
10	12,88	67,17	20,26	100,31	21,44	21,71	56,85
11	12,82	67,37	20,45	100,64	21,23	21,67	57,10
12	12,83	66,97	20,25	100,05	21,38	21,68	56,93
13	12,80	66,87	20,30	99,98	21,32	21,64	57,04
14	12,82	67,05	20,24	100,11	21,38	21,72	56,91
15	12,79	67,07	20,36	100,23	21,27	21,66	57,08
16	12,80	66,82	20,31	99,94	21,32	21,62	57,06
17	12,79	67,29	20,27	100,35	21,30	21,77	59,93
18	12,73	66,86	20,40	99,99	21,17	21,60	57,23
19	12,77	66,94	20,25	99,97	211,31	21,70	56,99
20	12,79	67,40	20,12	100,31	21,39	21,89	56,72
<b>moyenne</b>	<b>12,79</b>	<b>67,06</b>	<b>20,30</b>	<b>100,14</b>	<b>21,30</b>	<b>21,69</b>	<b>57,01</b>
<b>Écart-type</b>	<b>0,07</b>	<b>0,25</b>	<b>0,08</b>	<b>0,31</b>	<b>0,09</b>	<b>0,07</b>	<b>0,14</b>

Sum(%W) proche de 100 % pour chaque point  
Std. Dev. proche de to 0 pour chaque élément

➔ wafer de LaAlO<sub>3</sub>

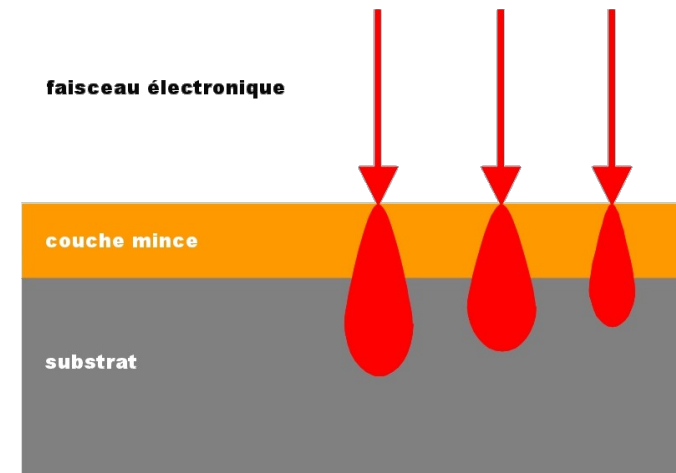
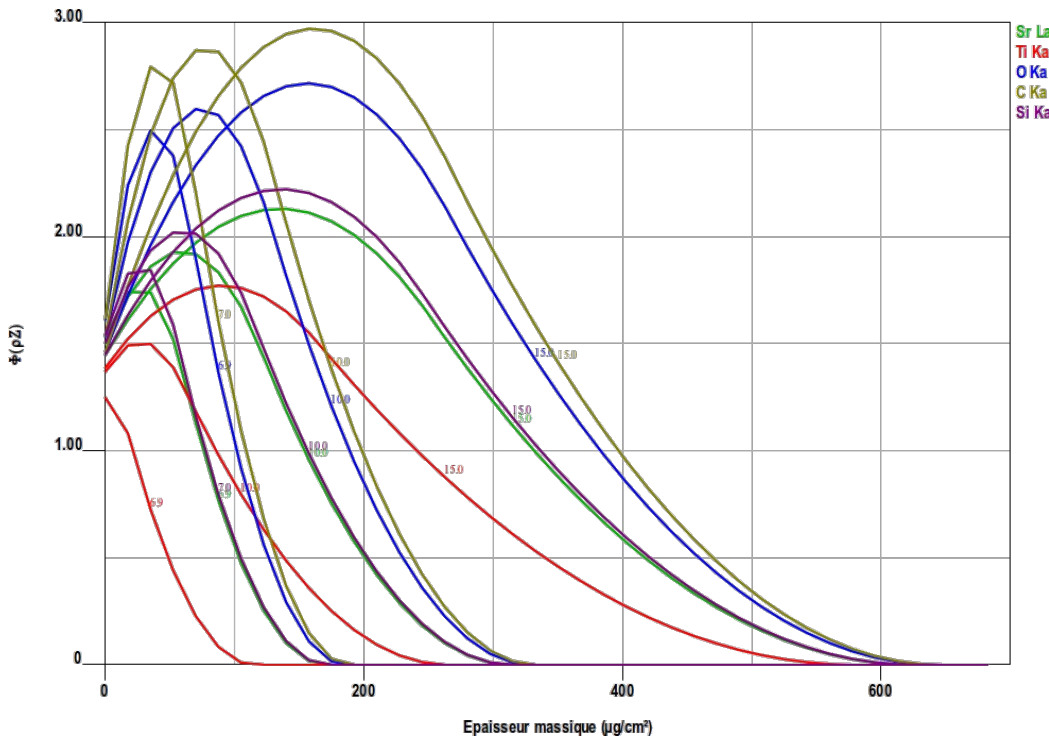
## II.4 – Du massif aux échantillons stratifiés

Dans les années 80, plusieurs groupes ont travaillé pour définir correctement la fonction  $\phi(\rho z)$  (distribution en profondeur des ionisations primaires générées par le faisceau électronique incident)



## II.4 – Du massif aux échantillons stratifiés

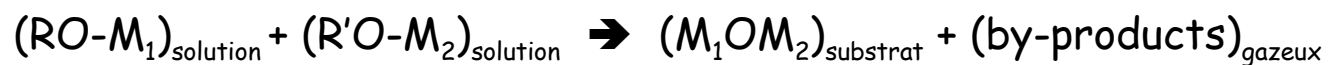
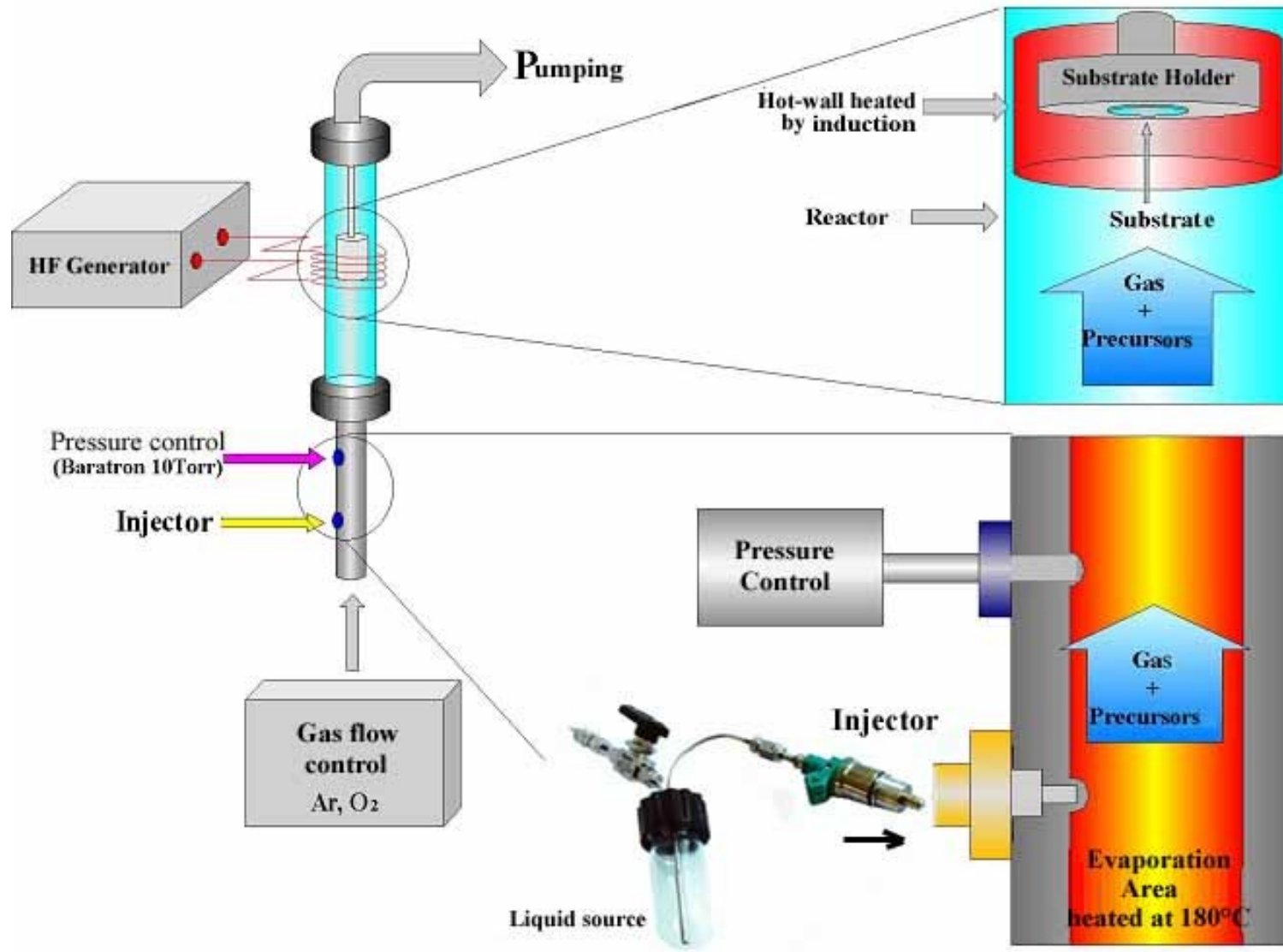
Dans les années 80, plusieurs groupes ont travaillé pour définir correctement la fonction  $\phi(\rho z)$  (distribution en profondeur des ionisations primaires générées par le faisceau électronique incident)



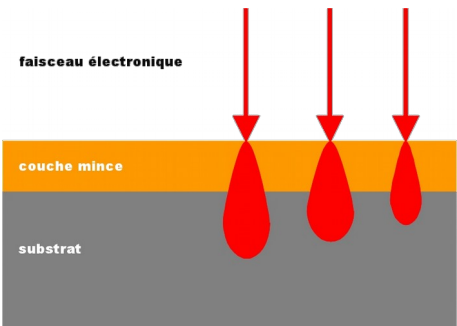
Utilisation du programme **Stratagem™**, pour calculer **l'épaisseur et la composition**

**Les paramètres** (épaisseur et composition) sont estimés à partir des  $K (= I_{\text{échantillon}}/I_{\text{standard}})$  de chaque élément, par itération, en utilisant le modèle  $\phi(\rho z)$  de Pouchou & Pichoir.

# SrTiO<sub>3</sub> / SiO<sub>2</sub> / Si par MOCVD



# Tension d'accélération variable (7, 10, 15 kV)



	<u>Lines</u>	XTAL	<u>Background</u>	Standard	<u>Spectrometer</u>
<u>Sr</u>	L $\alpha$	TAP	+ 400	SrTiO <sub>3</sub> <u>carbon coated (11 nm)</u>	SP1
<u>Ti</u>	K $\alpha$	PET	$\pm$ 500	SrTiO <sub>3</sub> <u>carbon coated (11 nm)</u>	SP3
O	K $\alpha$	PC1	$\pm$ 3500	SrTiO <sub>3</sub> <u>carbon coated (11 nm)</u>	SP4
C	K $\alpha$	PC2	$\pm$ 4700	<u>Silicon</u> <u>carbon coated (85 nm)</u>	SP1
Si	K $\alpha$	TAP	+ 500	<u>Silicon</u> <u>carbon coated (85 nm)</u>	SP1

# Programme $\phi(\rho z)$ Stratagem™

Couche	Elément	Conc	# atomes	Ep. massique ( $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ )	Epaisseur (nm)	Densité
<input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/>					
1	Sr	u 0.3685	0.1387	u 41.8	77.4	5.40
	Ti	u 0.3281	0.2259			
	O	u 0.2885	0.5946			
	C	u 0.0149	0.0409			
2	Si	k 0.4674	1.0000	k 0.5	2.4	2.10
	O	k 0.5326	2.0000			
Substrat	Si	k 1.0000	1.0000			

$$K (= I_{\text{échantillon}} / I_{\text{standard}})$$

anal.	Elément	Raie	Standard	HVstd	HVx	Ix/Istd
<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/>		
<input checked="" type="checkbox"/>	Sr	La	srtio3-c	6.94	6.94	0.3469
				9.96	9.96	0.1813
				14.97	14.97	0.0811
<input checked="" type="checkbox"/>	Ti	Ka	srtio3-c	6.94	6.94	0.8754
				9.96	9.96	0.3821
				14.97	14.97	0.1495
<input checked="" type="checkbox"/>	O	Ka	srtio3-c	6.94	6.94	0.6696
				9.96	9.96	0.5273
				14.97	14.97	0.4563
<input checked="" type="checkbox"/>	C	Ka	Si-carb	6.95	6.95	0.0313
				9.96	9.96	0.0228
				14.97	14.97	0.0186
<input checked="" type="checkbox"/>	Si	Ka	Si-carb	6.95	6.95	0.6601
				9.96	9.96	0.7925
				14.97	14.97	0.8965

# 1 : 77.4 nm

Sr 0.3546

Ti 0.3157

O 0.2776

C 0.0143

Somme = 0.9622

# 2 : 2.4 nm

Si 0.4674

O 0.5326

Somme = 1.0000

Substrat :

Si 1.0000

Somme = 1.0000

# K vs épaisseur permet d'apprécier la justesse des résultats

# 1 : 77.4 nm

Sr 0.3546  
 Ti 0.3157  
 O 0.2776  
 C 0.0143

Somme = 0.9622

# 2 : 2.4 nm

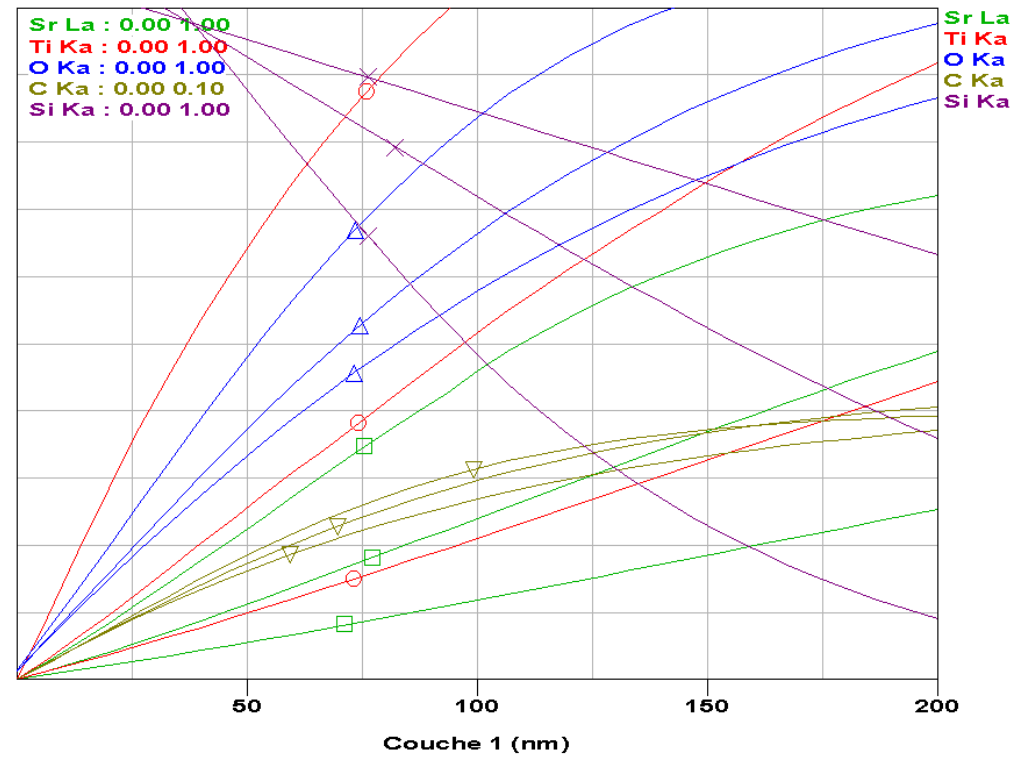
Si 0.4674  
 O 0.5326

Somme = 1.0000

Substrat :

Si 1.0000

Somme = 1.0000



# K vs thickness permet d'apprécier la justesse des résultats

# 1 : 77.4 nm

Sr 0.3546

Ti 0.3157

O 0.2776

C 0.0143

Somme = 0.9622

# 2 : 2.4 nm

Si 0.4674

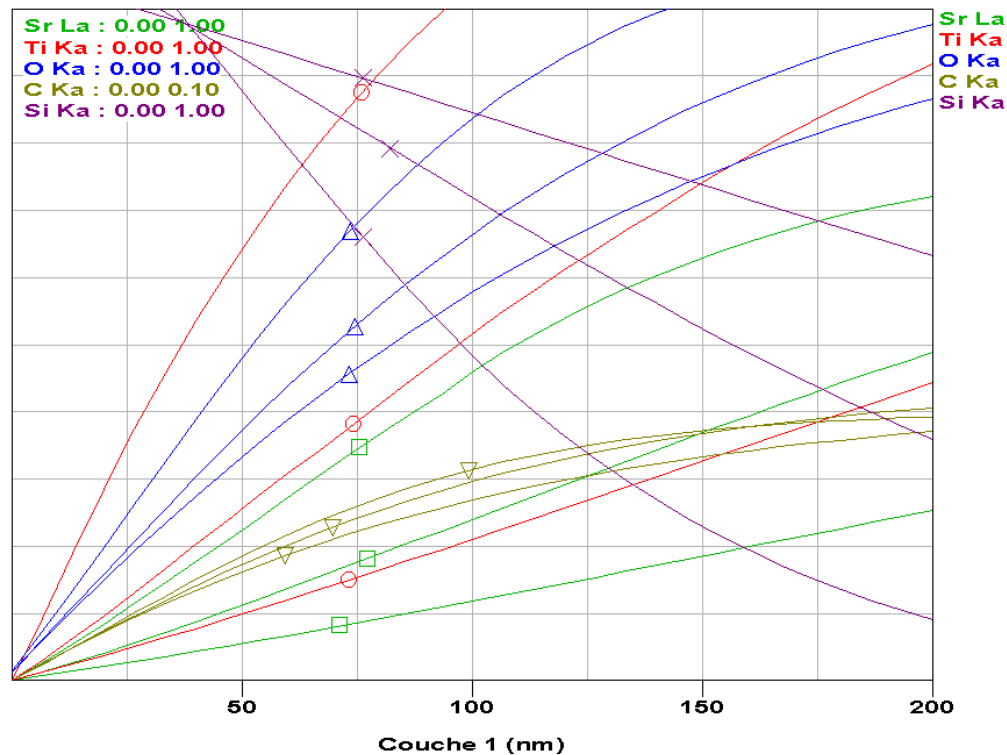
O 0.5326

Somme = 1.0000

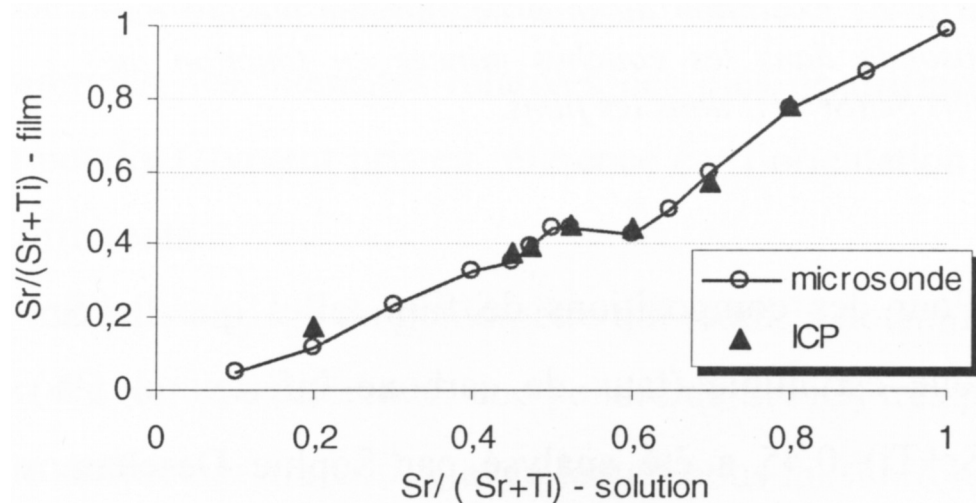
Substrat :

Si 1.0000

Somme = 1.0000

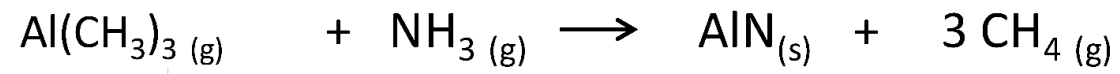


## EPMA versus ICP

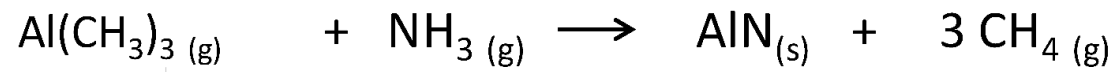


➔ Mesures WDS fiables  
Compositions confirmées par ICP

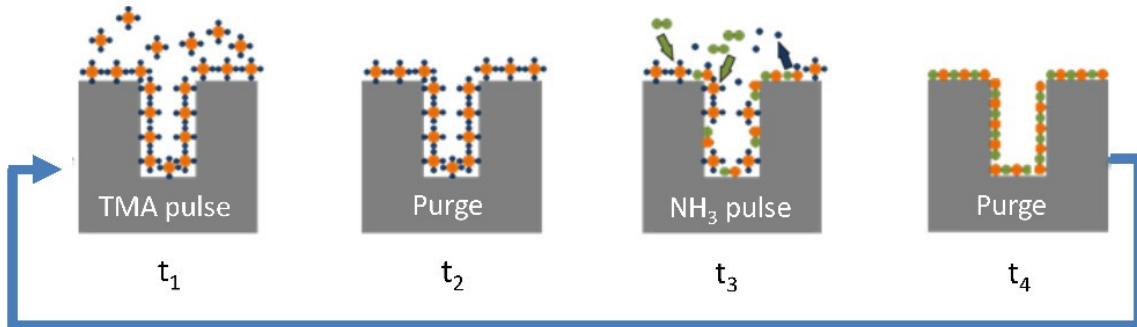
# III – Nitrure d'aluminium élaboré par PE-ALD



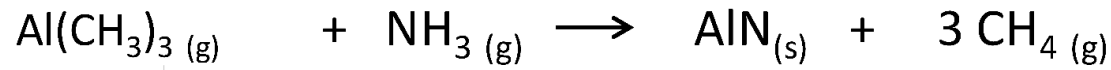
# III – Nitrure d'aluminium élaboré par PE-ALD



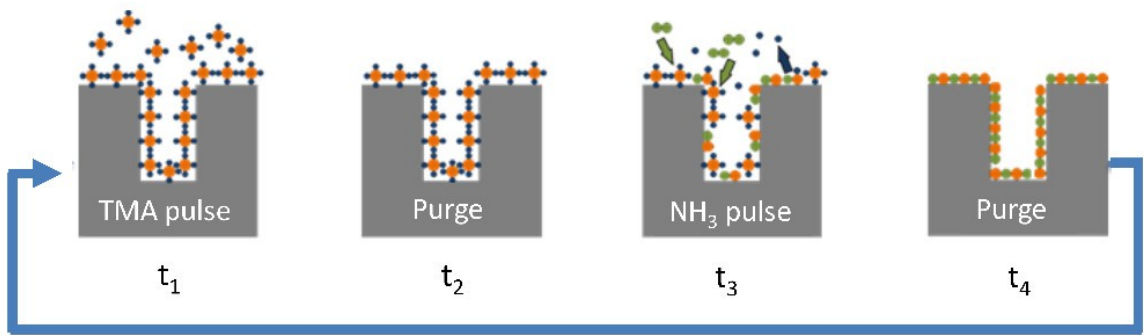
Procédé ALD thermique



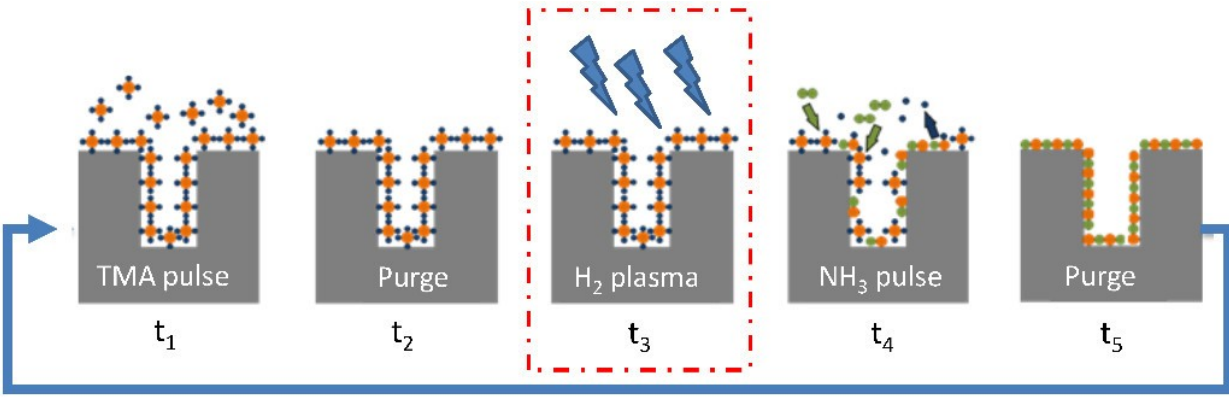
# III – Nitrure d'aluminium élaboré par PE-ALD



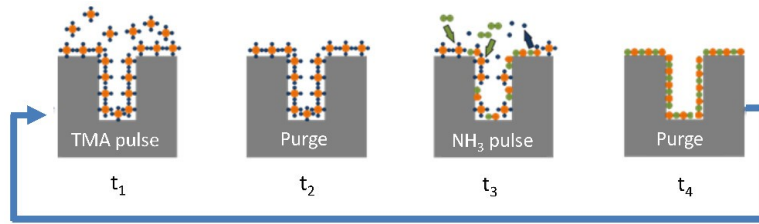
## Procédé ALD thermique



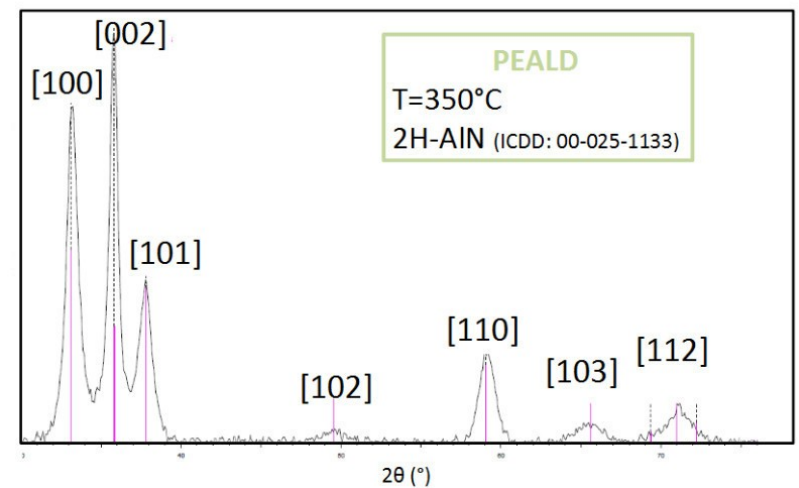
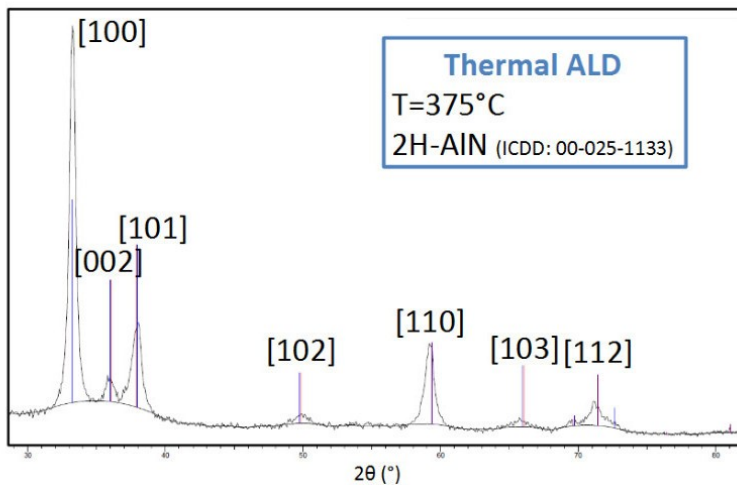
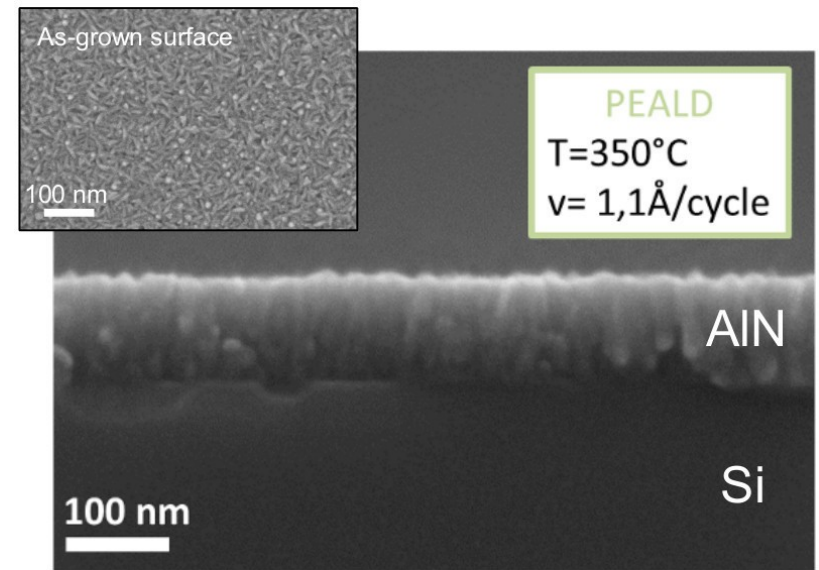
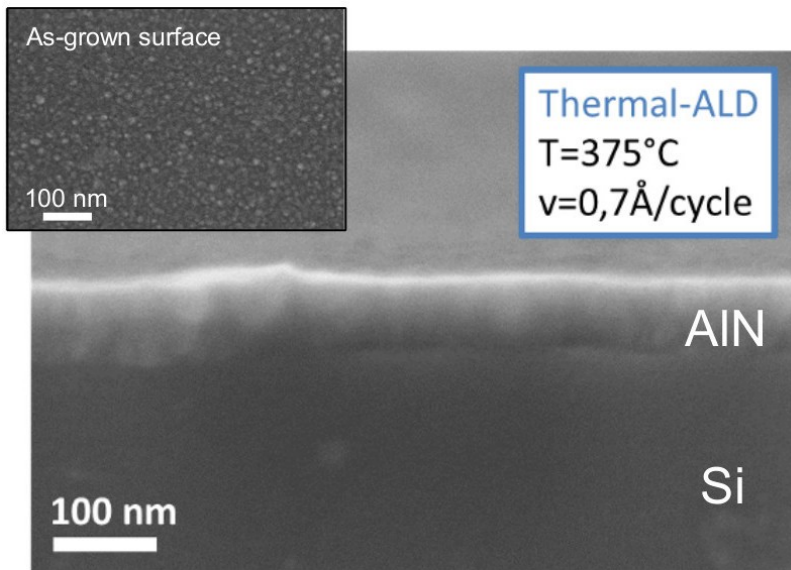
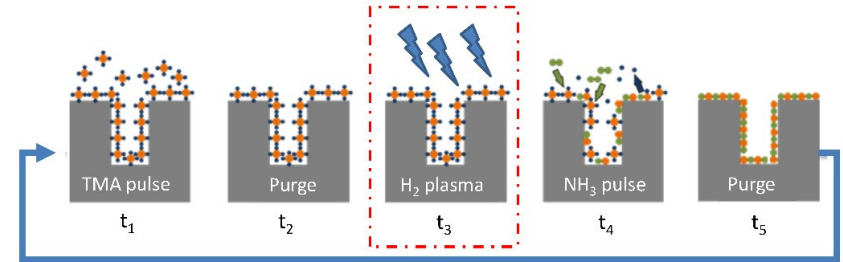
## Procédé PE-ALD alternatif



## Procédé ALD thermique



## Procédé PE-ALD alternatif



## Composition par microsonde

Couches très fines (qq nm) → basses tensions requises

sample	density	thickness	Al (%W)	N (%W)	O (%W)	C (%W)	Sum (%W)	Al (%at)	N (%at)	O (%at)	C (%at)
PE-ALD 03	3	41,7	59,4	33,66	2,51	0,01	95,58	46,22	50,46	3,3	0,02
PE-ALD 04	3	69,9	62,07	34,53	1,73	0,06	98,4	47,15	50,23	2,22	0,01
PE-ALD 05	3	104,4	37,39	35,62	1,75	0,57	105,34	48,05	48,92	2,11	0,92
PE-ALD 06	3	38,9	60,6	33,77	0,99	0,01	95,37	47,59	51,08	1,31	0,02
PE-ALD 07	3	87,8	65,69	36,01	1,38	0,28	103,35	47,6	50,26	1,69	0,45
PE-ALD 14	3,8	101,5	58,86	0	43,91	0	102,78	44,28	0	55,72	0
T-ALD 10	3	66,9	63,42	34,25	2,85	0	100,54	47,25	49,16	3,59	0,01
T-ALD 12	3	73,1	63,05	35,63	3,01	0	101,69	46,1	50,19	3,71	0
T-ALD 14	3	44,6	58,36	34,24	2,4	0	95,01	45,46	51,38	3,16	0

## Composition par microsonde

Couches très fines (qq nm) → basses tensions requises

sample	density	thickness	Al (%W)	N (%W)	O (%W)	C (%W)	Sum (%W)	Al (%at)	N (%at)	O (%at)	C (%at)
PE-ALD 03	3	41,7	59,4	33,66	2,51	0,01	95,58	46,22	50,46	3,3	0,02
PE-ALD 04	3	69,9	62,07	34,53	1,73	0,06	98,4	47,15	50,23	2,22	0,01
PE-ALD 05	3	104,4	37,39	35,62	1,75	0,57	105,34	48,05	48,92	2,11	0,92
PE-ALD 06	3	38,9	60,6	33,77	0,99	0,01	95,37	47,59	51,08	1,31	0,02
PE-ALD 07	3	67,8	65,69	36,01	1,38	0,28	103,35	47,6	50,26	1,69	0,45
PE-ALD 14	3,8	101,5	58,86	0	43,91	0	102,78	44,28	0	55,72	0
T-ALD 10	3	66,9	63,42	34,23	2,85	0	100,54	47,25	49,16	3,59	0,01
T-ALD 12	3	73,1	63,05	35,63	3,01	0	101,69	46,1	50,19	3,71	0
T-ALD 14	3	44,6	58,36	34,24	2,4	0	95,01	45,46	51,38	3,16	0

### Détermination du ratio Al/N

→ Faible contamination en O et C

Possibilités de pointer les défauts dans le procédé

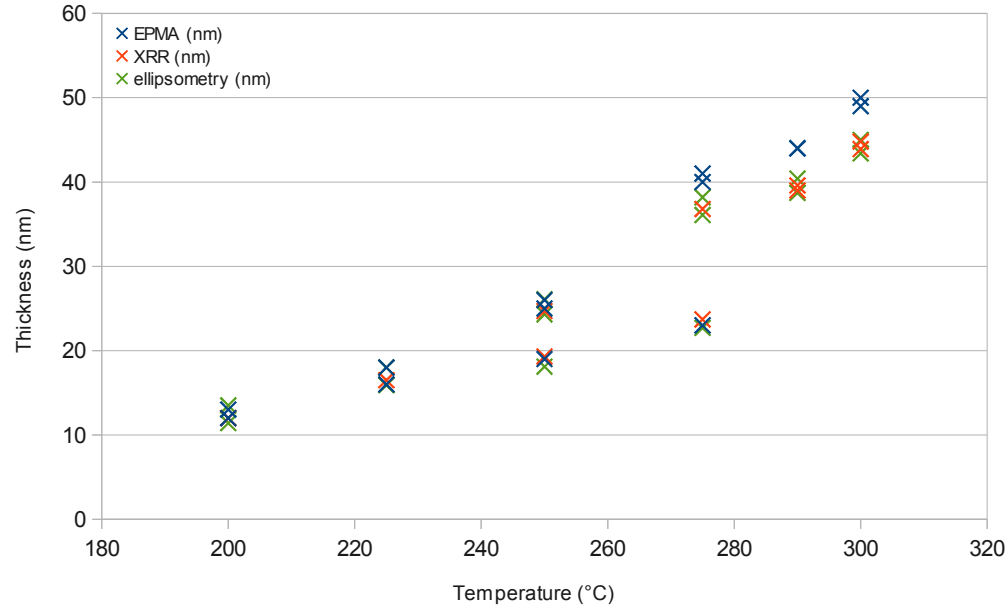
## Estimation de l'épaisseur (procédé *PE-ALD alternatif*)

sample	nb cycle	temperature (°C)	EPMA (nm)	XRR (nm)	ellipsometry (nm)
PEAIN-01	829	200	12		11,4
PEAIN-02	1000	225	16		15,9
PEAIN-03	1000	250	25		24,3
PEAIN-04	1000	275	40		36,1
PEAIN-05	1000	290	44	39,6	38,7
PEAIN-06	1000	300	50	44,8	43,4

HF-PEAIN-01	829	200	13	12	13,5
HF-PEAIN-02	1000	225	18	16,5	18
HF-PEAIN-03	1000	250	26	24,7	26,1
HF-PEAIN-04	1000	275	41	36,8	38,2
HF-PEAIN-05	1000	290	44	39	40,4
HF-PEAIN-06	1000	300	49	43,9	45

H2-PEAIN-01	1000	250	19	19,3	18,1
H2-PEAIN-02	1000	275	23	23,7	22,7

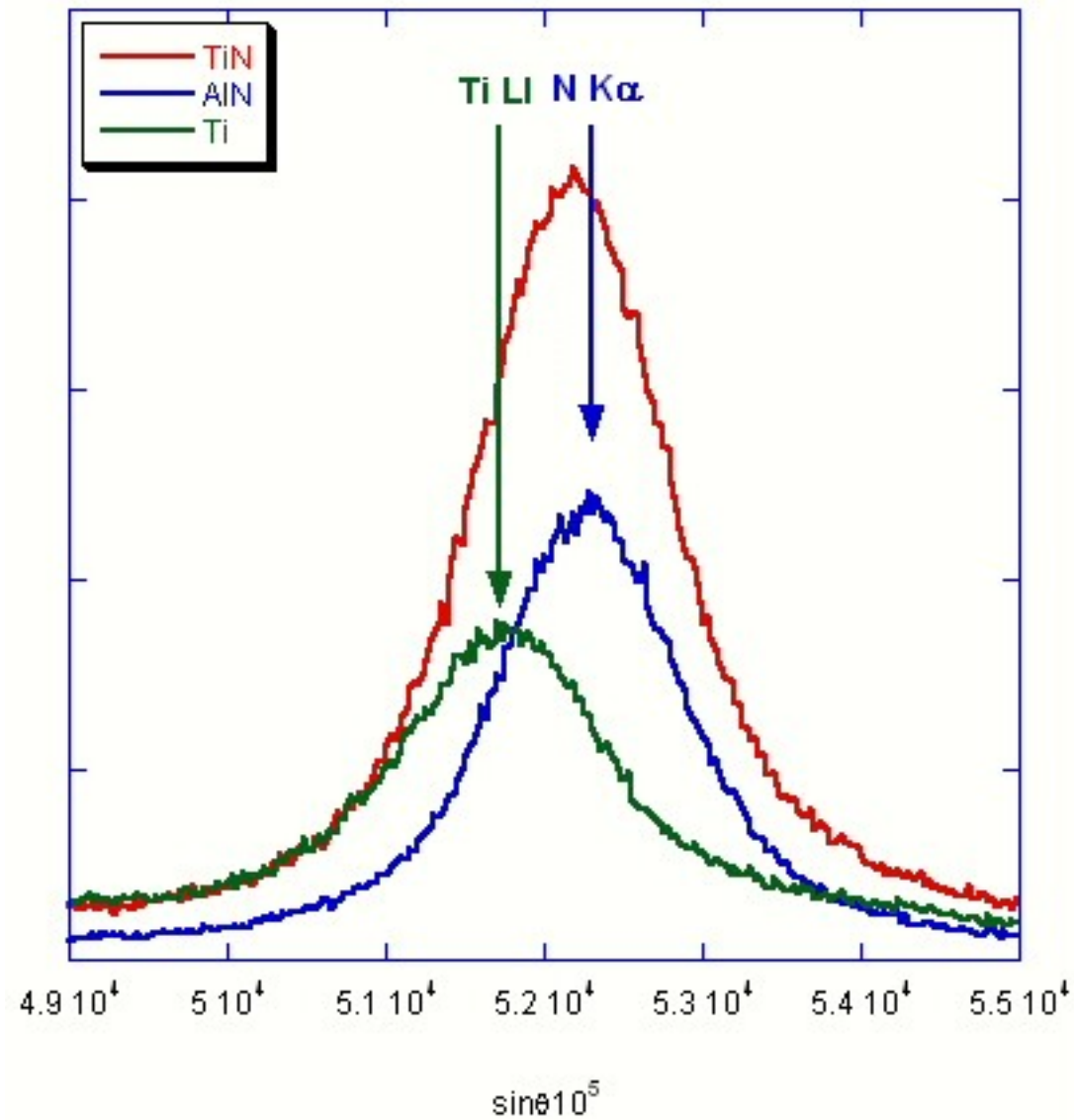
Modified PE-ALD process  
AlN deposition



➔ Épaisseurs similaires à la XRR et l'ellipsométrie

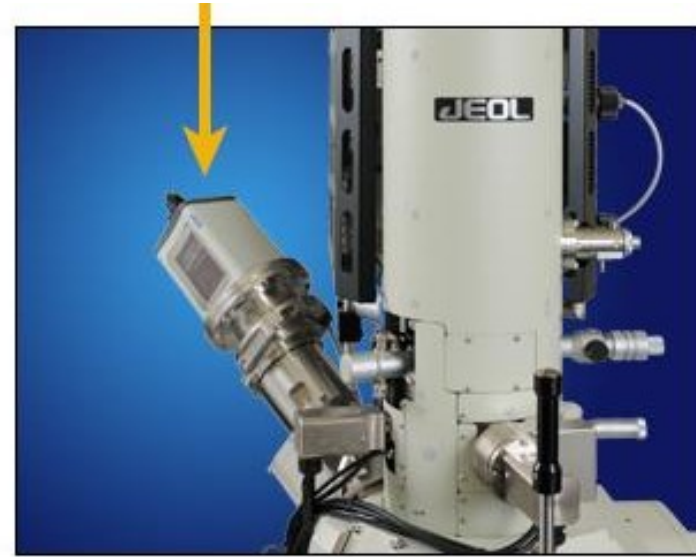
# IV – Nitrate de titane : limite technologique ?

Overlap sévère entre les raies N K $\alpha$  et Ti LI

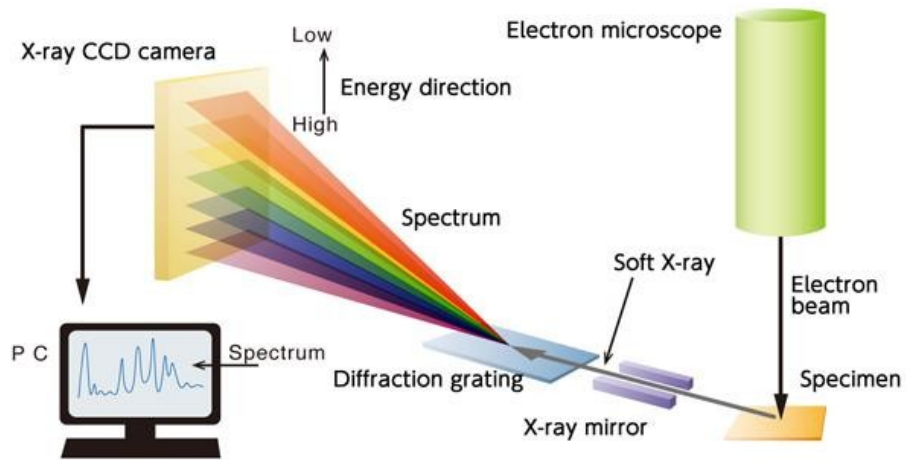
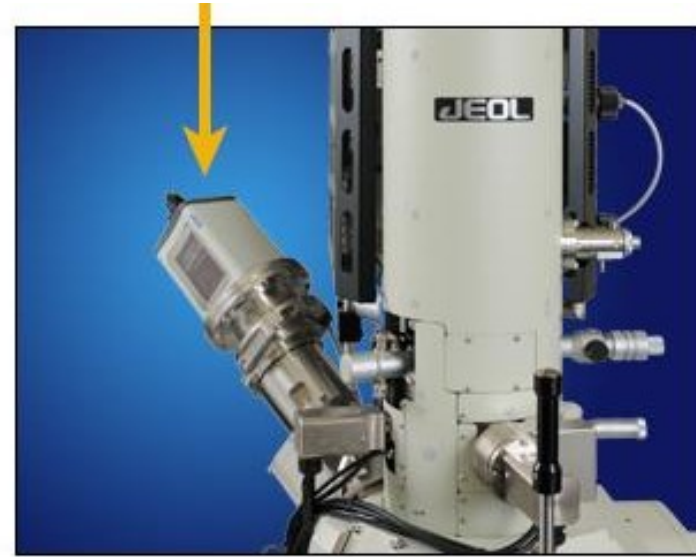
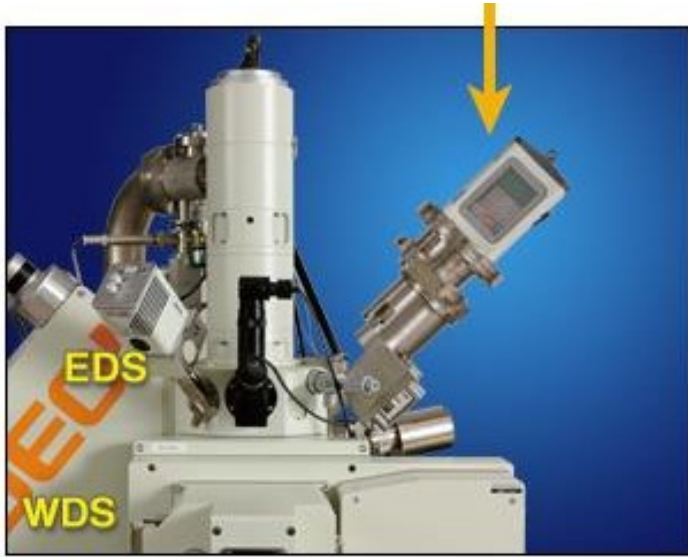


Comment réaliser l'analyse avec ce type de matériaux ?

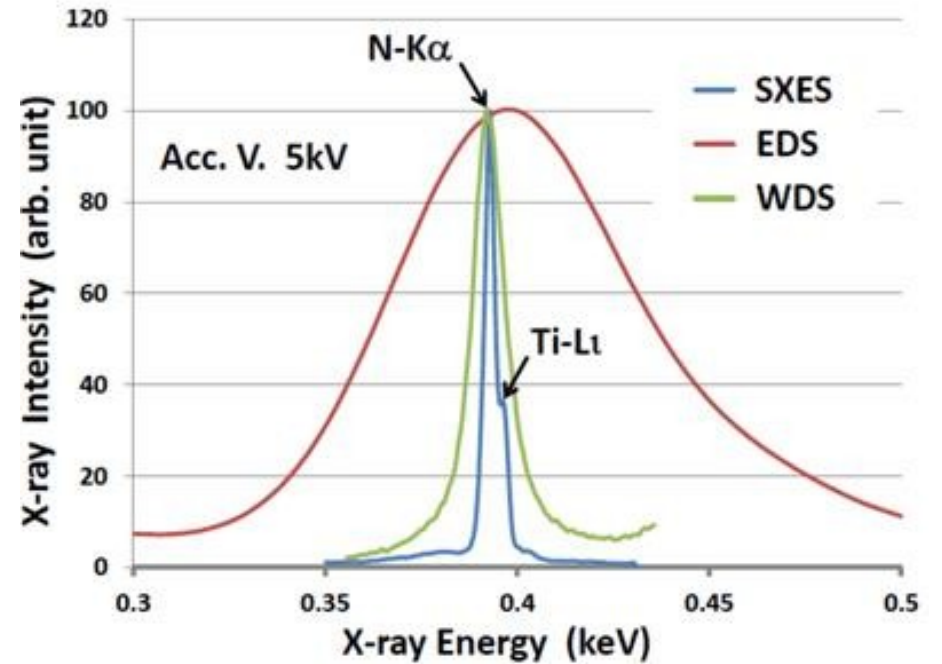
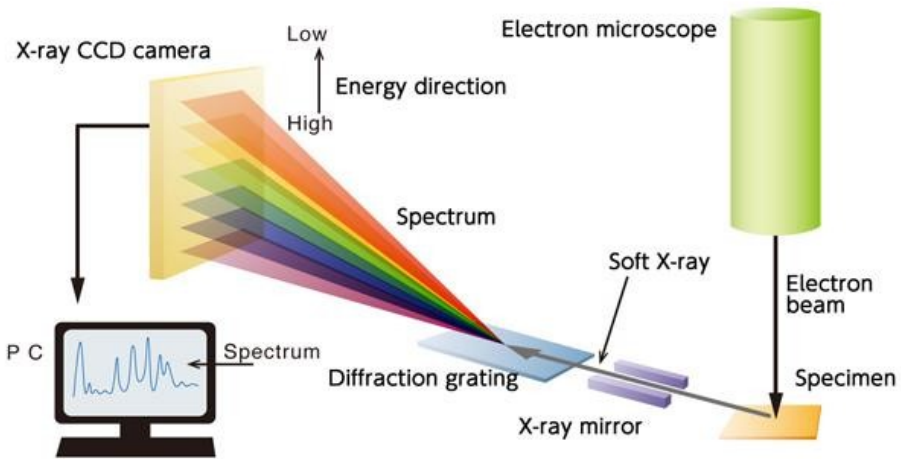
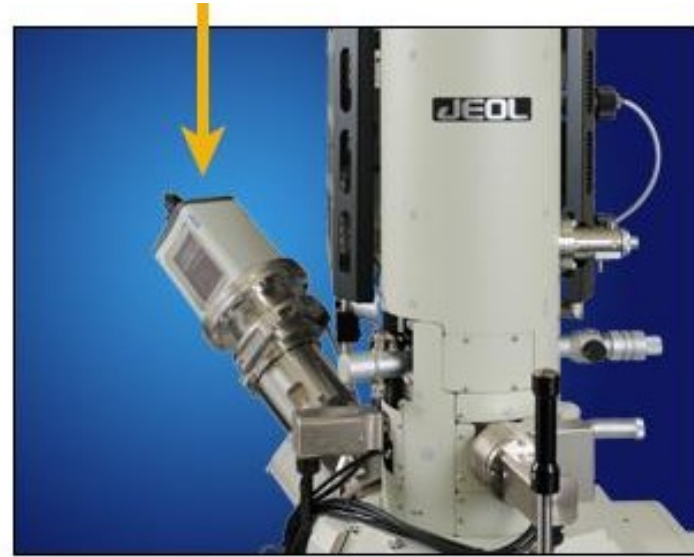
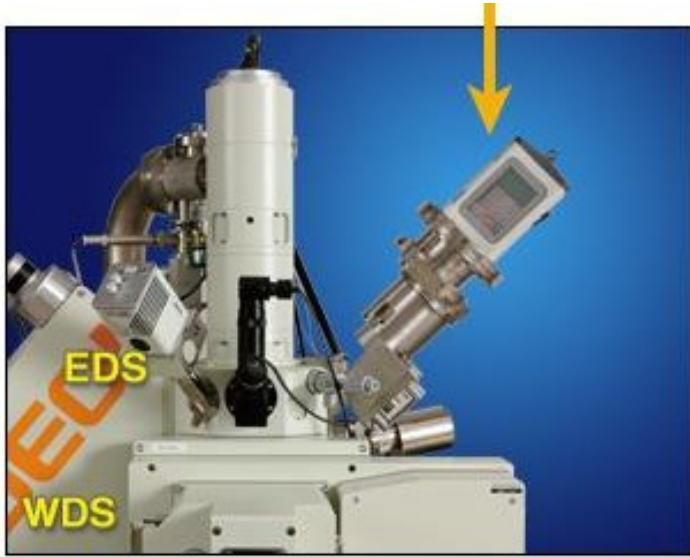
# Soft X-ray Spectrometer (SXES)



# Soft X-ray Spectrometer (SXES)



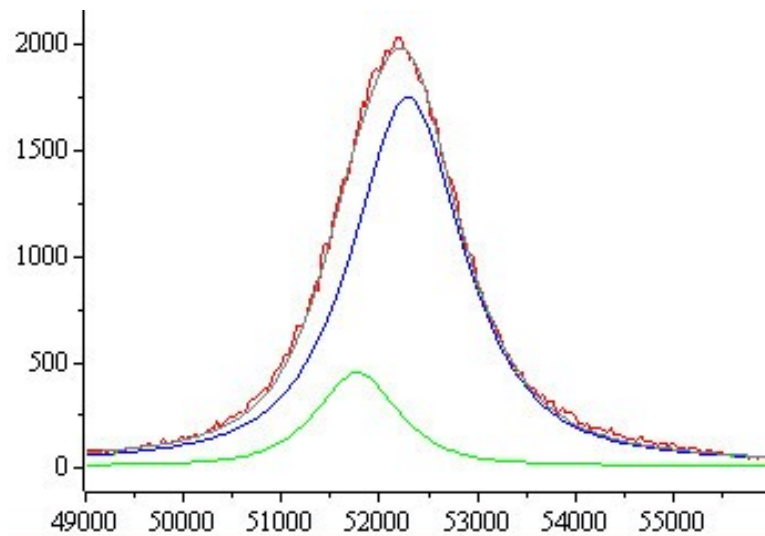
# Soft X-ray Spectrometer (SXES)



## 3 différentes approches pour tenter de résoudre l'overlap

Estimer le K ( $= I_{\text{échantillon}} / I_{\text{standard}}$ ) pour l'azote

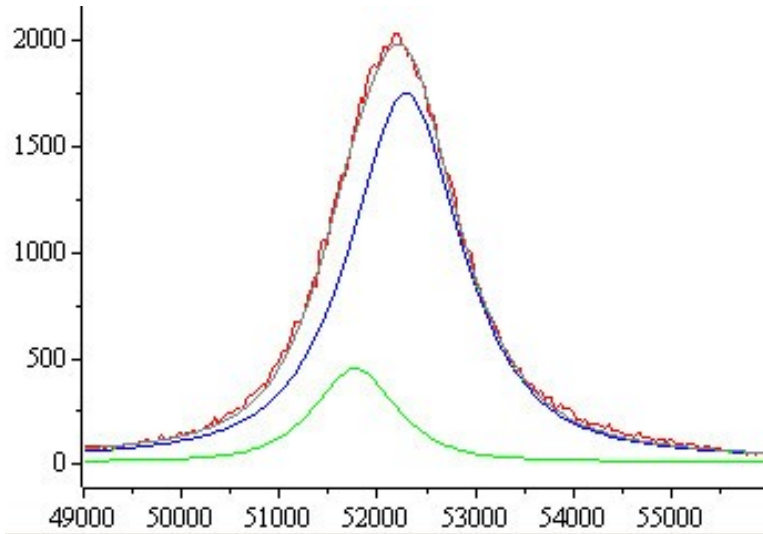
Fitting des raies N  $K\alpha$ /Ti L $\alpha$



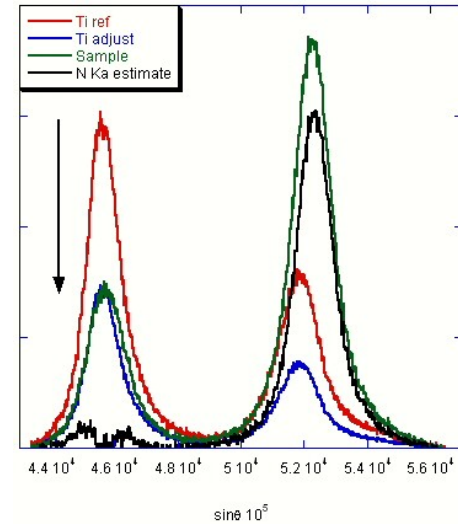
# 3 différentes approches pour tenter de résoudre l'overlap

Estimer le K ( $= I_{\text{échantillon}} / I_{\text{standard}}$ ) pour l'azote

Fitting des raies N K $\alpha$ /Ti LI



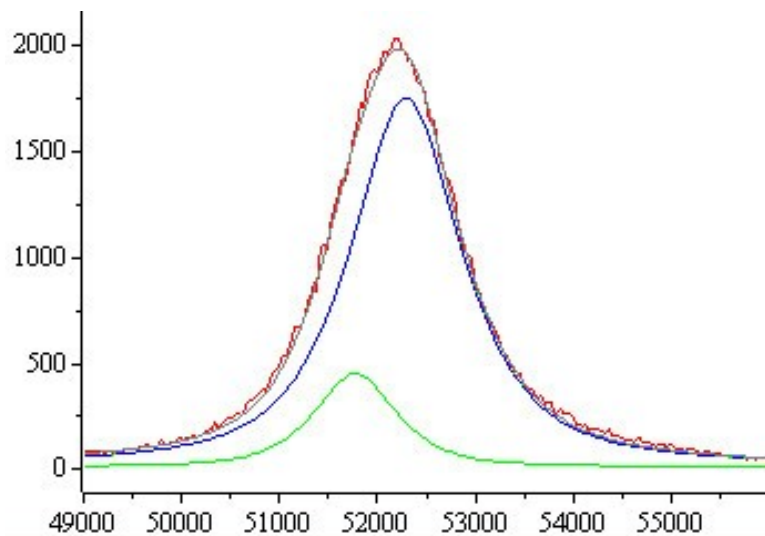
Soustraction du Ti au spectre global



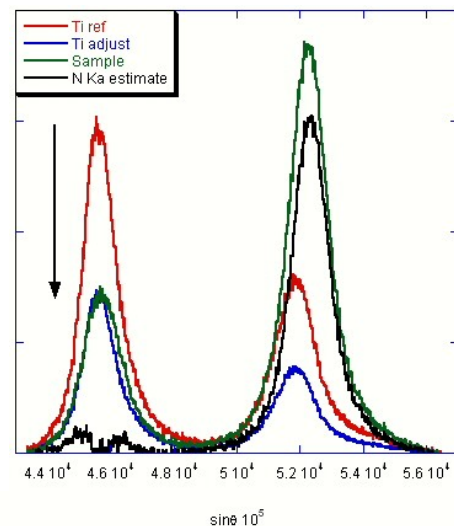
# 3 différentes approches pour tenter de résoudre l'overlap

Estimer le K ( $= I_{\text{échantillon}} / I_{\text{standard}}$ ) pour l'azote

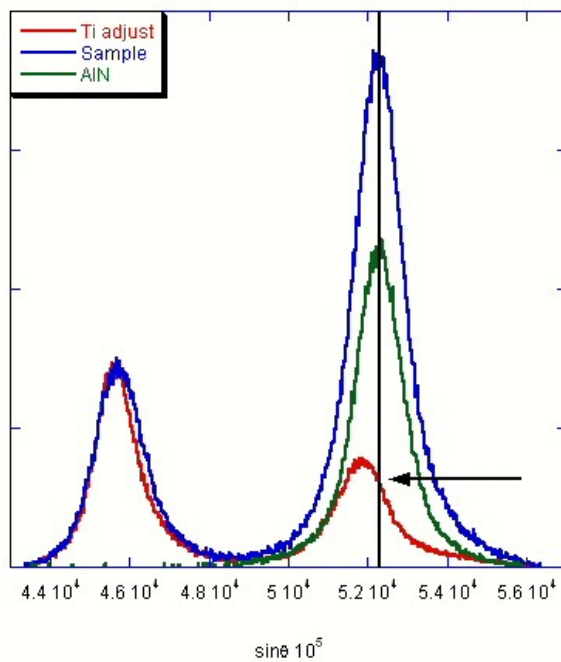
Fitting des raies N  $K\alpha$ /Ti LI



Soustraction du Ti au spectre global



Estimation de la contribution de la raie Ti LI à la position de la raie N  $K\alpha$



# Composition de couches protectrices sur acier inoxydable

Analyses réalisées à 10 kV pour un premier essai  
Soustraction empirique du fond continu - ajustement manuel de l'intensité Ti L $\alpha$

	reference sample from Good Fellow							CVD process						
	MThick( $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ )	Thick(nm)	W%(Ti)	W%(N)	SumW%	A%(Ti)	A%(N)	MThick( $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ )	Thick(nm)	W%(Ti)	W%(N)	SumW%	A%(Ti)	A%(N)
<b>Fitting</b>	197,00	377,42	78,95	17,74	96,69	56,52	43,48	162,98	312,23	82,25	22,20	104,46	52,00	48,00
	316,61	606,60	77,08	22,84	99,92	49,67	50,33	139,57	267,38	83,49	22,19	105,68	52,38	47,62
	321,31	615,60	77,85	23,15	100,99	49,58	50,42	163,05	312,37	81,46	22,73	104,19	51,17	48,83
	391,89	750,82	78,49	23,64	102,12	49,26	50,74	143,27	274,47	82,02	19,64	101,66	54,98	45,02
	452,50	866,95	79,18	23,58	102,76	49,55	50,45	151,94	291,08	82,62	20,51	103,13	54,08	45,92
		<b>Mean</b>		<b>78,31</b>	<b>22,19</b>	<b>100,50</b>	<b>50,92</b>	<b>49,08</b>		<b>Mean</b>	<b>82,37</b>	<b>21,46</b>	<b>103,82</b>	<b>52,92</b>
	<b>Std Dev</b>		<b>0,86</b>	<b>2,51</b>	<b>2,39</b>	<b>3,14</b>	<b>3,14</b>		<b>Std Dev</b>	<b>0,76</b>	<b>1,32</b>	<b>1,51</b>	<b>1,57</b>	<b>1,57</b>
<b>substraction</b>	311,32	596,46	77,79	23,38	101,16	49,32	50,68	163,31	312,86	82,24	22,46	104,70	51,72	48,28
	349,38	669,38	77,16	23,52	100,68	48,97	51,03	139,58	267,41	83,49	22,21	105,70	52,38	47,62
	342,70	656,58	77,90	23,58	101,48	49,14	50,87	163,27	312,78	81,45	22,90	104,35	50,98	49,02
	433,06	829,69	78,58	24,42	103,00	48,49	51,52	142,90	273,77	82,04	19,23	101,28	55,51	44,50
	476,76	913,33	79,55	25,89	105,44	47,33	52,67	151,73	290,68	82,63	20,30	102,93	54,34	45,66
		<b>Mean</b>		<b>78,20</b>	<b>24,16</b>	<b>102,35</b>	<b>48,65</b>	<b>51,35</b>		<b>Mean</b>	<b>82,37</b>	<b>21,42</b>	<b>103,79</b>	<b>52,99</b>
	<b>Std Dev</b>		<b>0,91</b>	<b>1,05</b>	<b>1,93</b>	<b>0,80</b>	<b>0,80</b>		<b>Std Dev</b>	<b>0,76</b>	<b>1,58</b>	<b>1,72</b>	<b>1,88</b>	<b>1,88</b>
<b>Estimation of contribution</b>	218,67	418,94	78,20	20,56	98,77	52,65	47,35	162,38	311,08	82,27	21,72	103,99	52,55	47,45
	231,99	444,47	77,15	20,62	97,77	52,25	47,75	138,97	266,23	83,54	21,51	105,06	53,17	46,83
	295,85	566,83	77,77	22,62	100,39	50,14	49,87	162,66	311,63	81,47	22,42	103,89	51,52	48,48
	347,58	665,92	78,38	22,76	101,14	50,17	49,83	142,66	273,30	82,06	18,95	101,01	55,88	44,12
	412,21	789,76	79,09	22,82	101,91	50,33	49,67	150,98	289,26	82,66	19,57	102,23	55,26	44,74
		<b>Mean</b>		<b>78,12</b>	<b>21,88</b>	<b>100,00</b>	<b>51,11</b>	<b>48,89</b>		<b>Mean</b>	<b>82,40</b>	<b>20,84</b>	<b>103,24</b>	<b>53,68</b>
	<b>Std Dev</b>		<b>0,72</b>	<b>1,18</b>	<b>1,70</b>	<b>1,24</b>	<b>1,24</b>		<b>Std Dev</b>	<b>0,77</b>	<b>1,49</b>	<b>1,60</b>	<b>1,84</b>	<b>1,84</b>

Les résultats sont encourageants par les 3 méthodes

# Épaisseur de couches protectrices sur acier inoxydable

	reference	sample from Good Fellow						CVD process						
	MThick( $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ )	Thick(nm)	W%(Ti)	W%(N)	SumW%	A%(Ti)	A%(N)	MThick( $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ )	Thick(nm)	W%(Ti)	W%(N)	SumW%	A%(Ti)	A%(N)
Fitting	197,00	377,42	78,95	17,74	96,69	56,52	43,48	162,98	312,23	82,25	22,20	104,46	52,00	48,00
	316,61	606,60	77,08	22,84	99,92	49,67	50,33	139,57	267,38	83,49	22,19	105,68	52,38	47,62
	321,31	615,60	77,85	23,15	100,99	49,58	50,42	163,05	312,37	81,46	22,73	104,19	51,17	48,83
	391,89	750,82	78,49	23,64	102,12	49,26	50,74	143,27	274,47	82,02	19,64	101,66	54,98	45,02
	452,50	866,95	79,18	23,58	102,76	49,55	50,45	151,94	291,08	82,62	20,51	103,13	54,08	45,92
	Mean		78,31	22,19	100,50	50,92	49,08	Mean		82,37	21,46	103,82	52,92	47,08
Std Dev		0,86	2,51	2,39	3,14	3,14	Std Dev		0,76	1,32	1,51	1,57	1,57	
substraction	311,32	596,46	77,79	23,38	101,16	49,32	50,68	163,31	312,86	82,24	22,46	104,70	51,72	48,28
	349,38	669,38	77,16	23,52	100,68	48,97	51,03	139,58	267,41	83,49	22,21	105,70	52,38	47,62
	342,70	656,58	77,90	23,58	101,48	49,14	50,87	163,27	312,78	81,45	22,90	104,35	50,98	49,02
	433,06	829,69	78,58	24,42	103,00	48,49	51,52	142,90	273,77	82,04	19,23	101,28	55,51	44,50
	476,76	913,33	79,55	25,89	105,44	47,33	52,67	151,73	290,68	82,63	20,30	102,93	54,34	45,66
	Mean		78,20	24,16	102,35	48,65	51,35	Mean		82,37	21,42	103,79	52,99	47,01
Std Dev		0,91	1,05	1,93	0,80	0,80	Std Dev		0,76	1,58	1,72	1,88	1,88	
Estimation of contribution	218,67	418,94	78,20	20,56	98,77	52,65	47,35	162,38	311,08	82,27	21,72	103,99	52,55	47,45
	231,99	444,47	77,15	20,62	97,77	52,25	47,75	138,97	266,23	83,54	21,51	105,06	53,17	46,83
	295,85	566,83	77,77	22,62	100,39	50,14	49,87	162,66	311,63	81,47	22,42	103,89	51,52	48,48
	347,58	665,92	78,38	22,76	101,14	50,17	49,83	142,66	273,30	82,06	18,95	101,01	55,88	44,12
	412,21	789,76	79,09	22,82	101,91	50,33	49,67	150,98	289,26	82,66	19,57	102,23	55,26	44,74
	Mean		78,12	21,88	100,00	51,11	48,89	Mean		82,40	20,84	103,24	53,68	46,32
Std Dev		0,72	1,18	1,70	1,24	1,24	Std Dev		0,77	1,49	1,60	1,84	1,84	

Le ratio Ti/N peut être estimé mais ces méthodes doivent être approfondies :

- amélioration de l'ajustement de la raie Ti  $L\alpha$  et de la soustraction du fond continu
- automatisation du calcul de  $K (I_{\text{échantillon}}/I_{\text{standard}})$

La microsonde est une technique d'analyse puissante dans le cas des couches minces

- simple, assez rapide et non destructive
- détermination simultanée de la composition et de l'épaisseur
- estimation possible des contaminations

Mais nécessite ...

- des échantillons denses et homogènes
- la densité du matériau doit être connue pour estimer l'épaisseur
- selon les éléments et l'épaisseur de la couche, l'analyse est impossible

Merci à :

CMTC – Grenoble INP pour le MEB/XRR/GI-XRD et l'accès à la microsonde  
La plateforme "Nanobio Campus" pour l'accès à l'ellipsomètre

MERCI ★ POUR VOTRE ATTENTION ★ !

