



GROUPEMENT NATIONAL DE
MICROSCOPIE ELECTRONIQUE A BALAYAGE
ET DE MICROANALYSES


En convention de coopération avec la Société Française de Physique



Journées Pédagogiques du GNMEBA 02/03 Décembre 2019

Analyse d'échantillons stratifiés Logiciel SAMx STRATAGEM

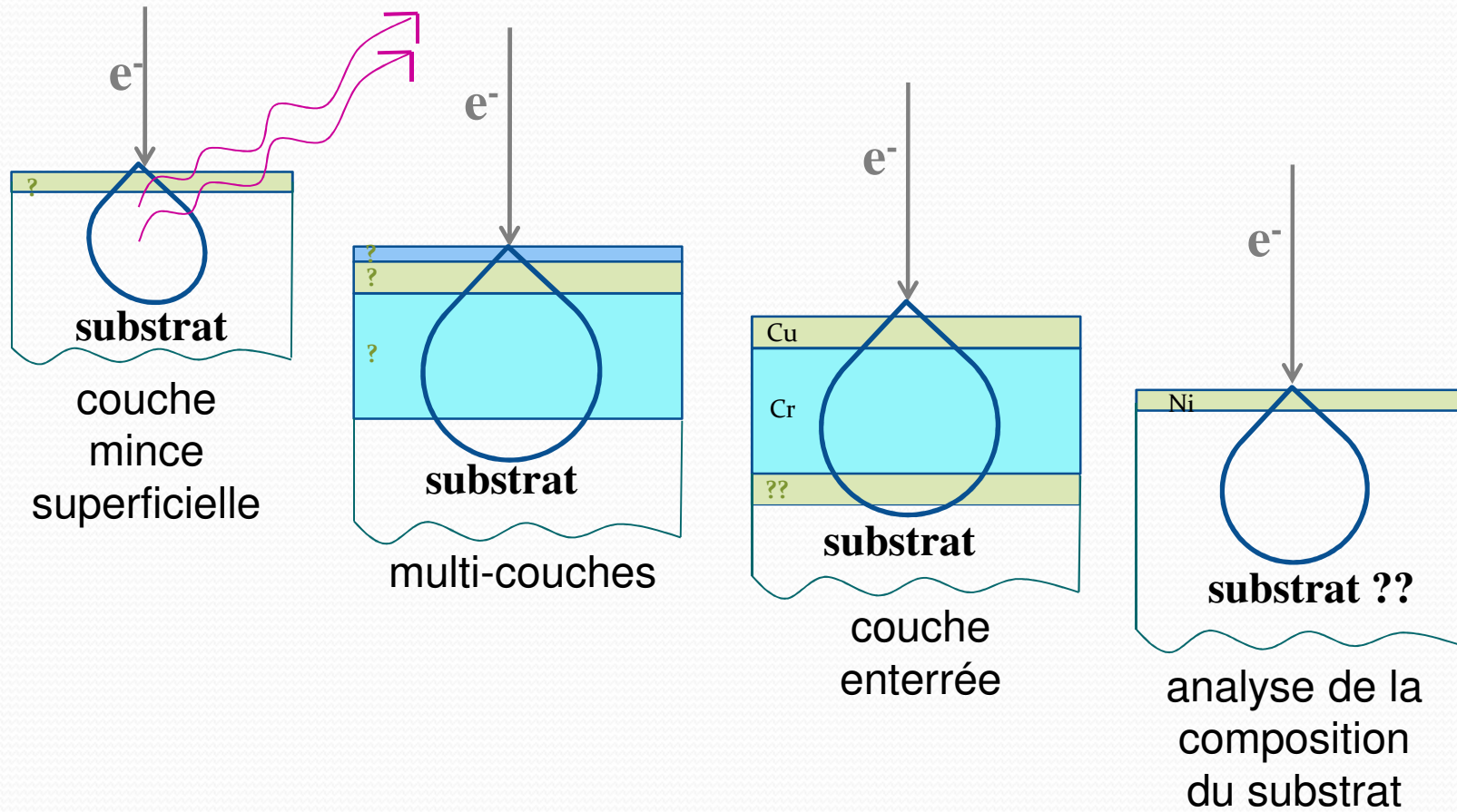


- 
- ◆ **1990** : Création de la société SAMx par JF THIOT
 - ◆ **1991** : Commercialisation du logiciel **STRATAGem**
 - ◆ **1993 à 2015** : Développement de plusieurs logiciels
 - Xmas** : logiciel d'automatisation des microsondes
 - IDFix** : logiciel d'analyse EDS
 - 3DTOPx** : reconstruction 3D d'images MEB
 - Hurricane** : logiciel de Monte-Carlo
 - SDD** Intégration
 - Escalus** : Analyse de particules
 - ◆ **2009** : Création **SAMxPlus** qui va commercialiser les produits **SAMx**
 - ◆ **2016** : Acquisition des logiciels **SAMx** par **SAMxPlus**

Analyse d'échantillons stratifiés : HISTORIQUE

- ◆ 1950 : Travaux de R. Castaing → milieu 1980 : méthodes d'analyse X quantitatives appliquées aux échantillons de compositions homogènes
- ◆ 1960 : J.Philibert tente d'appliquer son modèle à la détermination de l'épaisseur d'une couche mince Cu / Ni
- ◆ 1980 : Commercialisation d'outils d'analyse X évolués, définis initialement pour échantillons homogènes,
→ extension aux échantillons stratifiés
- ◆ 1990 : Méthode d'analyse des échantillons stratifiés développée au début des années 1990
→ mise au point d'un algorithme (J.L.Pouchou)
→ intégration dans STRATAGEM™ (ONERA - SAMx)

Analyse d'échantillons stratifiés non homogènes en composition dans la direction Z



STRATAGem :

- **Principes :**

La profondeur de pénétration des électrons incidents, et par la-même la profondeur d'émission du rayonnement X, varie avec la tension d'accélération de ces électrons incidents.

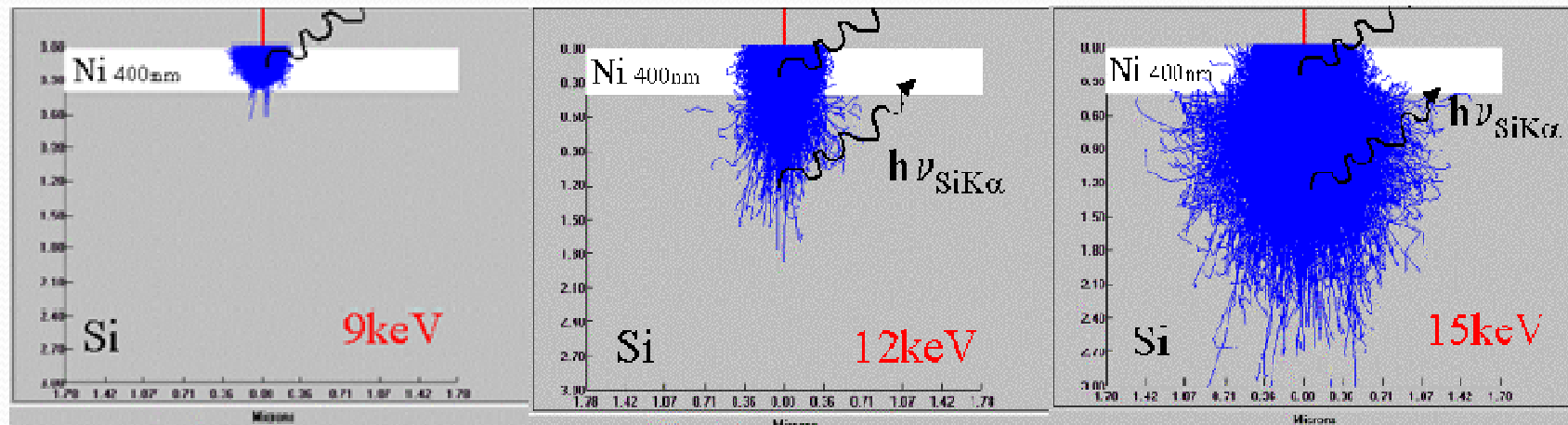
Le principe de la méthode est de faire varier la profondeur d'analyse de l'échantillon stratifié en utilisant plusieurs tensions d'accélération.

Pour chaque tension, seront mesurées sur des témoins de composition connue et sur l'échantillon stratifié, les intensités des raies caractéristiques :

- des éléments présents dans la / les couches
- des éléments constituant le substrat

On détermine ainsi les intensités relatives k_i (ou concentrations apparentes) pour ces différents rayonnements caractéristiques, et ceci pour chaque tension d'accélération.

Film Ni (épaisseur 400 nm.) / substrat Si



Comme le montre la figure ci-dessous, la profondeur de pénétration des électrons incidents, et par là-même la profondeur d'émission du rayonnement X, varie avec la tension d'accélération des électrons incidents.



- **Conditions d'analyse**

Dans le cas des échantillons stratifiés, il faut pouvoir séparer la contribution de l'épaisseur et de la composition de la couche ; cette séparation est possible car la fonction $\Phi(\rho.z)$ varie avec la tension d'accélération des électrons.

En toute rigueur la détermination de l'épaisseur massique et de la composition de la couche nécessite deux mesures à des tensions d'accélération différentes.

Pour des échantillons stratifiés de structure simple (la composition du substrat étant connue), l'analyse à une seule tension d'accélération est suffisante pour déterminer simultanément l'épaisseur massique et la composition de la couche, à condition que :

- tous les éléments de la couche soient analysés (sauf O qui peut être déterminé par stœchiométrie)
- la tension d'accélération soit suffisamment élevée pour que la profondeur ultime d'ionisation soit supérieure à l'épaisseur de la couche
- le rayonnement engendré doit émerger sans être trop absorbé par la couche



En pratique, il est fréquent :

- d'analyser au moins un élément du substrat (supposé connu), ce qui contribue à la détermination de l'épaisseur massique de la couche

- d'effectuer l'analyse à différentes tensions d'accélération, afin de vérifier que la description de la structure, introduite dans le programme de calcul, est correcte (couche unique ou formation d'un film d'oxyde à l'interface couche-substrat ?, composition de la couche homogène sur toute l'épaisseur ?..)

Si deux éléments sont communs à plusieurs strates, il est nécessaire d'effectuer des mesures à différentes tensions.

Dépôt de YMnO sur substrat de Si

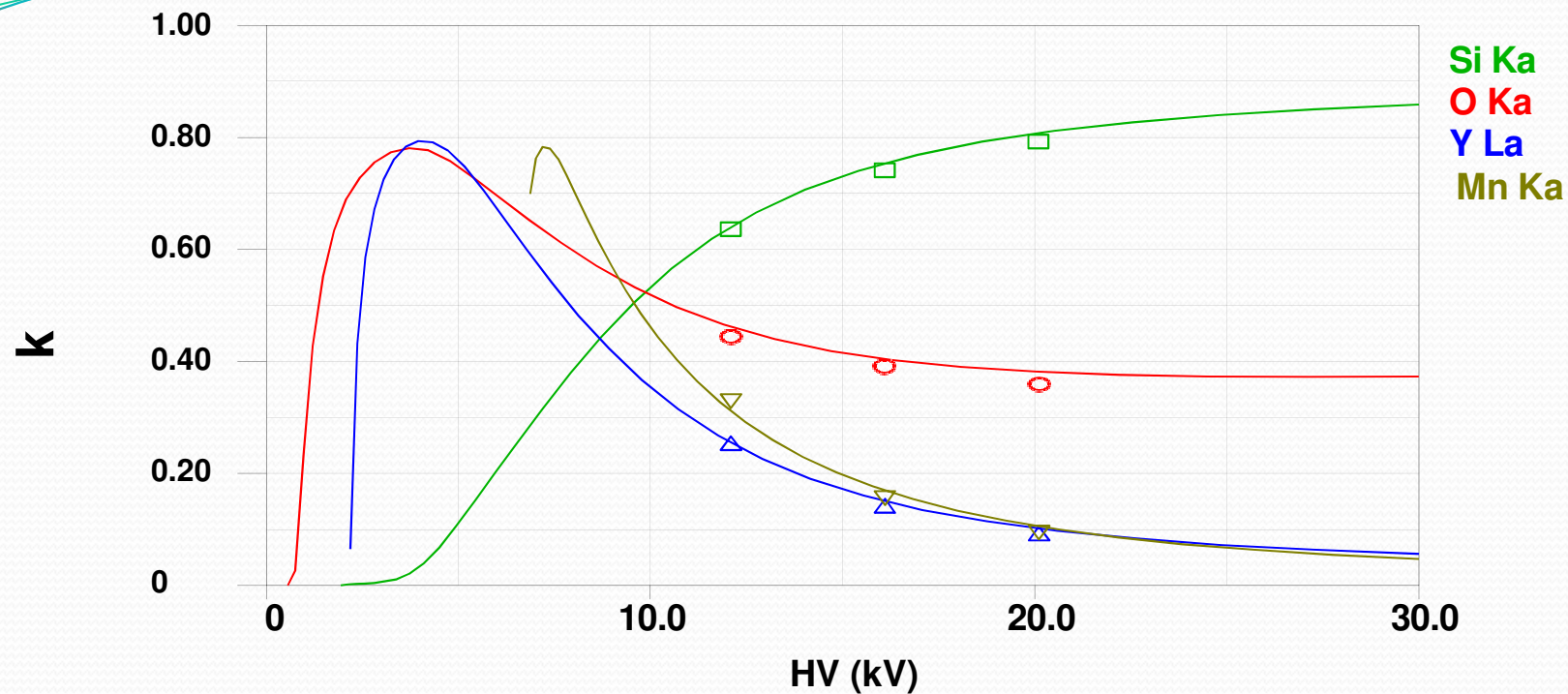
Description de l'Echantillon							
Couche	Elément	Conc	# atomes	Ep. massique ($\mu\text{g}/\text{cm}^2$)	Epaisseur (nm)	Densité	
1	C	k 1.0000	1.0000	k 2.27	10.00	2.27	
2	Y	u 0.4213	0.1802	u 61.2	61.26	10.0	
	Mn	u 0.3300	0.2285				
	O	u 0.2487	0.5913				
Substrat	Si	k 1.0000	1.0000				

L'utilisateur déclare dans le logiciel STRATAGem la structure de son échantillon stratifié :

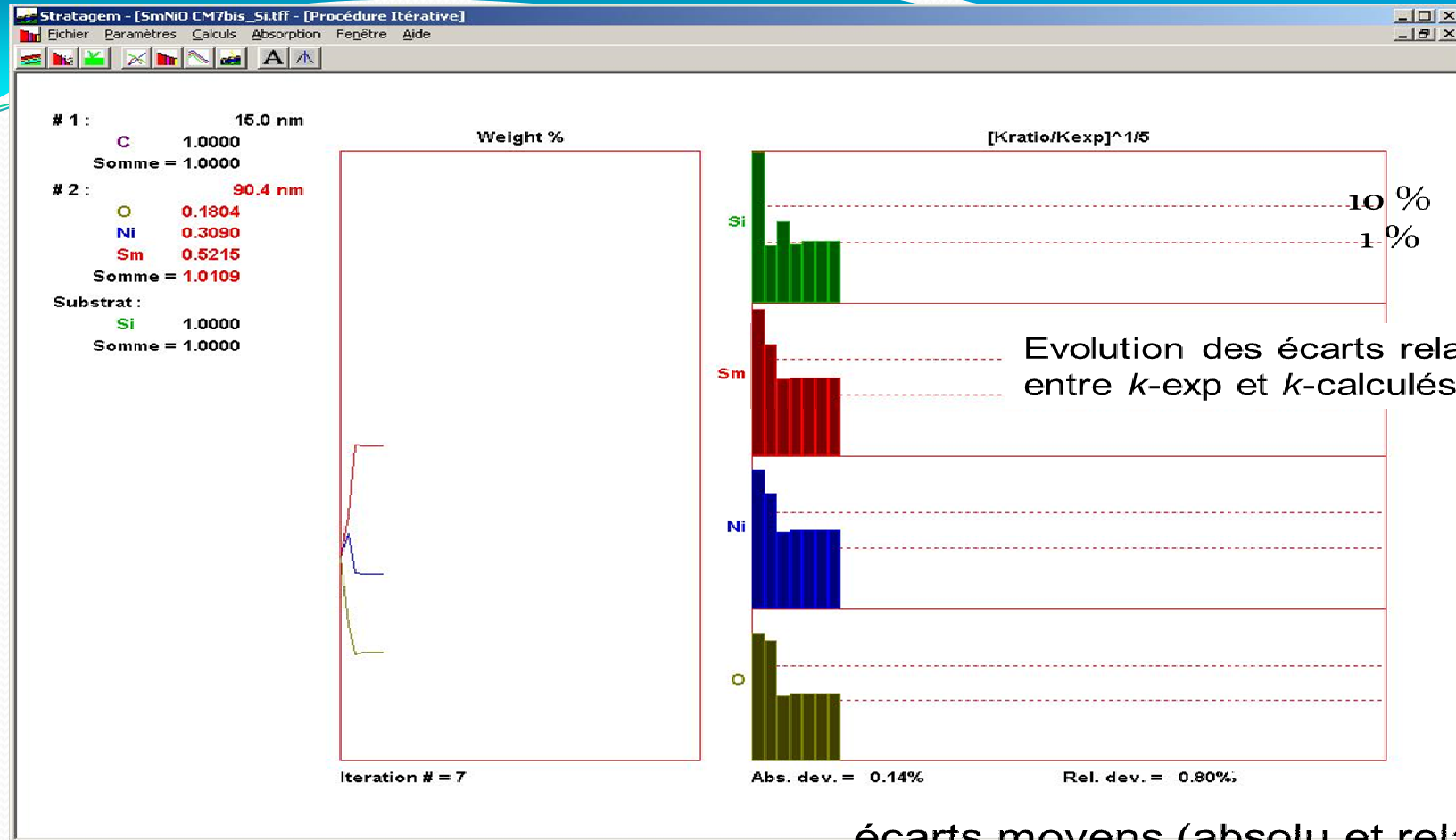
- La composition du substrat
- Les différents éléments présents dans la ou les couches
- Un même élément pouvant être présent dans différentes couches.
- Une valeur approximative ou pas des épaisseurs de couches

Données Expérimentales									
anal.	Elément	Raie	Standard	HVstd	HVx	Ix/Istd	Kratio	Itér	Affi
	<input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/>					
<input checked="" type="checkbox"/>	Si	Ka	Si	12.09	12.09	0.6357	0.6357	<input checked="" type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>
				16.10	16.10	0.7410	0.7410	<input checked="" type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>
				20.10	20.10	0.7920	0.7920	<input checked="" type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>
<input checked="" type="checkbox"/>	O	Ka	MnTiO3C	12.09	12.09	0.4435	0.0516	<input checked="" type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>
				16.10	16.10	0.3900	0.0321	<input checked="" type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>
				20.11	20.11	0.3750	0.0238	<input checked="" type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>
<input checked="" type="checkbox"/>	Y	La	ypo4	12.09	12.09	0.2540	0.1060	<input checked="" type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>
				16.10	16.10	0.1425	0.0607	<input checked="" type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>
				20.11	20.11	0.0930	0.0402	<input checked="" type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>
<input type="checkbox"/>	C	Ka		0.00	0.00	0.0000	0.0000	<input checked="" type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>
<input checked="" type="checkbox"/>	Mn	Ka	MnTiO3C	12.09	12.09	0.3288	0.1104	<input checked="" type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>
				16.10	16.10	0.1559	0.0527	<input checked="" type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>
				20.11	20.11	0.0942	0.0316	<input checked="" type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>

Si aucun fichier n'est précisé dans la colonne *Standard* de la fenêtre *Données expérimentales*, cela entraîne le calcul des k-ratios pour l'utilisation d'éléments purs comme témoins (dans ce cas, k-ratio=K) ; dans le cas contraire, il faut déclarer la composition du/des témoins composés et/ou stratifiés (cas de MnTiO3C).



Contrôle de l'accord entre les valeurs expérimentales et calculées des facteurs $K (I_x/I_{std})$ à l'aide des courbes $I_x/I_{std}=f(HV)$



écarts moyens (absolu et relatif)
entre k -exp et k -calculés

Après importation des K-ratios mesurés, et par une procédure itérative, le logiciel STRATAGem détermine les compositions et les épaisseurs massiques de la couche, de manière à les faire coïncider avec les valeurs expérimentales

Outil de simulation – Détermination des tensions d'analyse

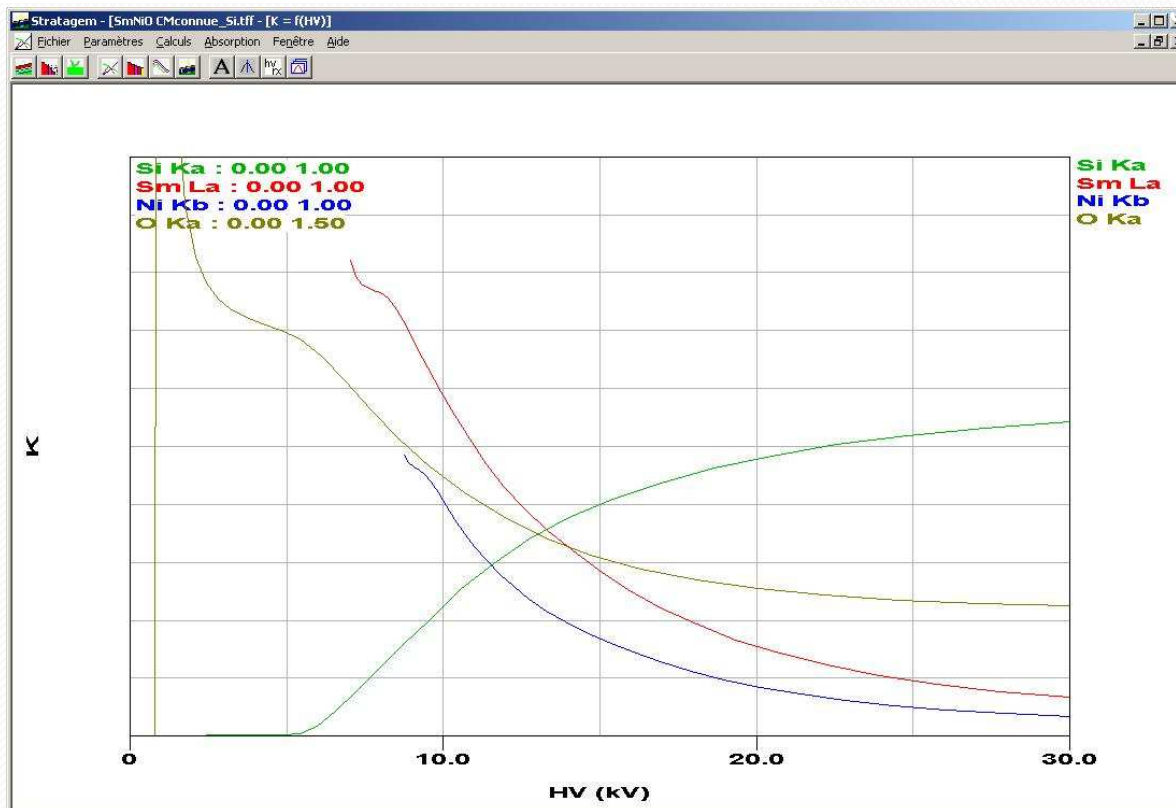
Stratagem - [SmNiO CMconnue_Si.tff]

Fichier Paramètres Calculs Absorption Fenêtre Aide

Description de l'Echantillon

Couche	Elément	Conc	# atomes	Ep. massique (µg/cm²)	Epaisseur (nm)	Densité
1	C	k 1.0000	1.0000	k 3.40	15.00	2.27
2	O	k 0.2050	12.0000	k 100.	100.0	10.0
	Ni	k 0.3134	5.0000			
	Sm	k 0.4816	3.0000			
Substrat	Si	k 1.0000	1.0000			

← Pour une structure donnée



Visualisation des intensités relatives $K = I_x / I_{std}$ en fonction de la tension d'accélération



Analyse d'échantillons stratifiés : Conclusion

Précision sur la détermination d'épaisseur de couche superficielle ~ 5 %
Précision de la composition de couches minces ~ celle de l'analyse
d'échantillons homogènes

SAMxPlus 2, rue Eugène Pottier – 78190 – Trappes en Yvelines
Téléphone +33(0)176783694 – Mobile +33(0)670482555 – Télécopie
+33(0)130506096 - Courriel : ml@samx.com
Website : www.samx.com