

Atelier « Optimist »

Présentation de l'appareillage Leybold LH12 du
service commun d'analyse des surfaces de l'Institut
des Matériaux de Nantes Jean Rouxel (IMN)

Réalisée par Vincent Fernandez
Institut des Matériaux de Nantes 2 rue de la Houssinière
44322 Nantes cedex 3

Nantes les 6 et 7 décembre 2006

Plan

- I. Introduction à X-ray Photoelectron Spectroscopy XPS
- II. Introduction à Auger Electron Spectroscopie AES
- III. Introduction à l'Ultra violet Photoélectrons Spectroscopie UPS
- IV. Présentation des possibilités de mesure
- V. Organisation du service d'analyse des surfaces

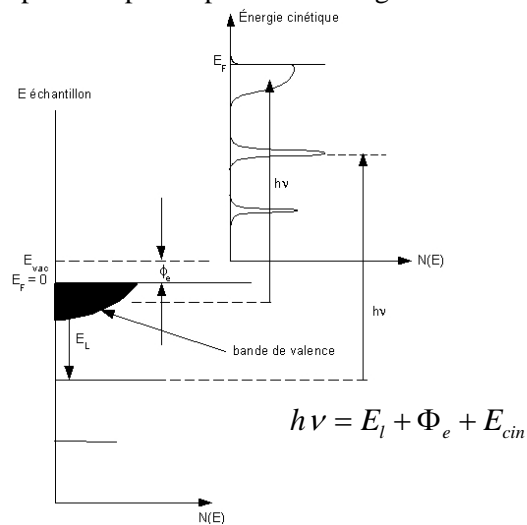
I. Introduction XPS

L'XPS en quelques mots:

- Technique d'analyse de surface (0 à 100Å)
- Identification des éléments présents $h\nu = E_c + E_l$ (sauf H et He pour les solides)
- Seuil de détection atomique: environ 2 pour 1000
- Pour tout les matériaux
- Surface minimum d'analyse en mode spectre 15 microns x 15 microns pour l'appareillage Kratos Axis Ultra
- Détermination qualitative et quantitative des concentrations entre des différents éléments
- Information sur les groupements chimiques (déplacement chimique)
- Calcul des concentrations entre les groupements chimiques
- Bandes de valences

Principe de l'XPS d'un point de vue énergétique

Relation entre les niveaux d'énergie dans un solide et la distribution en énergie des électrons produits par de photons d'énergie $h\nu$

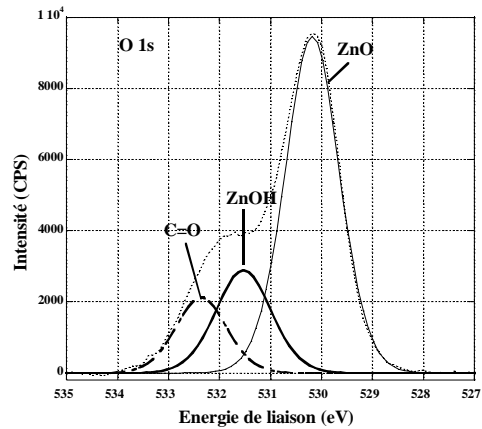


Exemple d'analyse d'un échantillon

Exemple de décomposition du processus XPS du niveau 1s pour un échantillon de Zn sur polymère

Références	O 1s in ZnO	O1s in ZnOH
G.B Holflund	531,4	533
E.A. Dalchiele	531,15	533
m. Futsuhara	530,1	532
Liqiang Jing	530,1	531,8
Gunnar schön	530,6	

	Atomic concentration (at.%)
Zn 2p3/2 ZnO	21,7
O 1s OH-Zn	8,0
O 1s ZnO	23,2
O 1s CO	4,4
C 1s CC/CH	39,4
C 1s CO	3,4



Exemple : des couches minces de CN obtenue par dépôt plasmas

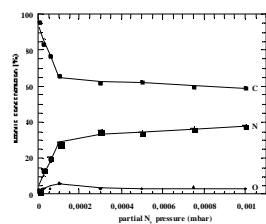
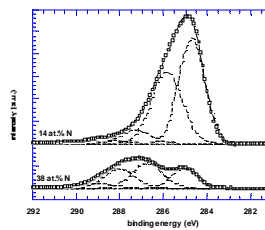


Fig. 3. Atomic concentration in films as a function of the partial N_2 pressure



C 1s spectra for films with 14 at.% and 38 at.% N concentration. The experimental data are represented by circles. The solid lines are results of the decomposition into gaussian components in dotted lines.

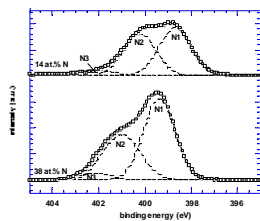


Fig. 5. N 1s spectra for films with 14 at.% and 38 at.% N concentration. The experimental data are represented by circles. The solid lines are results of the decomposition into gaussian components in dotted lines.

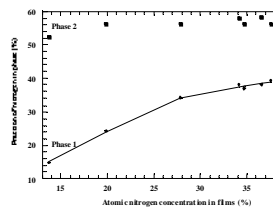


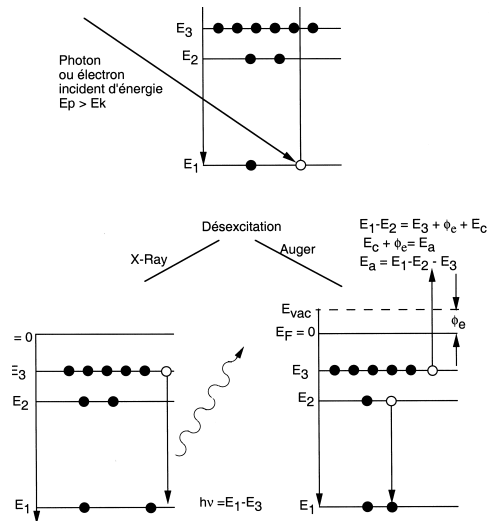
Fig. 8. Atomic fraction of nitrogen in phase 1 and phase 2 versus total atomic nitrogen concentration in films

Introduction à l'Auger

L'Auger en quelques mots:

- Technique d'analyse de surface (0 à 100Å)
- Identification des éléments présents (sauf H et He)
- Calcul des pourcentages entre les différents éléments si possibilité de passer des échantillons de références
- Bonne résolution spatiale 10 nanomètres

Principe de l'Auger d'un point de vue énergétique

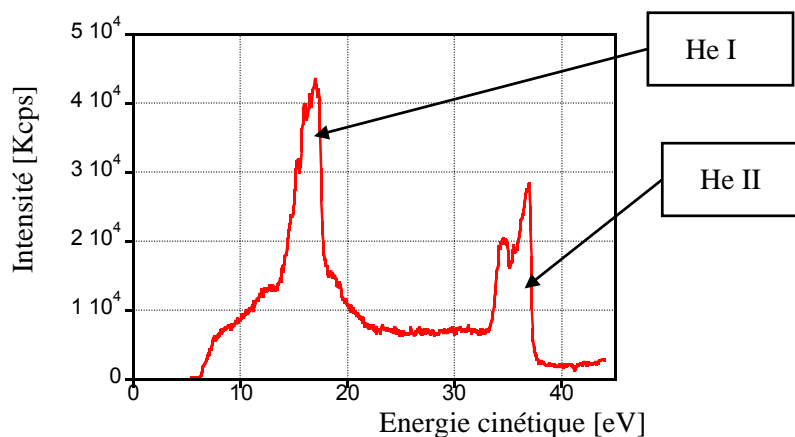


Introduction à l'Ultra violet Photoélectrons Spectroscopie

- Abréviation: UPS
- C'est une technique d'analyse de surface.
- On envoie des photons ultra violet et on mesure la distribution en énergie des électrons émis.
- La source de photons est soit une décharge lumineuse dans un gaz (lampe UV), soit un synchrotron.
- La gamme en énergie des photons est entre 10 eV et 50 eV lampe UV (10 eV 100eV synchrotron).
- **Dans la majorité des cas il est nécessaire de nettoyer la surface in-situ ou de réaliser l'échantillon in-situ et c'est le cas avec le projet « optimist »**
- Elle permet de mesurer les états occupés de la bande de valence dont parfois les hybridations.
- Le changement d'énergie des photons peut permettre de déterminer le type de bande.
- Elle permet de mesurer le travail de sortie des échantillons.
- Pour les mono-cristaux elle permet de mesurer les structures de bande dans les solides.

He I et He II

Condition expérimentale: Echantillon Au Mode d'analyse: RR=4, P=1.9 10⁻⁷ dans la chambre de préparation

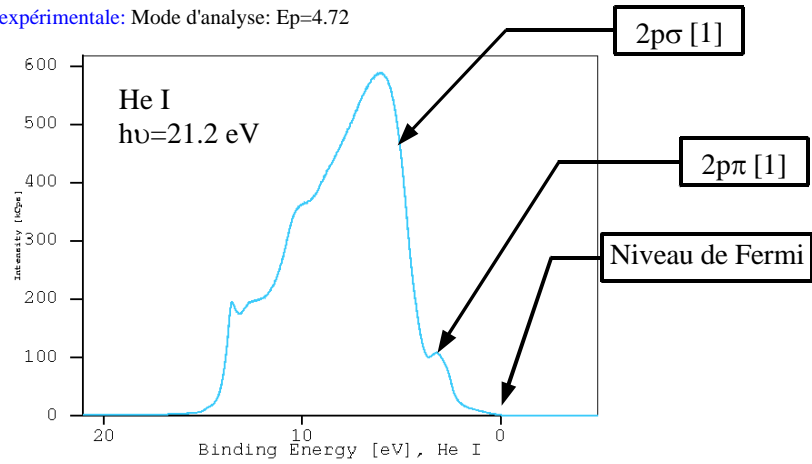


Remarques:

Dans l'état actuel de l'appareillage l'intensité mesurée l'Hélium II représente 66% de HeI en mode RR=4

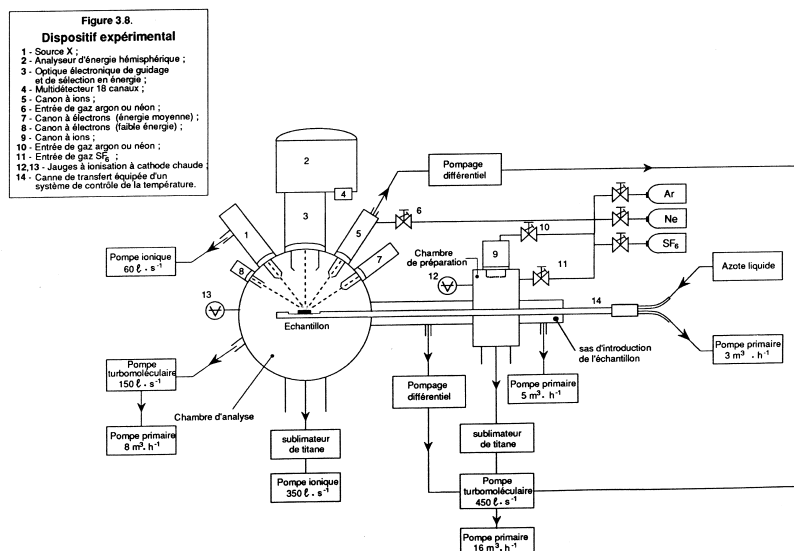
Spectre d'un échantillon de graphite poly-cristalin

Condition expérimentale: Mode d'analyse: $E_p=4.72$



P. Chen, X. Wu, J. Lin, H.Li, K.L. Tan carbon 38 (2000) 139-143

Aspect expérimental LSH 11 MCD



Les possibilités de l'appareillage LHS12 pour la partie réacteur « Optimist »

Les techniques actuellement fonctionnelles:

- XPS avec source Mg et Al
Taux de comptage de 400 000 électrons détectés par seconde (cps) avec la source Mg avec une résolution de 0,9 eV sur l'argent 3d5/2 à pleine puissance.
- XPS avec la source Al Monochromatique
Taux de comptage de 70 000 électrons détectés par seconde (cps) avec la source Al mono avec une résolution de 0,6 eV sur l'argent 3d5/2 à pleine puissance.
- l'analyse XPS angulaire ARXPS (les tests restent à faire).

Les possibilités de l'appareillage LHS12 pour la partie réacteur « Optimist »

Les techniques actuellement fonctionnelles:

- Etudes XPS et UPS en fonction de la température
Les possibilités sont entre -180°C et + 1200°C
Nous avons fait des expérimentation -160°C et +1050°C.
- UPS en Hélium I et en Hélium II
Taux de comptage He I, $2 \cdot 10^6$ électrons par seconde en mode B/4 résolution du niveau de Fermi à 300K 145 meV
- Erosion ionique dans l'enceinte d'analyse (partiellement opérationnel)
- Auger
Il faut l'optimiser

Les possibilités de l'appareillage LHS12 pour la partie réacteur « Optimist »

Les techniques installées mais non opérationnel:

- La mesure de travaux de sortie Wf par UPS
Il faut trouver les conditions de mesure et pratiquer
- Erosion ionique dans l'enceinte d'analyse (partiellement)
- Ion Scattering Spectroscopy (ISS). Nous n'avons pas d'expertise dans ce domaine
- Envoyez moi vos demandes.

Organisation

Compléments

Transmissions permises	Non à la mesure des électrons lents
Analyseur	
Effet de charge	
Autres techniques	
Mise en place d'un échantillon	



Effectifs : 156 personnes

INSTITUT DES MATERIAUX JEAN ROUXEL

Directeur : **Serge LEFRANT**
Directeur-adjoint : **Guy OUVRARD**
Assistante : **Marie-Pierre GUILBAUD (IE)**

CHIMIE DES SOLIDES

Responsable : **Guy Ouvrard**
Assistante : **Andrée HULBERT (AI)**

PHYSIQUE MATERIAUX ET NANOSTRUCTURES

Responsable : **Olivier Chauvet**
Assistante : **Annie SIMON (TCE)**

PLASMAS ET COUCHES MINCES

Responsable : **Agnès Granier**
Assistante : **Thérèse HIZEMBERT(AJT)**

14 Chercheurs CNRS
17 Enseignants-Chercheurs (dont 1 éméritat)
20 Doctorants
7 Post Doc., Visiteurs, Autres

3 Chercheurs CNRS
13 Enseignants-Chercheurs
16 Doctorants
2 Post Doc., Visiteurs, Autres

3 Chercheurs CNRS
9 Enseignants-Chercheurs
10 Doctorants
4 Post Doc., Visiteurs, Autres

Département Chimie

Département Mathématiques,
Physique, Planète et Univers

Département Sciences et Technologie de
l'Information et de l'Ingénierie

PLATEAU TECHNIQUE ET ADMINISTRATIF : 23 ITA CNRS - 13 IATOSS UNIVERSITE - 2 CDD

Service Administratif et Gestion : R. Baschera (AJT), M. Drouin (T), M.P. Guilbaud (IE), M. Heukem (T), T. Hizembert (AJT), A. Hulbert (AI), G. Nicolas (T), P. Rasotto (T), C. Rochas (AGT), A. Simon (T)
Service Informatique et Réseaux : S. Guerin (T), D. Guillot (IR), Y. Mauboussin (IE), J.C. Ricquier (IE)
Service Technique Infrastructure : I. Bardin (AJT), A. Deudon (CDD AJT), J.Y. Guilbaud (IE - ACMO), G. Lethuillier (CDD AJT)
Service Technique Laboratoire : J.F. Berthelot (T), A. Bleteau (IE), M. Breteau (T), J. Guillet (T), F. Petitgas (AJT), M. Suchaud (IR)
Service Détermination Structurale/Microcaractérisation : E. Gautron (IE), J. Hamon (AI) - 50 %, C. Marhic (IE), A.M. Marie (IR), P.E. Petit (IR)
Service Spectroscopie : V. Fernandez (IR), J. Hamon (AI) - 50 %, J.Y. Mevellec (IR), G. Ollivier (T), M. Paris (IR), F. Lari (T) - 20 %, F. Geschier (temps partagé avec T.P.)
Service Elaboration, Analyses, Synthèses Polymères : C. Guillot-Deudon (IR), S. Grolleau (T), J. Martial (CDD AI), P. Soudan (IE), F. Lari (T) - 80 %, A. Chabat (AI)
Service Cryogénie : A. Chabat (AI)

Le service d'analyse des surfaces

- Responsable: Vincent Fernandez (I.R.)
vincent.fernandez@cnrs-immn.fr
tél: 02 40 37 39 69
Pièce: EO9
- Jonathan Hamon (A. I.) est la personne à contacter pour la réservation et pour résoudre les problèmes en salle de manipe
Jonathan.Hamon@cnrs-immn.fr
tél: 02 40 37 39 51
Pièce: RCE84
- Yannick Mauboussin (I. E.) est la personne à contacter pour les questions de transfert de fichiers et les problèmes informatiques.
yannick.mauboussin@cnrs-immn.fr
tél: 02 40 37 39 06
Pièce: RJE45
- La salle XPS Leybold
tél: 02 40 37 39 57
Pièce: RC04

La formation à l'analyse de surface

- La formation n'est pas obligatoire pour les utilisateurs de la plate forme optimiste, mais elle est fortement souhaité.
- La formation est une condition nécessaire pour la réservation de l'appareillage Leybold.
- Chaque journée d'analyse de surface est sous la responsabilité d'un personne accrédité.
- La formation dure 15 heures (6 heures théories, 9 heures expérimentales)
- La prochaine formation commence par la partie théorique le mardi 30\01\07

I Organisation 3

L'inscription

- Pour les étudiants en thèse
Ecole Doctorale S T I M Sciences et Technologies de l'Information et des Matériaux
Secrétariat Stéphanie LEGEAY
Stephanie.Legeay@univ-nantes.fr
Ecole Doctorale STIM - Bâtiment ISITEM
Bureau E002 - Rez de chaussé
Polytech'Nantes
Rue Christian Pauc - BP 50609
44306 NANTES Cedex 03 - France
Tél. 02.40.68.32.94
Cette formation valide un module scientifique valable aussi dans les autres Ecoles Doctorales
Inscription ouverte
<http://edstim.univ-nantes.fr/ed-modscientif-spec.htm>
- Pour les permanents, les post-doc.....
Me contacter

I Organisation 4

La prochaine formation à IMN

- Cours théorique le 30/01/2007 de 9h00 à 12H15 et de 14H à 17H15 (6 heures)
Groupes expérimentales
- Groupe1
Jeudi 1 février 2007 9H15 12H15 à 14H00 17H00
Vendredi 2 février 2007 9H15 12H15
- Groupe 2
Lundi 5 février 2007 9H15 12H15 à 14H00 17H00
Mardi 6 février 2007 9H15 12H15
- Si nécessaire groupe 3
Mardi 27 février 2007 9H15 12H15 à 14H00 17H00
Mercredi 28 février 2007 9H15 12H15
- Si nécessaire groupe 4 lieu IMN
Lundi 5 Mars 2007 9H15 12H15 à 14H00 17H00
Mardi 6 Mars 2007 9H15 12H15

I Organisation 5

Information sur les réservations

- La réservation se fait via la personne en charge du projet « Optimist » à l'IMN.
- Le planning est ouvert pour les personnes de l'IMN entre 4 et 5 semaines à l'avance sur le site interne de l'IMN <http://resaxps.cnrs-imn.fr/>.
- Pour les personnes souhaitant faire de l'UPS il faut réserver 2 jours de plus avant le début des expérimentations pour la préparation de la ligne de gaz et de la lampe UV.
- Pour les manipes qui ne se font pas à température ambiante il faut prévoir au moins 2 jours à l'avance la demande d'azote liquide.
- Pour les manipes UPS n'oubliez pas de prévoir au moins 3 jours à l'avance la demande d'azote liquide.
- Possibilité de réserver des chambres dans l'IMN mais prévenez le plutôt possible Marie Pierre Guilbaud tél:02 40 37 39 07



I Organisation 6