

TF_Quantif : un algorithme de quantification des films minces sur substrats hétérogènes en microanalyse X

Nicolas Dumelié^{a,*}, Hicham Benhayoune^a, Gérard Balossier^a

^a LMEA INSERM ERM0203, 21 rue Clément Ader, 51685 Reims Cedex 2

Résumé - Le but de ce travail est de présenter un nouvel algorithme de quantification en microanalyse X appelé "TF_Quantif". Cet algorithme permet de réaliser des cartographies quantitatives de films minces sur substrats hétérogènes. Dans un premier temps, nous décrivons brièvement cet algorithme, puis nous montrons un exemple application sur une cartographie quantitative d'un film mince de nickel-cuivre sur un substrat de silicium rendu hétérogène par la présence d'une marche d'or

1. Introduction

L'hypothèse fondamentale de la microanalyse X est que la variation du signal X émis est directement relié à la variation des concentrations des éléments constituant l'échantillon et, dans le cas d'échantillons stratifiés, cette variation des concentrations peut aussi être associée à une variation d'épaisseur du ou des films analysés. Les différents modèles de corrections (X-Phi, PAP, XPP) [1, 2] qui s'appliquent aux films minces nécessitent une description détaillée de la structure de l'échantillon (nombre de couches constituant l'échantillon à analyser, ordre de ces couches, nombre et la nature des éléments présents dans chaque couche). Dans le cas d'échantillons dont la structure n'est pas parfaitement connue, les logiciels de quantification actuels vont se trouver limités (car ils nécessitent une description complète de l'échantillon). Nous proposons, dans le travail qui suit, une méthode de quantification plus simple qui peut être appliquée pour réaliser des cartographies quantitatives de films minces en microanalyse X. Cette méthode s'appuie sur un nouvel algorithme de quantification appelé "TF_Quantif". Cet algorithme est issu du développement d'un modèle de correction de rétrodiffusion appelé "Formalisme Auger" qui consiste à prendre en compte l'hétérogénéité du substrat par une mesure directe du coefficient de rétrodiffusion η .

2. Théorie

Dans le cadre du "Formalisme Auger" l'intensité X d'un élément A d'un film mince peut s'écrire [3] :

$$I^X(A) = I_o N_o C_A \phi(0)_{A/S} Q_A \omega_{ij} T_X \left[\frac{1 - \exp(-\mu_A t / \sin \theta)}{\mu_A / \sin \theta} \right] \quad (1)$$

où N_o est la densité atomique de l'élément A ($\sim 5 \cdot 10^{22}$ at/cm³), Q_A est la section efficace d'ionisation de l'élément A, $\phi(0)_{A/S}$ la fonction d'ionisation en surface, ω_{ij} le rendement d'émission X, T_X est l'efficacité de détection de l'analyseur et le terme dans l'exponentielle traduit l'atténuation des photons générés à la profondeur massique ρz (avec $\mu_A = \frac{\mu_A}{\rho_A}$, le coefficient d'absorption massique et θ , l'angle d'émergence par rapport au détecteur).

La fonction d'ionisation en surface $\phi(0)_{A/S}$ peut s'exprimer en fonction de η le coefficient de rétrodiffusion de l'échantillon [3] :

$$\phi(0)_{A/S} = 1 + \frac{4\eta}{1+\eta} \left(1 - \frac{1}{U_o}\right) \left[1 + \frac{\ln\left(\frac{1+\eta}{2}\right)}{\ln U_o}\right] \quad (2)$$

avec U_o , le taux d'excitation

A partir de l'expression (1) nous avons développé l'algorithme de quantification présenté dans la figure 1. Cet algorithme se divise en quatre étapes. La première étape consiste à calculer les valeurs initiales à partir des rapports d'intensité K_i entre l'élément et son témoin. Dans la seconde étape, nous évaluons les facteurs correctifs et dans la troisième étape nous calculons de nouvelles concentrations et d'estimer l'épaisseur massique en reprenant la formule donnée par Waldo [4]. Enfin dans la dernière étape, nous testons la différence entre deux valeurs de concentrations et deux valeurs épaisseurs successives pour effectuer une nouvelle itération ou stopper le calcul [5].

* Auteur à contacter : nicolas.dumelie@univ-reims.fr – Tel : 03 26 82 35 86

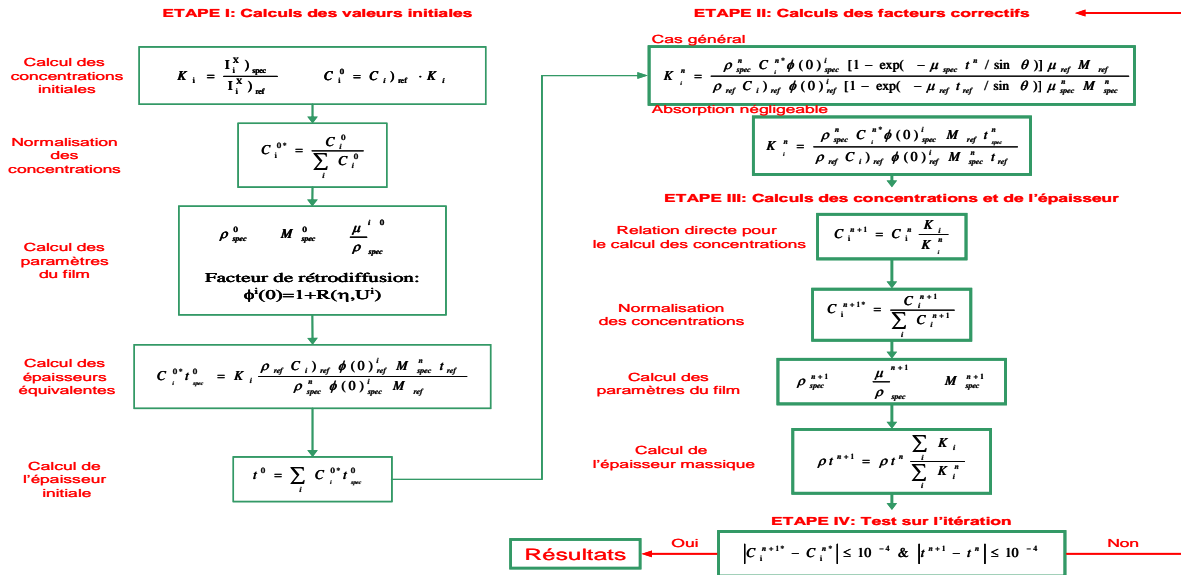


Figure 1 – Schéma de l'algorithme d'itération

3. Exemple d'application

Nous avons appliqué notre algorithme pour le quantification d'un film mince de nickel-cuivre (de concentrations atomiques respectives 47% et 53%) de 40nm d'épaisseur évaporé sur une couche d'or sur un substrat de silicium (figure 2). Nous avons réalisé une cartographie de 64x64 pixels couvrant une surface d'environ 90x90 μ m² avec un temps d'acquisition de 10s/pixel et une énergie primaire $E_0=20$ keV. Pendant l'acquisition l'échantillon a été polarisé à une tension de +50V pour mesurer le coefficient de rétrodiffusion η . Les figures 3a et 3b représentent les cartographies de concentration de nickel et de cuivre obtenues à partir de l'algorithme. Elles montrent que les concentrations sont homogènes malgré la présence de l'hétérogénéité. La figure 3c représente la cartographie d'épaisseur. On peut voir que la présence de l'hétérogénéité n'influe pas sur les valeurs calculées qui restent proches de la valeur nominale ; ceci est clairement illustré par la distribution d'épaisseur du revêtement de la figure 3d.



Figure 2 - Schéma de l'échantillon analysé

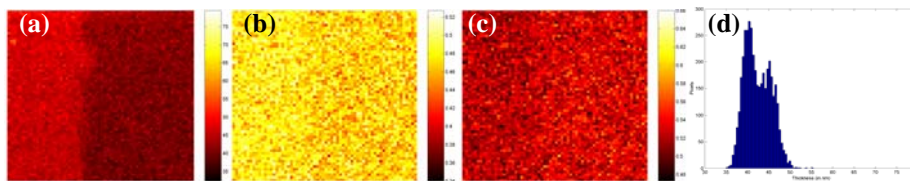


Figure 3 - Cartographies de concentration atomique (a) du nickel, (b) du cuivre, (c) cartographie d'épaisseur du revêtement et (d) distribution des épaisseurs du revêtement

4. Conclusion

Nous avons présenté un nouvel algorithme de quantification des films minces sur substrats hétérogènes. Cet algorithme permet de réaliser des cartographies de films minces sans connaître à priori la structure complète de l'échantillon. Nous envisageons d'améliorer cet algorithme en incluant les corrections de fluorescence et développant l'algorithme dans le cas des échantillons multi-couches.

5. Références

[1] Merlet, C. Mikrochim. Acta **114/115** (1994) 363
 [2] Pouchou J.L.; Pichoir F. in *Microbeam Analysis*; D. E. Newbury (Ed.); San Francisco Press: San Francisco, CA, (1988)
 [3] H. Benhayoune, N. Dumelié and G. Balossier, Thin Solid Film, **493** (2005) 113-123.
 [4] Waldo, R.A. in *Microbeam Analysis*; D. E. Newbury (Ed.); San Francisco Press: San Francisco, CA, (1988)
 [5] N. Dumelié, H. Benhayoune et G. Balossier, Journal of physics D : Applied Physics **40** (2007) 2124-2131