

## Spectro-microscopie de photoélectrons par XPEEM pour l'imagerie des surfaces : principes et premières applications

Olivier Renault<sup>a,\*</sup>, Aude Bailly<sup>a</sup>, Luiz F. Zagonel<sup>b</sup>, Nick Barrett<sup>b</sup>

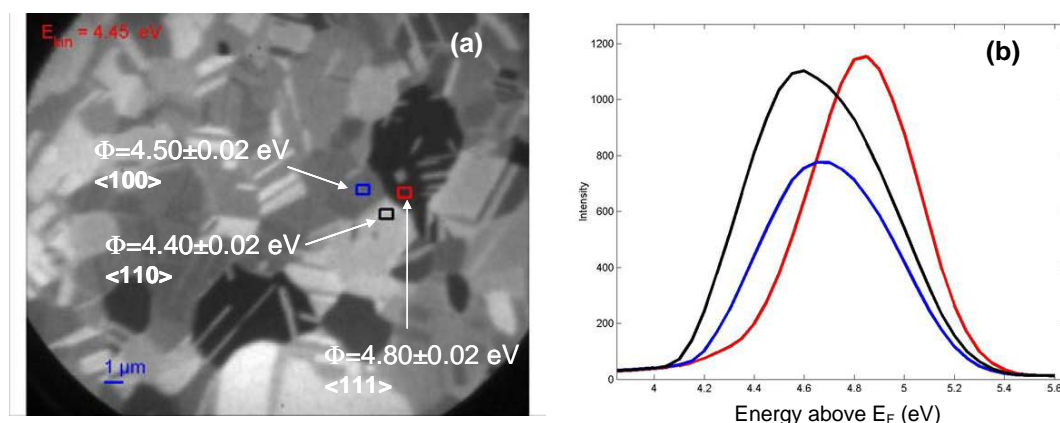
<sup>a</sup>CEA-LETI, MINATEC, 17, rue des Martyrs, 38054 Grenoble Cedex 09.

<sup>b</sup>CEA-DRECAM, SPCSI, CEA-Saclay, 91191 Gif-sur-Yvette Cedex.

**Résumé** – Dans cette contribution, nous présentons le principe de fonctionnement et les premières applications d'un nouveau type de microscope à photoélectrons (PEEM), le *NanoESCA*, doté de capacités spectroscopiques optimisées (filtrage en énergie par double analyseur hémisphérique). Le premier exemplaire commercial est installé sur la Plateforme de Nanocaractérisation du CEA-Grenoble à MINATEC et peut être opéré ponctuellement sur la ligne X-mous (ID08) de l'ESRF.

La spectromicroscopie d'électrons photo-excités par rayons X (XPEEM : X-ray PhotoElectron Emission Microscopy) ou UV est une technique innovante d'imagerie électronique des surfaces [1] arrivée récemment à maturité avec le filtrage en énergie. Elle s'avère très fructueuse pour la caractérisation physique des matériaux et nanostructures depuis l'échelle mésoscopique jusqu'à la dizaine de nm. Fonctionnant sur le principe des techniques de photoémission par rayons X ou UV (XPS-UPS), cette technique combine des capacités à la fois microscopiques et spectroscopiques qui en font une sonde locale complète en caractérisation avancée des matériaux. Le spectromicroscope *NanoESCA* [2], à haute résolution spatiale et énergétique, est un PEEM spectroscopique multi-source de dernière génération conçu pour fonctionner en environnement aussi bien laboratoire que synchrotron. Le premier instrument de ce type au monde a récemment été installé sur la Plateforme ouverte de Nanocaractérisation du CEA-MINATEC.

Cet exposé abordera en première partie les principes de la technique d'XPEEM spectroscopique, en la situant par rapport aux méthodes d'imagerie XPS traditionnelles par balayage et par rapport aux autres techniques de microscopie et spectroscopie électronique (MEB, MET, EELS, Auger) ; en particulier, les mécanismes de contrastes spécifiques à l'XPEEM seront introduits : contraste de travail de sortie local, contraste élémentaire et chimique (états de liaison). Dans une seconde partie, un bref passage en revue de l'état de l'art instrumental permettra d'introduire aux spécificités et aux deux points fort du microscope *NanoESCA* : disponibilité d'une gamme complète de sources d'excitation (UV, X de laboratoire et X-mous synchrotron), capacité spectroscopique avancée (filtrage énergétique).

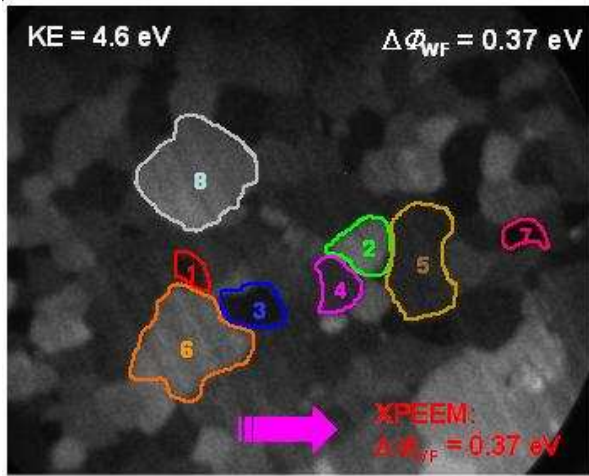


**Figure 1** – (a) Image par PEEM spectroscopique d'une surface de cuivre polycristallin ( $h\nu=4.9$  eV, électrons de 4.45 eV d'énergie cinétique), et (b) nanospectres des zones marquées en (a) ; le décalage des seuils à basse énergie indique une variation locale de travail de sortie due à la différence d'orientation cristalline de chaque grain [3].

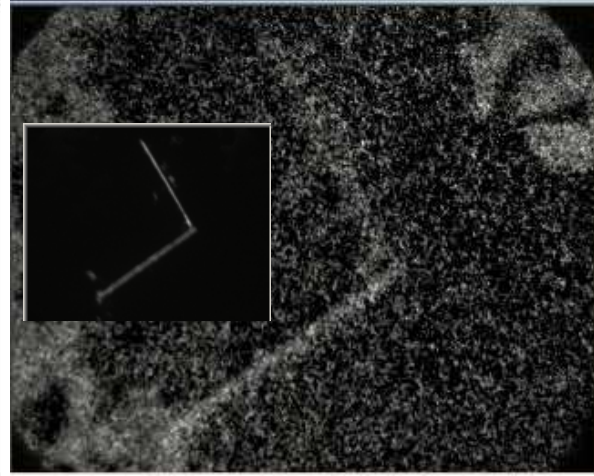
Enfin, les premiers résultats obtenus avec cet instrument seront présentés : imagerie de travail de sortie local de matériaux polycristallins (cuivre – Fig.1, SrTiO<sub>3</sub>, Fig. 2) et de nanostructures (nanofils de silicium, Fig. 3) ; imagerie élémentaire et chimique avec source X de laboratoire et x-mous (ESRF, ligne ID08, résolution <120

\* Auteur à contacter : orenault@cea.fr – Tél : 04 38 78 96 48.

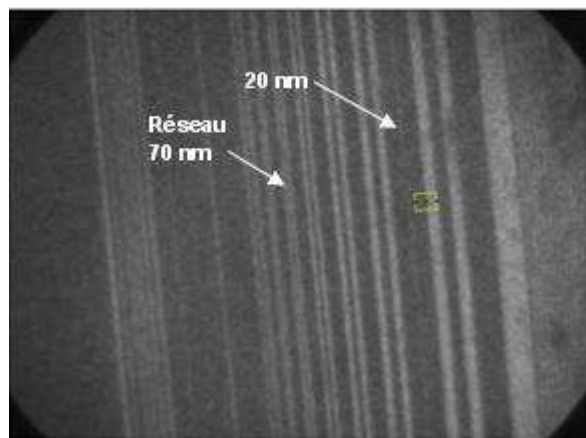
nm). Les résolutions latérales démontrées jusqu'à présent, rassemblées dans le tableau 1, et estimées de façon rigoureuse (d'après l'extension spatiale d'une augmentation d'intensité 16-84% mesurée sur un profil d'intensité en marche) seront commentées pour chaque mode d'excitation utilisés. Elles sont mesurées sur un réseau de multicouches GaAs/AlGaAs épitaxiées d'épaisseur comprises entre 1 et 700 nm spécifiquement conçu dans ce but. Des couches aussi fines que 20 nm sont clairement détectables (Fig. 4).



**Figure 2** – Image XPEEM d'une surface de SrTiO<sub>3</sub> polycristallin ( $h\nu=1486.6$  eV, électrons de 4.6 eV d'énergie cinétique). Champ de vue : 38  $\mu$ m.



**Figure 3** – Image XPEEM de nanofils de silicium oxydés de 200 nm de diamètre ( $h\nu=700$  eV, ESRF-ID-08, photoélectrons de cœur 1s de l'oxygène). Encart : image au seuil de photoémission (électrons secondaires). Champ de vue : 18  $\mu$ m.



**Figure 4** – Image au seuil de photoémission par PEEM spectroscopique d'un réseau GaAs (sombre)/AlGaAs (clair) ( $h\nu=400$  eV, électrons de 6 eV d'énergie cinétique). Champ de vue : 18  $\mu$ m.

Excitation	Electrons collectés	Résolution (nm)
UV, lampe Hg, $h\nu=4.9$ eV	secondaires	40
X-mous, ESRF ID08, $h\nu=500$ eV	coeur	120
X-mous, AlK $\alpha$ laboratoire, $h\nu=1487$ eV	coeur	650

**Table 1** – Résolutions latérales démontrées avec le NanoESCA (mode PEEM spectroscopique) dans différents modes d'imagerie (excitation et type d'électrons collectés) [3, 4].

- [1] E. Bauer, *J. Electron. Spectrosc. Related Phenom.* **114-116**, 975 (2001).
- [2] M. Escher *et al.*, *J. Phys: Condens. Matter* **17**, 1329 (2005).
- [3] O. Renault *et al.*, *Surface Interface Anal.* **38**, 375 (2006).
- [4] O. Renault, N. Barrett *et al.*, *Surf. Sci.* 2007 (accepté pour publication).