

Atelier Régional de Caractérisation par Analyse Nucléaire Elémentaire



Arcane

ADERA

CENBG

Atelier Régional de caractérisation par Analyse Nucléaire Elémentaire

Tél. : 05 57 12 08 88

e-mail : arcane@cenbg.in2p3.fr

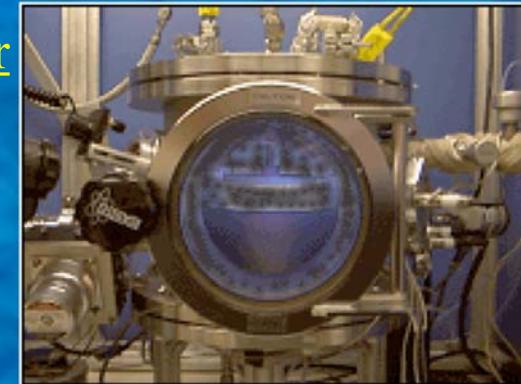
Site web : <http://www.cenbg.in2p3.fr/heberge/Arcane>



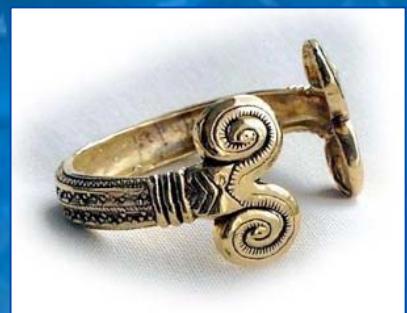
Pollution atmosphérique

Atelier Régional de Caractérisation par Analyse Nucléaire Elémentaire

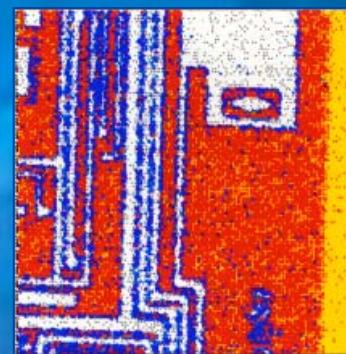
AIFIRA - VDG



Matériaux nouveaux



Objets du patrimoine



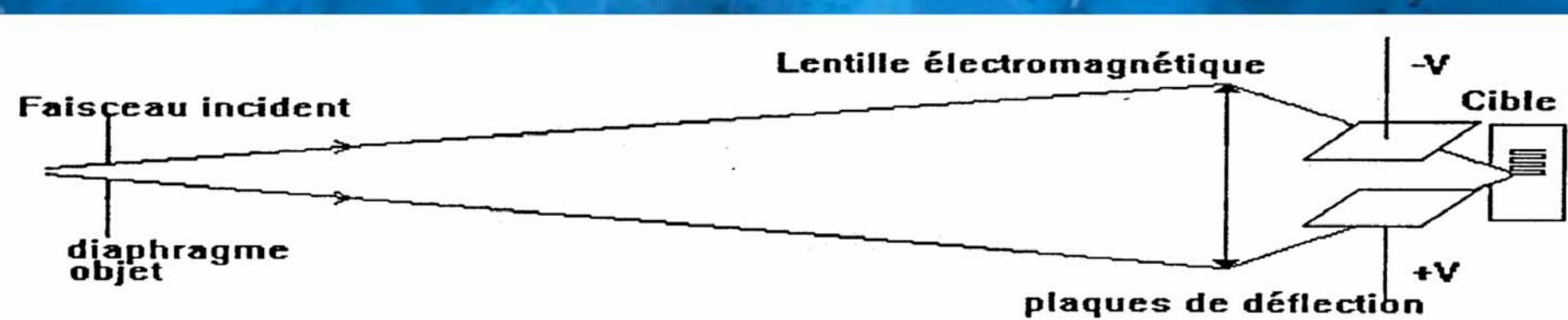
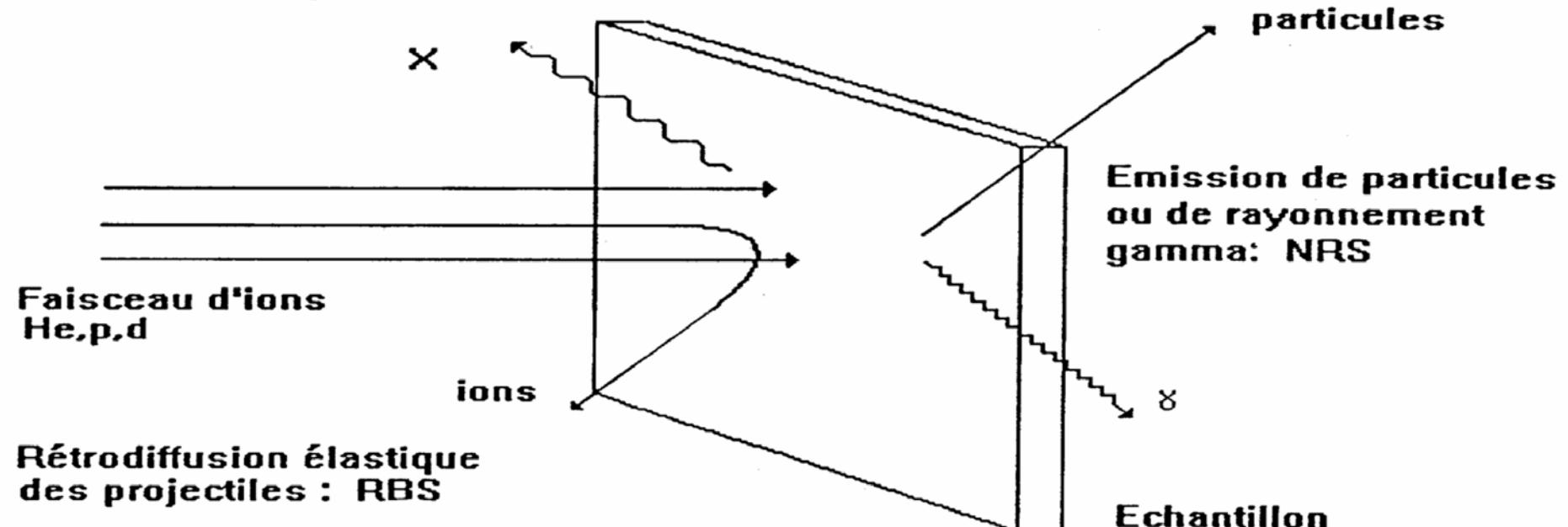
Micro et nanofaisceaux



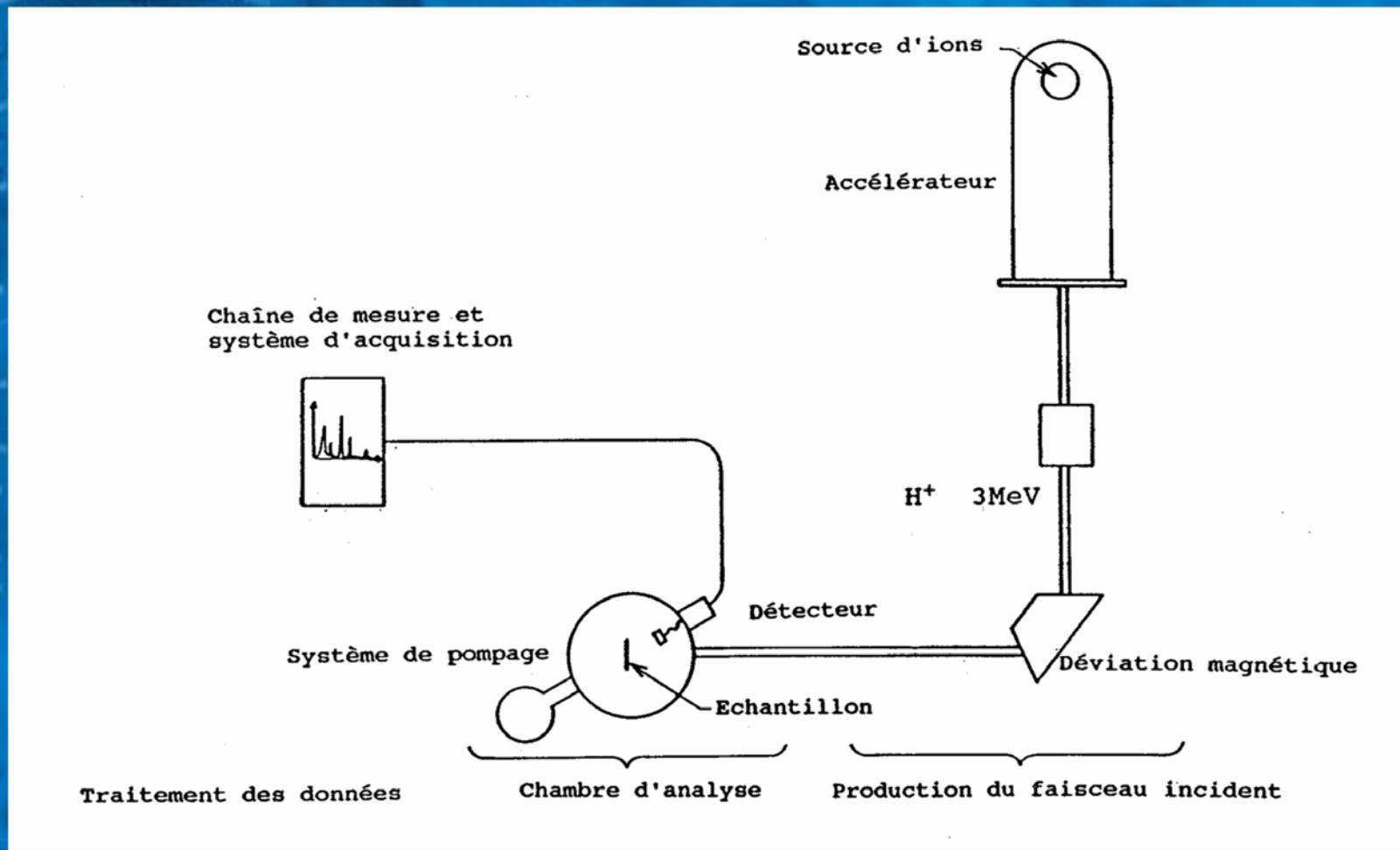
Irradiations

Les techniques analytiques

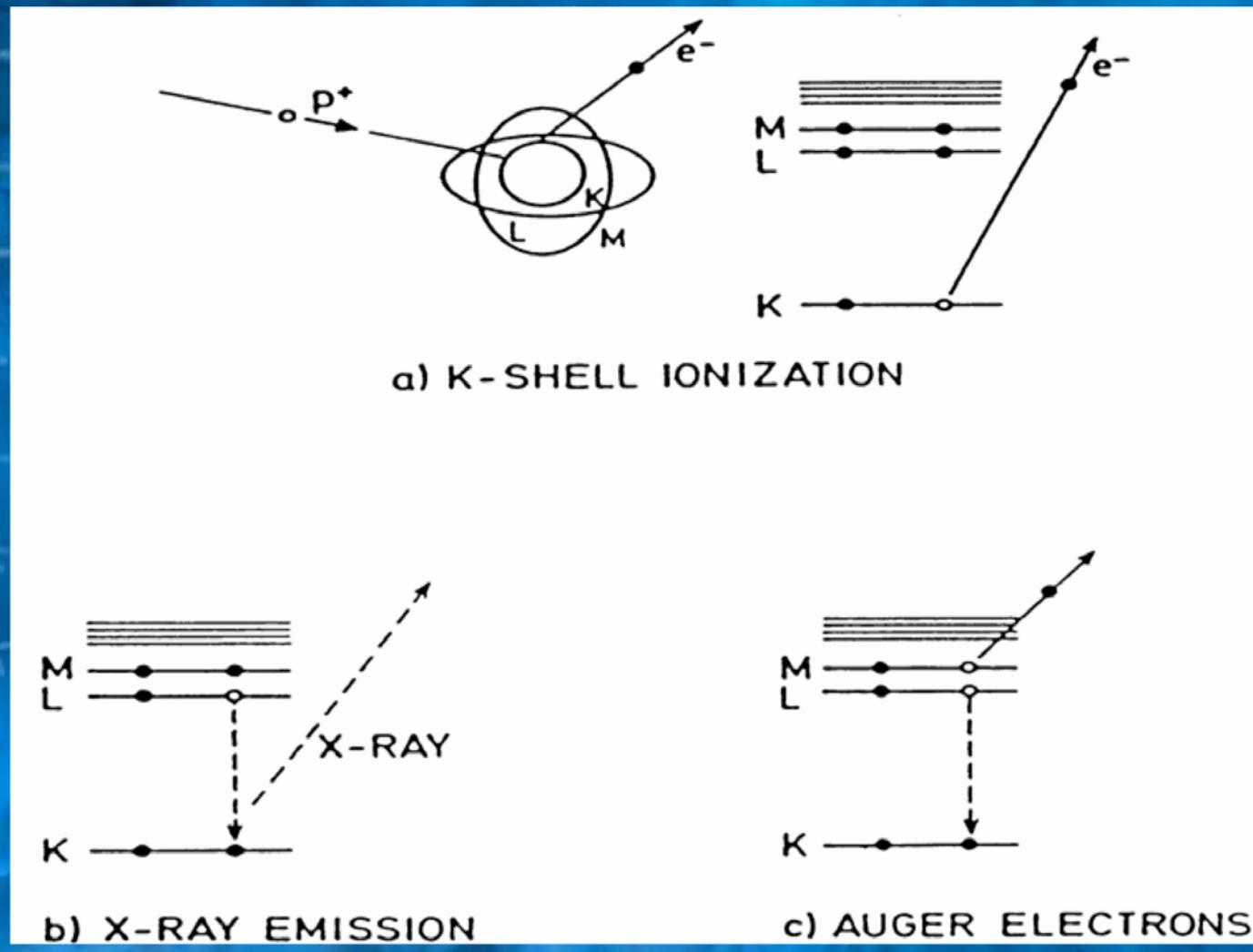
Emission de rayonnement X: PIXE



Système d'analyse



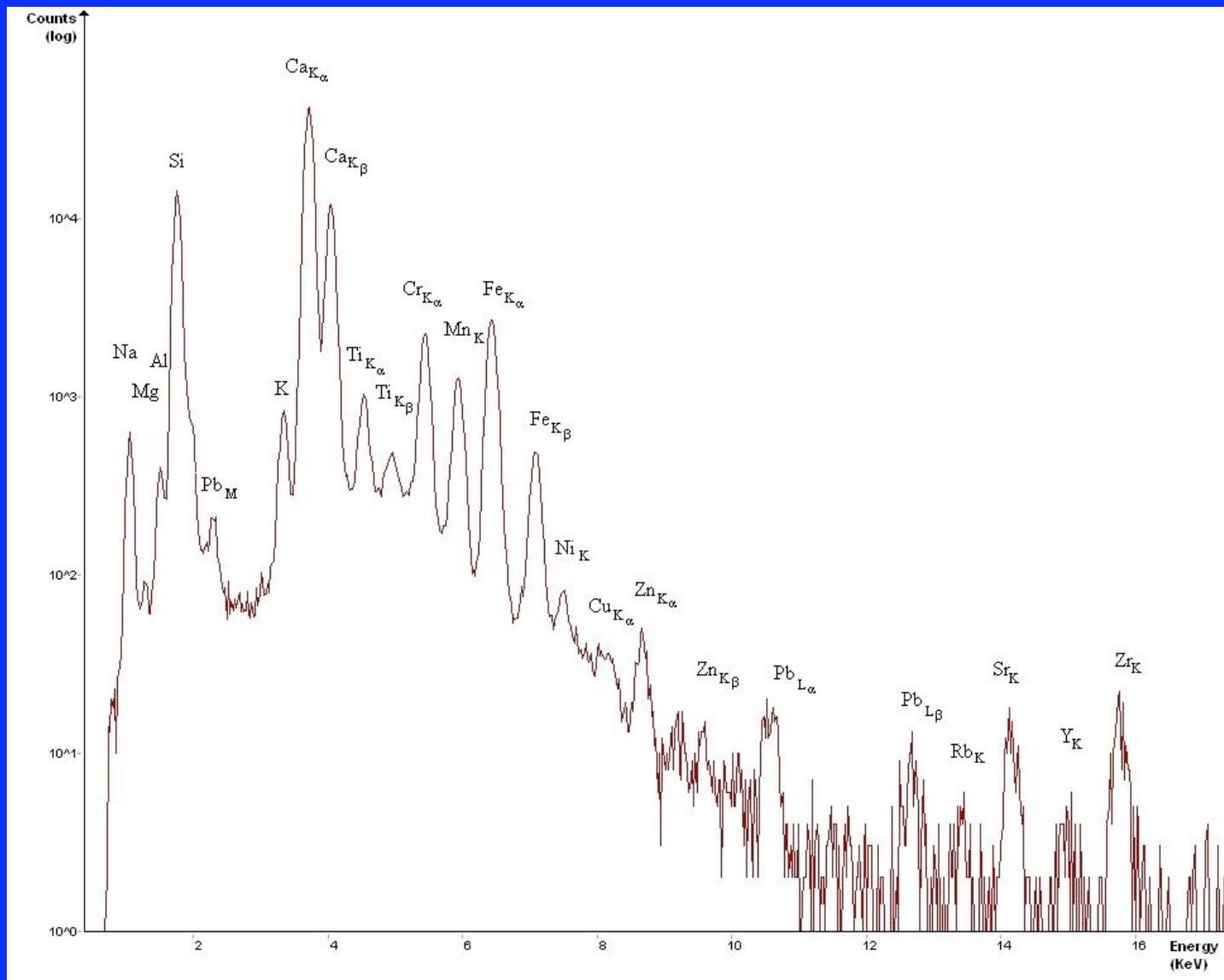
PIXE: Particle Induced X-ray Emission



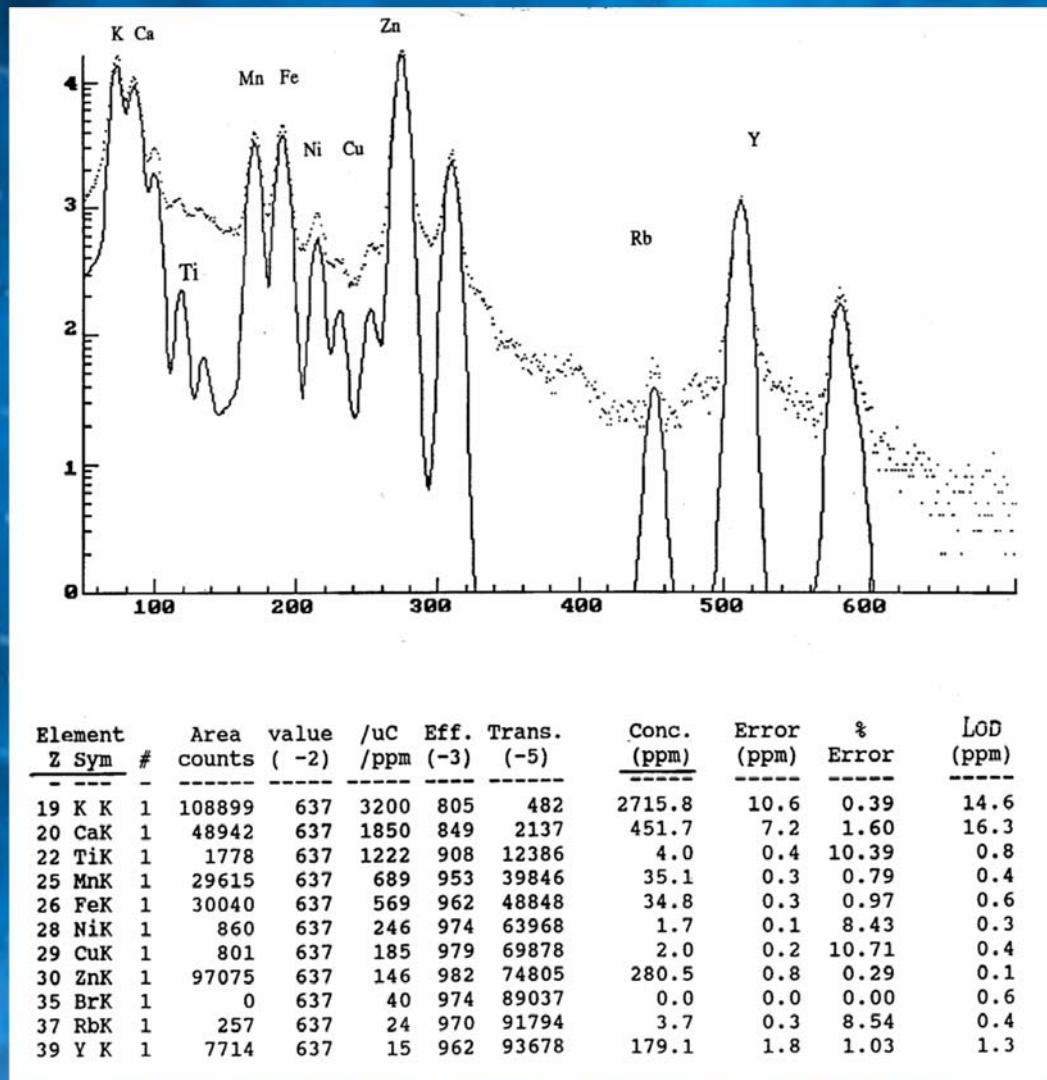
PIXE: Particle Induced X-ray Emission

- Excitation de l 'échantillon par un faisceau d'ions de quelques MeV
 - 1- Profondeur de pénétration**
 - 2- Forte probabilité d'ionisation**
 - 3- Bon rapport signal/bruit**
- Identification des éléments.
- Dosage multi-élémentaire.

Exemple d'un spectre PIXE d'un verre



Dosage des minéraux dans un polymère



Caractéristiques de la méthode P.I.X.E

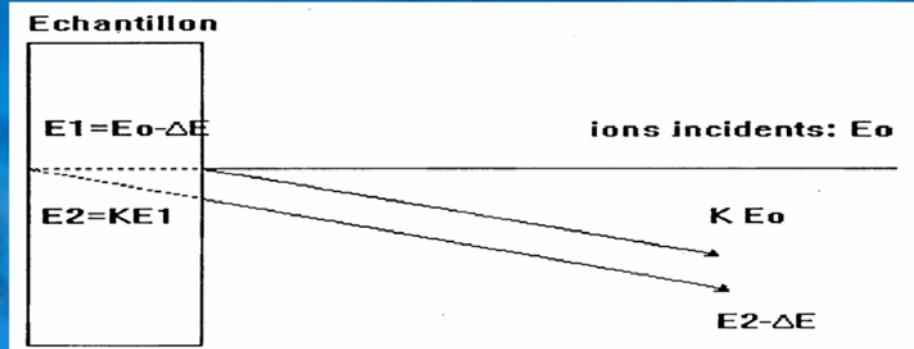
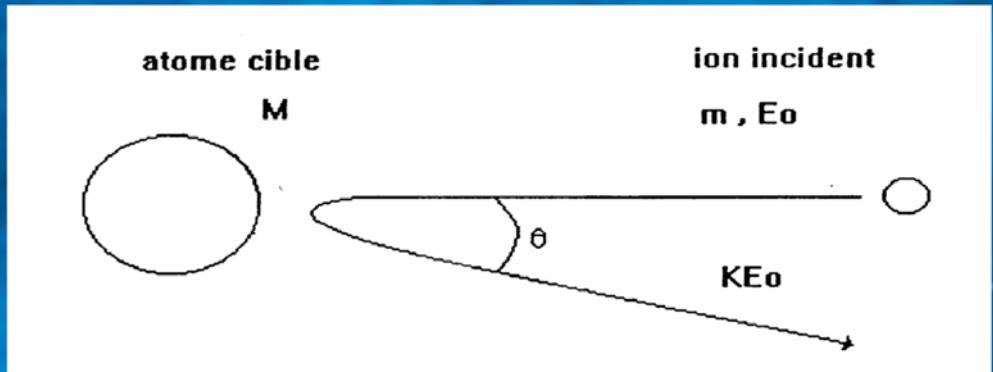
- Analyse non destructive et multi-élémentaire
- Eléments de n° atomique > 11 (Na)
- Sensibilité: quelques ppm
- Précision: \approx 10%
- Profondeur analysée: de 2 à 40 μ m

- **Métallurgie:** Contrôle de la stoechiométrie des alliages, recherche d'impuretés et des dopants.
- **Electronique:** dosage des majeurs dans des couches minces
- **Biologie:** recherche et dosage d'éléments traces dans des tissus, aliments ou végétaux.
- **Environnement:** Etudes des minéraux et métaux dans les poussières fines en suspension dans l'air: recherche des sources de pollution.
- **Géologie:** Recherche des constituants majeurs ou mineurs dans des minéraux, fossiles ou roches.

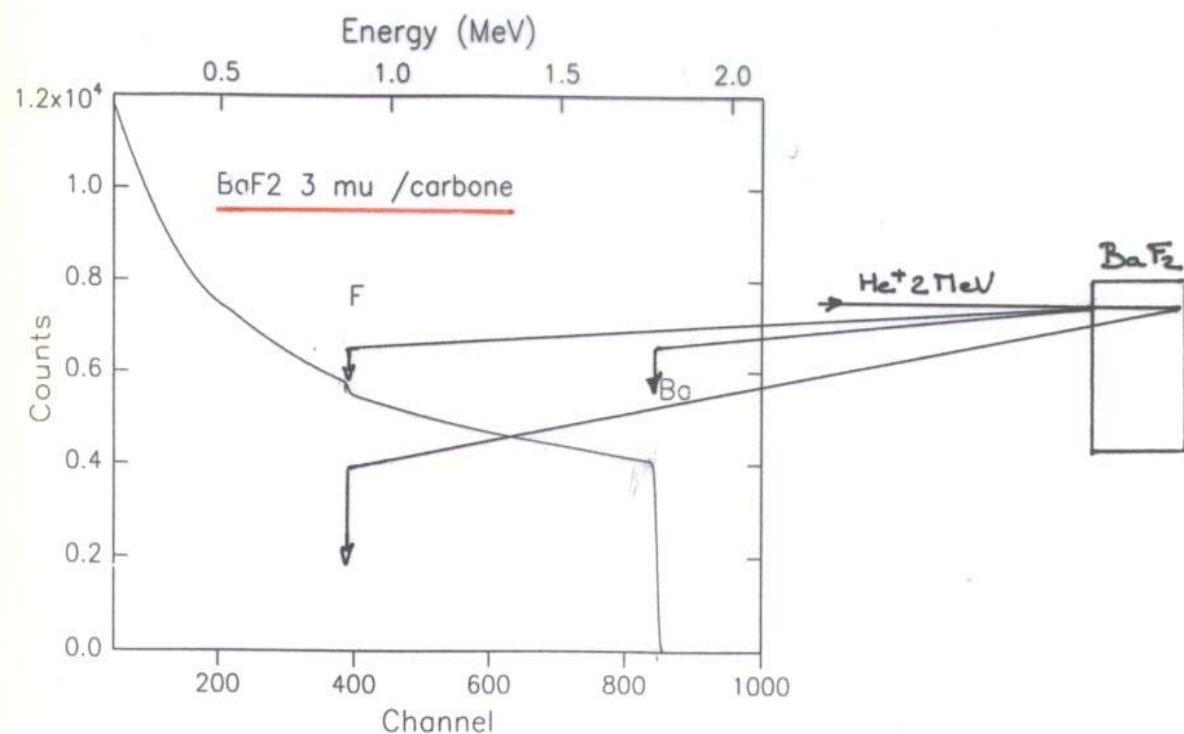
Recherche et dosage d'éléments traces

R.B.S: Rutherford Backscattering Spectrometry

- Etude de la diffusion élastique d 'un faisceau d 'ions incidents par les noyaux des atomes cibles
 - **Identification et dosage absolu des constituants de l échantillon.**
- Analyse de l 'énergie de rétro diffusion dans l étude d un échantillon épais:
 - **Localisation des constituants dans le volume**
 - **Caractérisation de couches minces et systèmes multi-couches**



Construction d'un spectre RBS



couche mince
sur substrat et
dépôt

Caractéristiques de la méthode R.B.S

- Analyse quantitative absolue
- Eléments de n° atomique >5 (B)
- Précision: \approx 2 à 10 %
- Profondeur analysée: de 40Å à 2 microns: (résolution en profondeur \approx 100Å)
- Sensibilité proportionnelle à Z^2

- **Micro-électronique, optique, opto-électronique:** épaisseur et composition de couches minces et systèmes multicouches, analyse des interfaces, des phénomènes de diffusion.
- **Matériaux composites:** rapports de stoechiométrie entre éléments légers B, C, N, O, Si. Etude de pollutions de surface.
- **Métallurgie:** Etude des phénomènes d 'oxydation, caractérisation de dépôts PVD ou d 'implantation ionique.

Etude des compositions de surface



Atelier Régional de caractérisation par Analyse Nucléaire Élémentaire



Tél. : 05 57 12 08 88

e-mail : arcane@cenbg.in2p3.fr

Site web : <http://www.cenbg.in2p3.fr/heberge/Arcane>

Les spécificités et domaines d'utilisation de la méthode

- Stoechiométries et épaisseurs de couches minces (microélectronique, mécanique, décoration)
- Etude des interfaces et systèmes multicouches (optique, optoélectronique)
- Etude des phénomènes de surface (polymères, matériaux composites, pollutions)



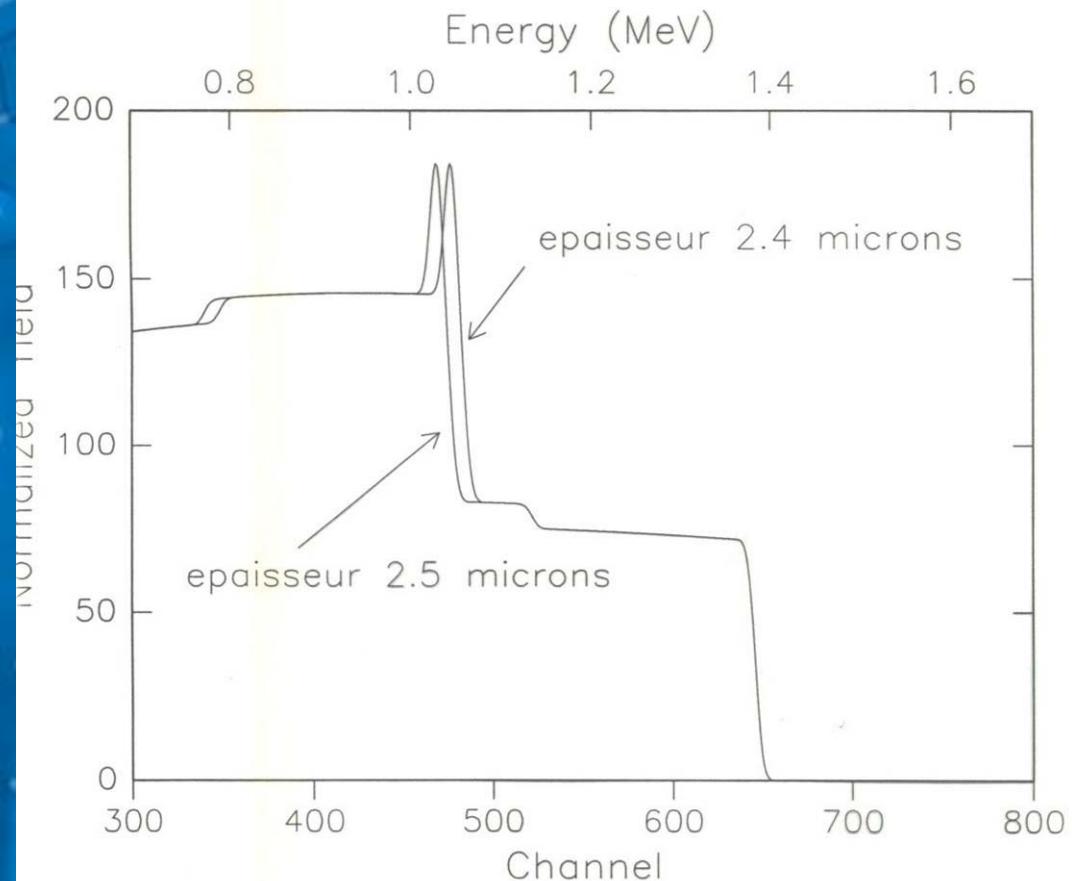
Les spécificités et domaines d'utilisation de la méthode

- Stoechiométries et épaisseurs de couches minces
(microélectronique, mécanique, décoration)
- Etude des interfaces et systèmes multicouches
(optique, optoélectronique)
- Etude des phénomènes de surface
(polymères, matériaux composites, pollutions)



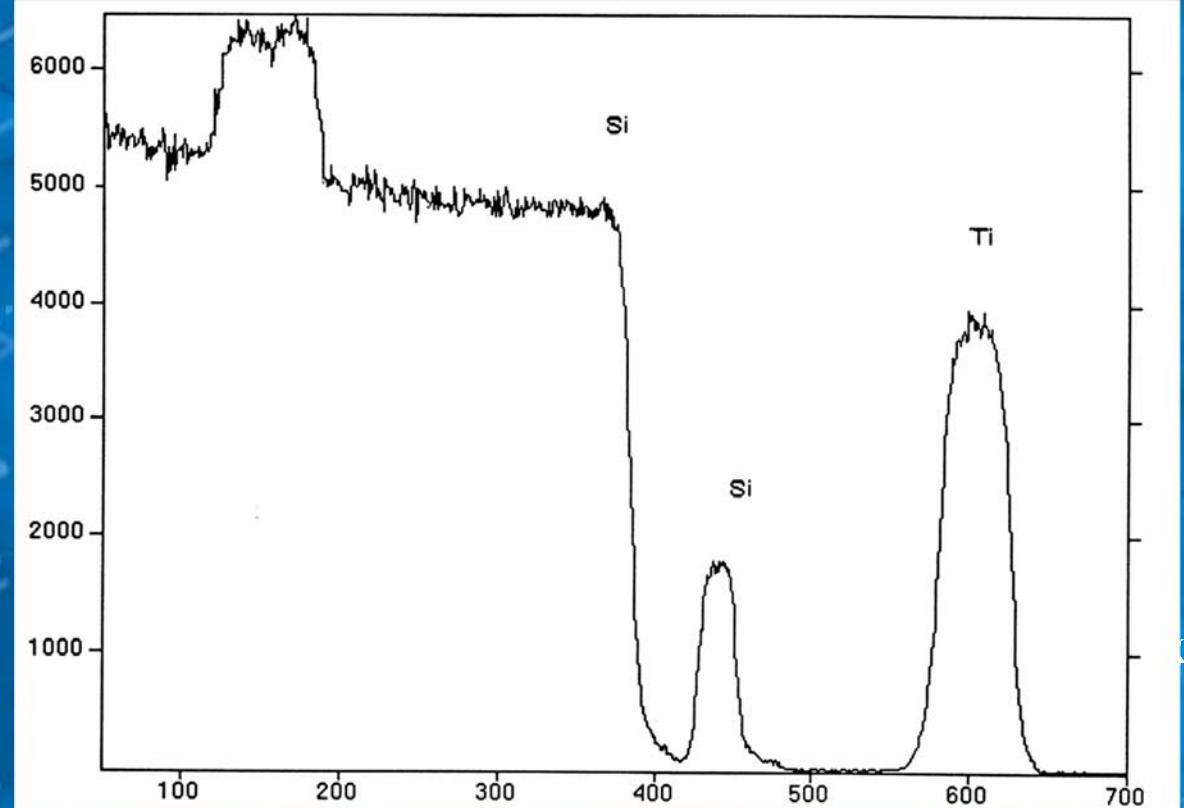
Stoechiométrie et épaisseurs de couches dures

spectres d'échantillons d'épaisseurs différentes



Etude d'un revêtement optique SiO₂/TiO₂/Si

- Analyse RBS



identification des couches
calcul de stoechiométries
mesure quantité de matière

densité du dépôt

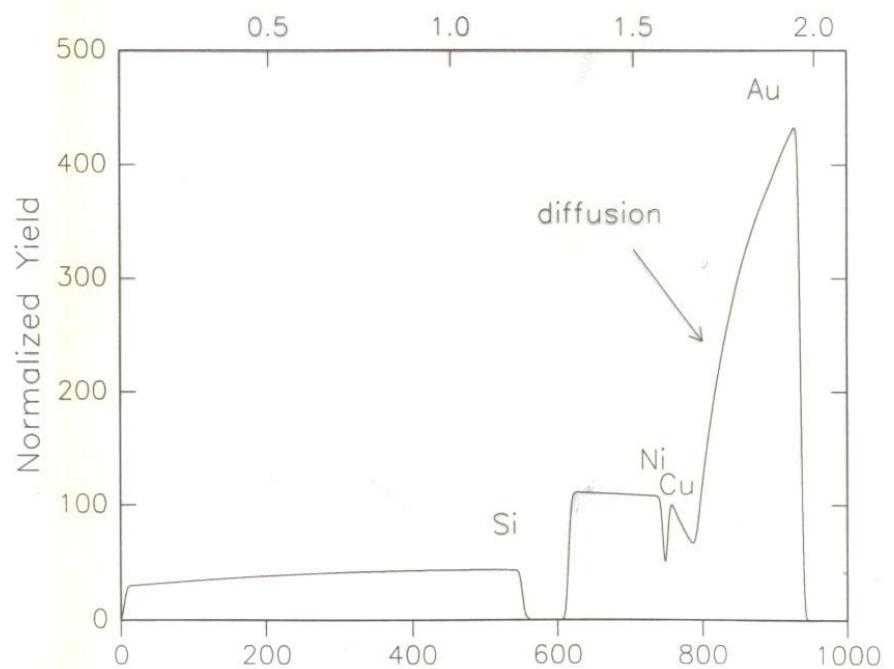
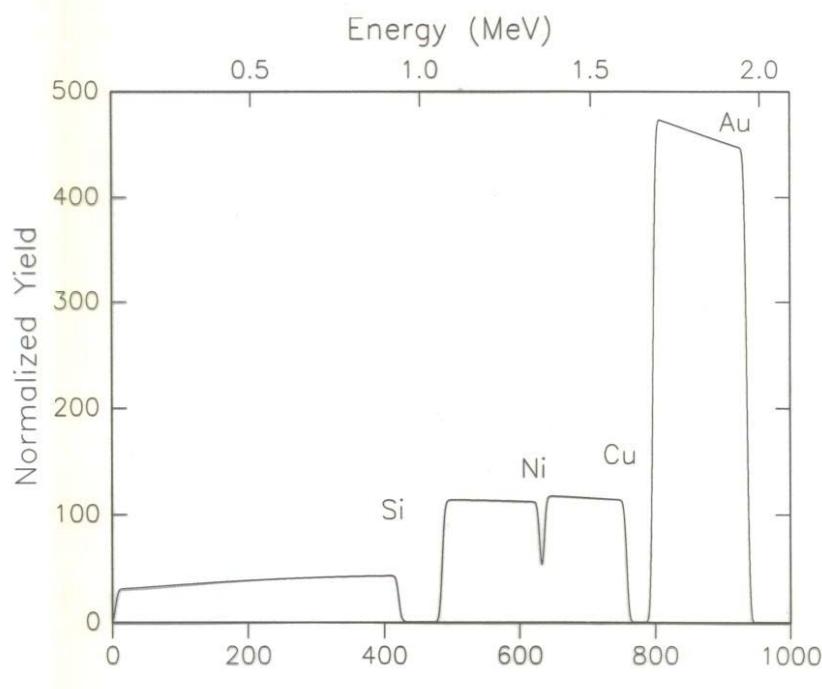
autre exemple

retour

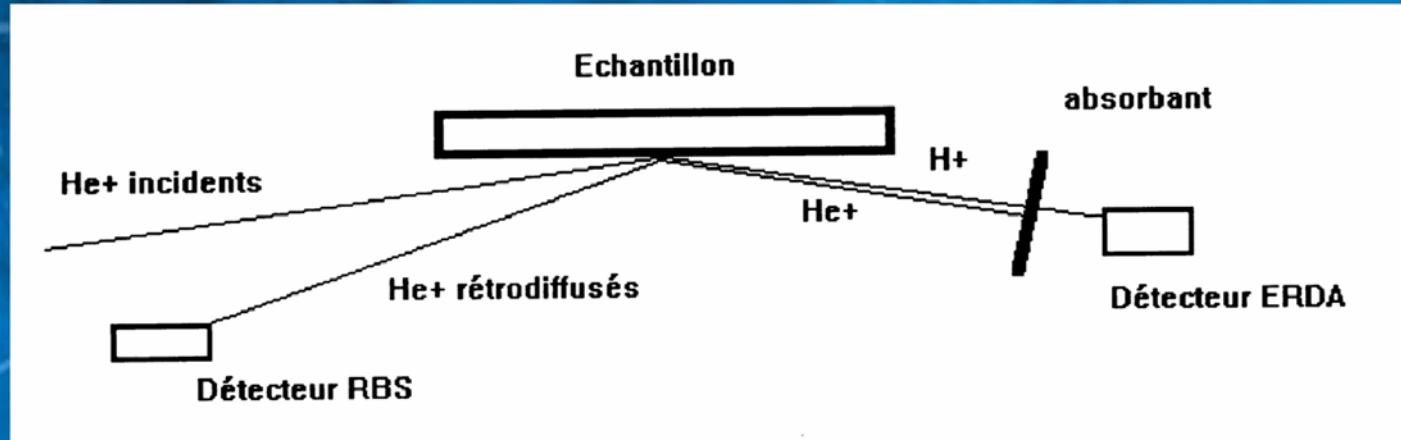
Phénomène de diffusion dans un multicouche

Empilement classique
d'une dorure

Diffusion à l'interface Cu/Au



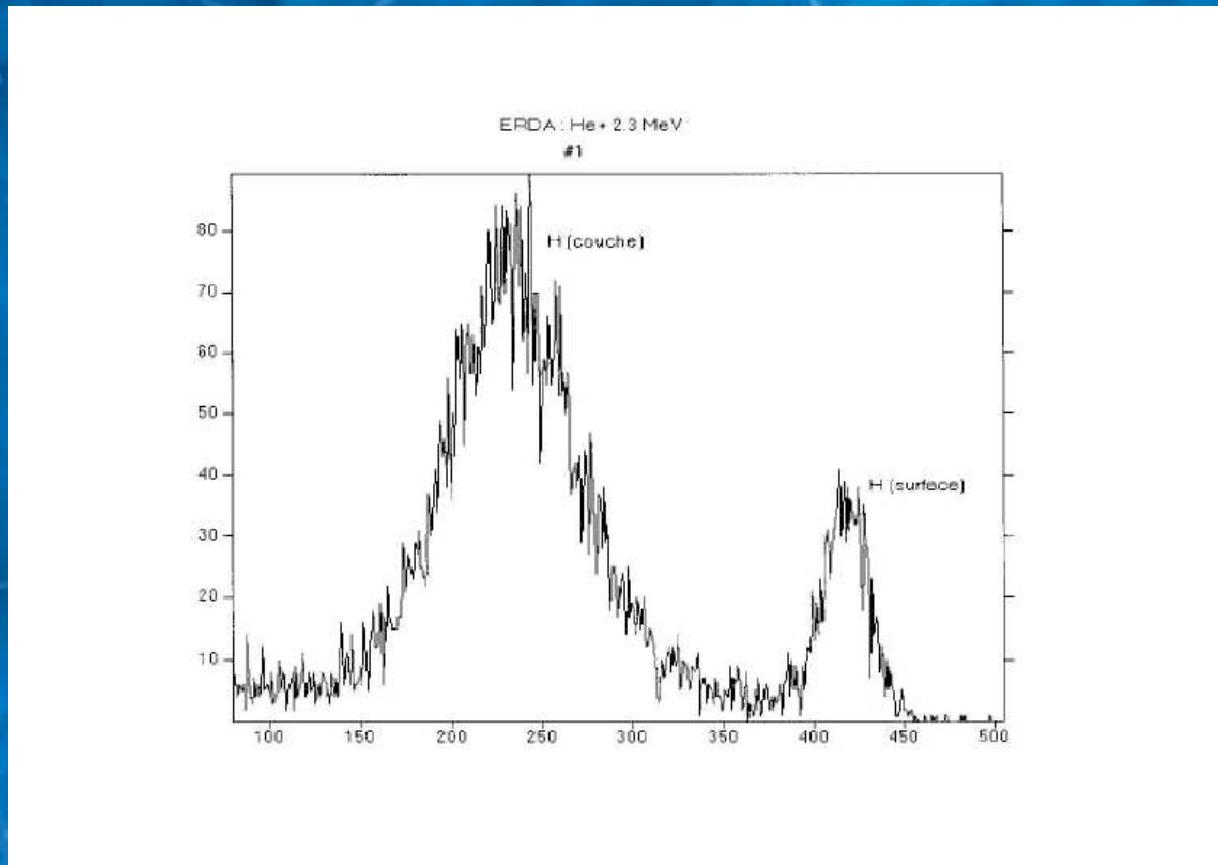
E.R.D.A : Elastic Recoil Detection Analysis



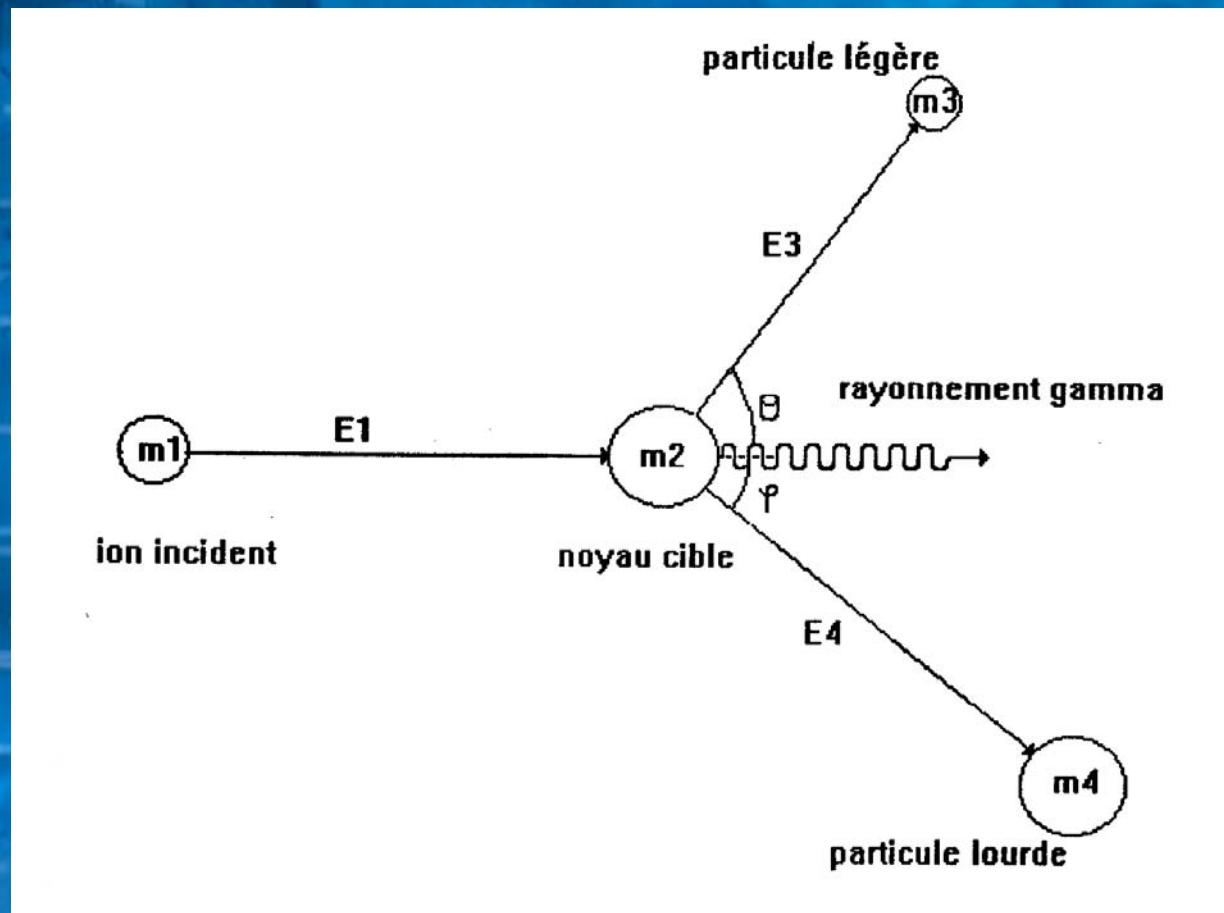
Analyse du flux d 'ions H^+ ou $^2H^+$ émis vers l'avant

- Détermination quantitative du taux d'hydrogène ou de deutérium dans l'échantillon
(limite de détection: 0,2 % atomique)
- Établissement du profil de concentration élémentaire dans le volume
(profondeur analysée $\approx 0,3\mu m$)

Spectre ERDA : Hydrogène de surface et volumique



N.R.A : Nuclear Reaction Analysis



Dosage de l'azote, carbone et oxygène dans une couche mince déposée sur silicium

SiO_xN_xC_z 150nm / Si

Réaction: ^{12}C (d,p) ^{13}C

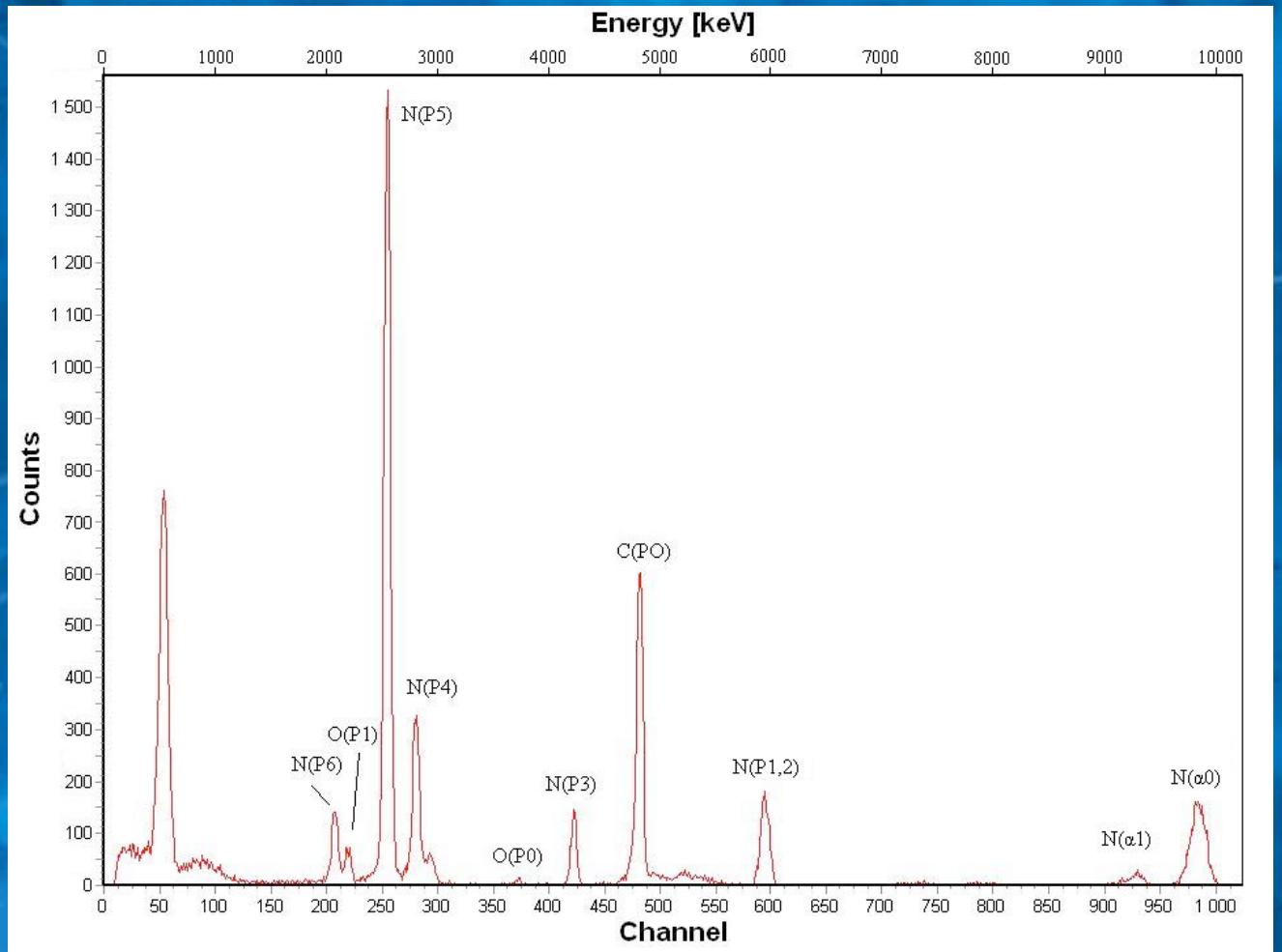
Réaction : ^{14}N (d,p) ^{15}N

Réaction : ^{16}O (d,p) ^{17}O

$E_d = 930$ keV

Intensité cible : 50 nA

$\Phi = 3\text{mm}$



Caractéristiques de la technique N.R.A

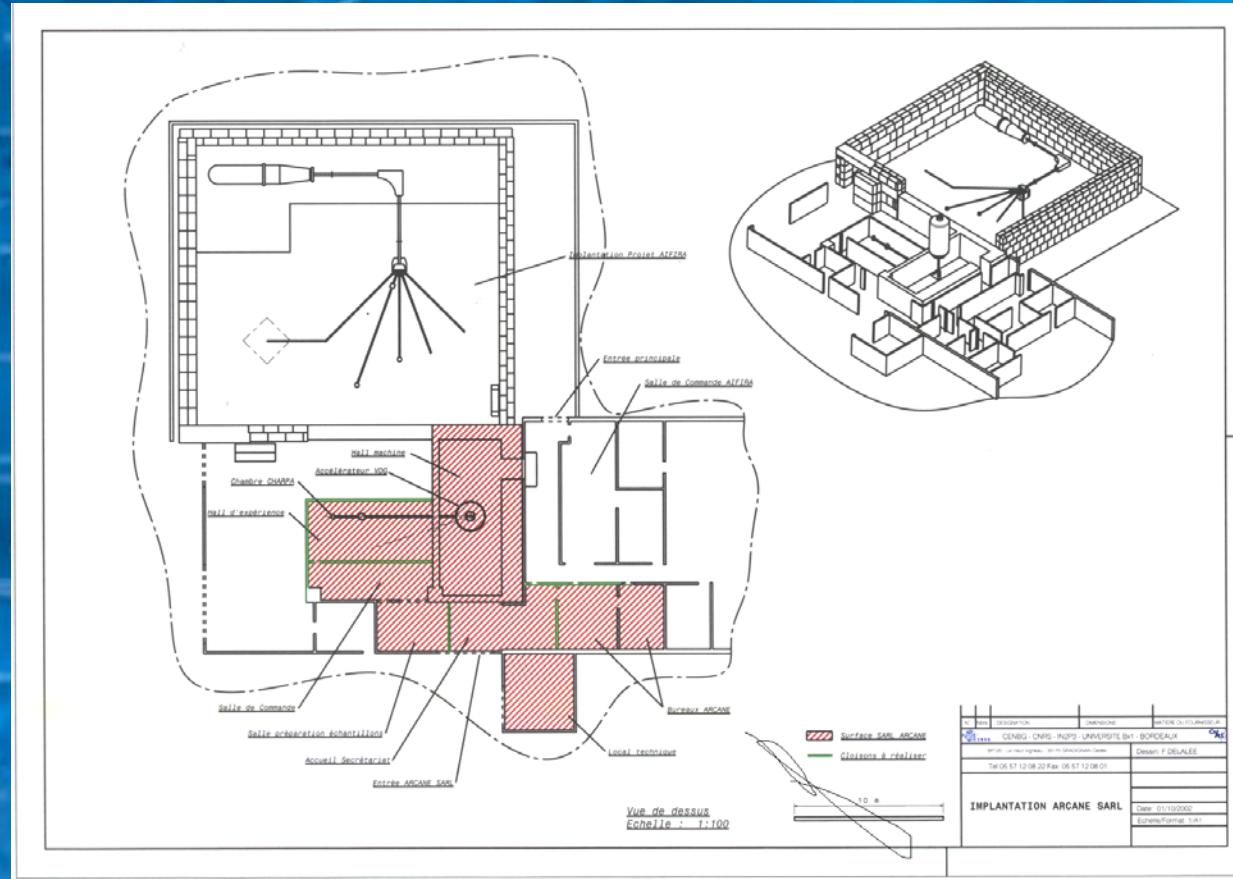
- Analyse élémentaire isotopique
- Analyse en surface ou dans le volume
- Eléments concernés: de Z=3 lithium jusqu'à Z=9 fluor
- Sensibilité \approx 50 à 1000 ppm
- Précision \approx 10%
- Profondeur analysée de 1000Å à quelques microns

- Mécanique, Micro-électronique, et tous domaines pour lesquels il est nécessaire d'obtenir des valeurs précises sur le dosage des constituants légers (couches minces SiOxNy, SiNx, SiOC(H), SiC, TiN, TaN, AlN...)
- Biologie: dosage de traceurs par réactions spécifiques sur des isotopes tels que ^{18}O , ^{15}N

Dosage des éléments légers

Les outils

1. L'installation



Les outils

4. La microsonde nucléaire : un exemple

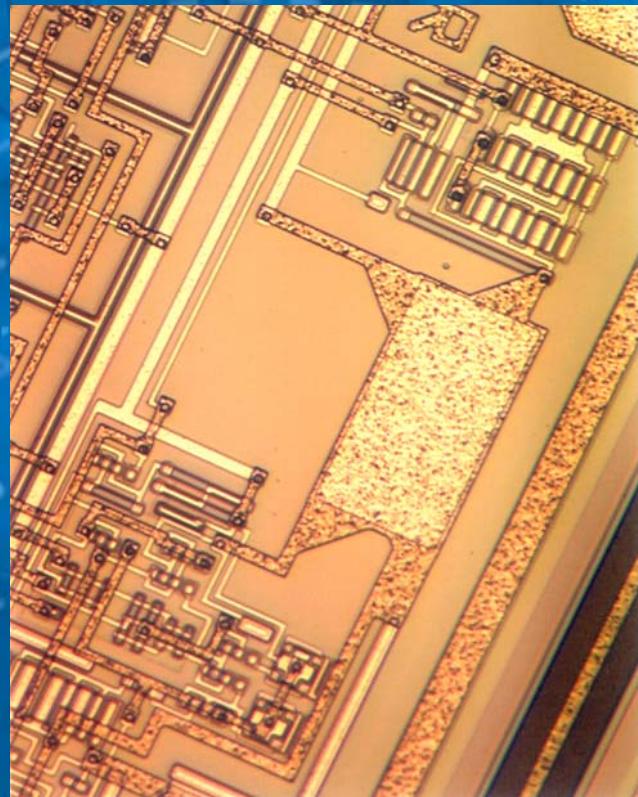
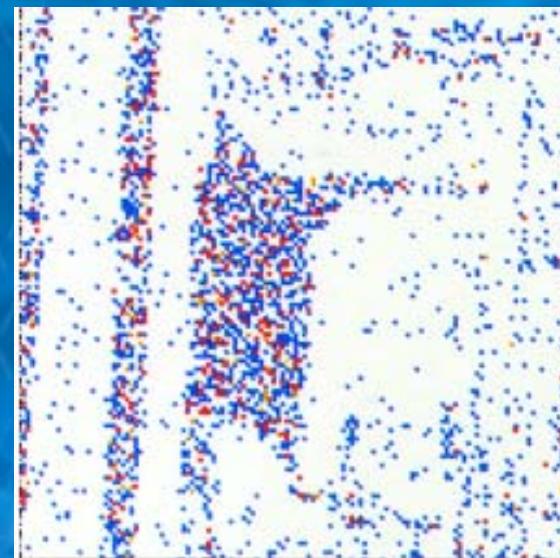
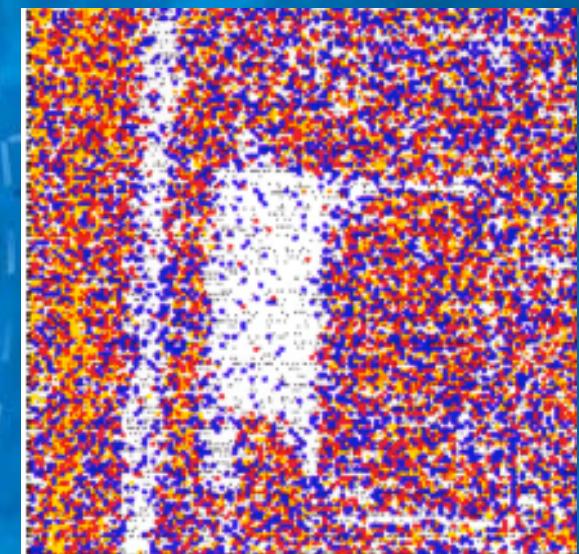


Image MEB



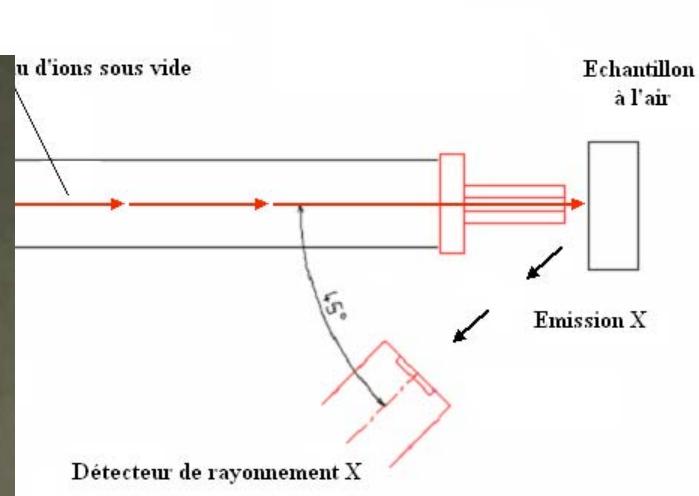
Répartition Al



Répartition Si

Les outils

5. Le faisceau extrait



Apports d'une structure de transfert de technologie

LE POTENTIEL DES METHODES PROPOSEES

- Surface
- Sensibilité
- Localisation

LES PRESTATIONS D'UNE STRUCTURE DE SERVICE

- Fiabilité de la mesure
- Délais
- Coûts
- Confidentialité



Atelier Régional de caractérisation par Analyse Nucléaire Élémentaire



Tél. : 05 57 12 08 88

e-mail : arcane@cenbg.in2p3.fr

Site web : <http://www.cenbg.in2p3.fr/heberge/Arcane>