



HAL
open science

Notice technique : Spectrométrie des électrons Auger

Quentin Gravelier, Alexandre Arnoult, Guy Lacoste, Fabien Mesnilgrete, Léa Astie

► **To cite this version:**

Quentin Gravelier, Alexandre Arnoult, Guy Lacoste, Fabien Mesnilgrete, Léa Astie. Notice technique : Spectrométrie des électrons Auger. [Rapport Technique] Rapport LAAS n° 17208, LAAS-CNRS. 2017. hal-01542695v1

HAL Id: hal-01542695

<https://hal.science/hal-01542695v1>

Submitted on 20 Jun 2017 (v1), last revised 27 Sep 2017 (v2)

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Notice technique :

Spectrométrie des électrons Auger

Q.GRAVELIER, A.ARNOULT, G.LACOSTE, F.MESNILGRETE, L.ASTIE

Table des matières

1.	INTRODUCTION	2
2.	RÉGLAGE DU PIC ÉLASTIQUE ET DÉMARRAGE DES APPAREILS :	3
3.	EN CAS DE PROBLÈMES D’AFFICHAGE :	5
4.	PIC AUGER :	6
5.	PROCEDURE D’ARRÊT :	6
6.	INTERFACE LOGICIEL : AUGER	7
7.	CONCLUSION	10

Notice technique :

Spectrométrie des électrons Auger

1. INTRODUCTION

La spectroscopie des électrons Auger (**AES : « Auger electron spectroscopy »**) induite par les électrons est une technique d'**analyse des surfaces** qui permet l'identification des éléments à la surface des solides (sauf H et He) qui constituent les toutes premières couches atomiques (quelques nanomètres). Son principe repose sur le principe de l'effet Auger, en l'analysant les énergies cinétiques, caractéristiques des éléments dont ils sont issus, des électrons en surface. C'est énergies sont induites par un faisceau d'électrons d'incidences normal, focalisé sur la surface du substrat, de quelques kiloélectronvolts, dans une enceinte sous ultravide, équipé d'un analyseur d'électrons.

La position énergétique des raies Auger permet de déterminer la nature des éléments constituant la surface de la zone où la source est focalisée et la mesure de l'intensité des raies permet, elle, d'accéder à leur concentration (dosage ou quantification).

Au sein du LAAS-CNRS cet outil permet de connaître la nature des atomes qui se trouvent en surface du substrat sur une épaisseur d'environ 1nm. L'analyse des électrons Auger nous donne donc une information importante sur la concentration en oxyde et en carbone à la surface des substrats et peut nous permettre de détecter une contamination dopante dans les équipements de traitement des substrats.

La procédure d'utilisation du spectromètre Auger se déroule en plusieurs étapes :

- Démarrages par étapes des alimentations : le spectromètre fonctionne sous ultra vide. Il est donc soumis à des contraintes en pression particulière, qui oblige, une extrême précaution d'utilisation. Des variations de courants trop rapides peuvent causer des ruptures de composants, ou des remontés en pression dans le bâti.
- Réglage du pic élastique : les énergies des électrons Auger se situent entre les énergies d'électrons secondaires et les énergies d'électrons rétrodiffusés. Ces électrons rétrodiffusés qui reculent avec 100 % de leur énergie primaire forment le pic élastique. Le réglage du spectromètre en fonction de ce pic élastique, garanti l'obtention de données viables.
- Paramétrage du logiciel : les alimentations Haute tension du spectromètre peuvent au cours du temps avoir une légère dérive, de plus, chaque échantillon possède ses propres caractéristiques, l'étalonnage du logiciel avant chaque mesure est donc primordial.
- L'arrêt par étapes des appareils : comme lors de l'allumage, l'arrêt des alimentations doit être fait avec une attention particulière, afin de ne pas détériorer le matériel.

Cette notice a pour but de présenter le spectromètre aux personnes souhaitant l'utiliser et sert d'appui au personnel formateur. Un exemplaire de ce formulaire restera à disposition des utilisateurs à proximité de l'équipement.

Protocole Spectrométrie des électrons Auger

2. RÉGLAGE DU PIC ÉLASTIQUE ET DÉMARRAGE DES APPAREILS :

- 1) Rac Alimentation canon (cf Figure 1)
- 2) Mettre sous tension le canon, la haute tension (H.T.) et le filament, à l'aide des interrupteurs ①, ② puis ③.
- 3) Vérifier que l'interrupteur AES est en position haute.
- 4) Fixer les valeurs de l'énergie E_p et l'intensité du filament (I_e) en se plaçant le sélecteur de mesure ④ sur les positions appropriées.
 - $E_p = 3000 \text{ eV}$ (valeur lue sur l'afficheur) grâce au bouton ⑤ (± 5 tours)
 - $I_e = 18 \mu\text{A}$ (valeur lue sur l'afficheur) grâce au bouton ⑥ Emission control (1/4 de tour jusqu'à la graduation 10 sur ⑥ et attendre 15 sec)
ATTENTION : Tourner le bouton ⑥ très lentement pour permettre la chauffe du filament. Valeur de $18 \mu\text{A}$ à ne pas dépasser. Risque de détérioration du filament et de montée en pression de la chambre !
- 5) **Allumer l'oscilloscope avec le bouton « Intensité » et attendre 10 sec de chauffe.**
- 6) **Mettre sous tension :**
 1. le Générateur de balayage (GdB) (⑪ et ⑫)
 2. le Lock-In Amplifier (LIA) (⑳)
 - Fixer la constante de temps ㉔ au minimum (Min)
 3. Le préfiltre en « OUT » en ㉕ sur le LIA
- 7) Mise sous tension de l'Alimentation Haute Tension (H.T.) en ㉖ (㉗ doit être au minimum)
Positionner le Sélecteur de mesure ④ du Rac d'Alimentation de canon sur H.T.ext. et régler HT = 1400 V à ㉘ l'aide du bouton
- 8) Réglage du générateur de balayage (GdB):
 - Se placer en Mode répétitif (Repeat ㉙) + ON (㉚)
 - Sur Balayage scan ㉛, sélectionner
 - Tension de balayage : $\Delta E = 2000 \text{ V}$ avec bouton noir,
 - Temps ou vitesse de balayage : 0.2s avec bouton rouge x 1 ㉜.
- 9) Placer les échantillons face au faisceau avec ① et ②
 - Sélectionner E_{cma} ④ du Rac Alimentation du canon, les énergies sont visualisable sur l'Afficheur
 - Faire un balayage de la gamme à l'aide du bouton ㉝ du GdB (x 1 en ㉞) jusqu'à visualiser le pic élastique.

- Jouer sur la limite inférieure **15** afin de repérer le pic élastique, puis augmenter la sensibilité du LIA **22** au fur et à mesure de l'optimisation
- Amélioration du pic élastique se fait en :
 - réglant la distance échantillon/canon directement sur le bâti directement avec les boutons **1** et **2**
 - optimisant les réglages de la lentille de déflexion Y, de la focalisation et du wehnelt (**7 8 9 10**)

NB : Faire attention à la position du signal sur l'oscilloscope. Il est important de bien centrer la gamme de balayage sur l'écran de l'oscilloscope

Le pic élastique doit être un signal d'amplitude maximum (meilleure transmission) et de largeur minimum (meilleure résolution). Il doit aussi être symétrique sans présenter de déformation.



position de

Retoucher la déflectrice y, la lentille et le wehnelt. Optimiser la l'échantillon



Diminuer la tension de modulation



Retoucher la focalisation et la position de l'échantillon



Signal correct

10) Affiner le signal en changeant de gamme de ΔE ($\Delta E = 200\text{v}$) sur GdB **13**

Balayage à nouveau la plage d'énergie afin de retrouver le pic élastique et recommencer le réglage

11) Réglage de la phase : (23)

Afin d'obtenir un faisceau retour en phase avec le faisceau incident, il est nécessaire de régler la phase du LIA. Pour annuler le signal, utiliser le bouton (23 a)

- Tourner la phase de 90° (23 a), le signal doit être annulé
- Régler une opposition de phase optimal à l'aide du bouton (23 b)
- Tourner la phase de -90° afin de remettre les faisceau en phase

12) Quand la phase est réglé, éteindre l'oscilloscope.

3. EN CAS DE PROBLÈMES D'AFFICHAGE :

***Si le voyant « sécurité du filament » s'allume**, c'est certainement parce que le faisceau est piégé en amont de la grille. Répéter la procédure en changeant les tensions des déflectrices et du Wehnelt*

***Si le filament ne semble pas chauffer (l'affichage du courant reste à OA)**, cela signifie que la ionisation du faisceau ne s'effectue pas. Il est nécessaire de remettre la HT ext au minimum. Ce phénomène arrive même si l'alimentation HT ext est éteinte !*

! Il ne faut surtout pas augmenter le courant du filament de manière anormal (au delà de 10 unités) !

4. PIC AUGER :

- Time constant 1s ²⁶ sur le LIA (valable pour un balayage de 20 secondes)
- Rac Générateur de Balayage :
 - Se repositionner sur $\Delta E = 2000$ V ¹³ (bouton noir)
 - Se mettre en mode single ¹⁷
- Quand l'initialisation est faite, règle la durée du balayage en faisant varier ¹³ bouton rouge : $0.2s \times 100$ ¹⁹ (balayage de 20 secondes)
- Augmenter HT ext (²¹) (entre 2000 et 2500 V)
- Pour régler la plage de balayage : (Visualisation sur E_{cma} en ⁴)
 - E_{min} :
 - Mode RAZ ¹⁶
 - Mise à zéro à l'aide du bouton ¹⁵
 - Mode (x 1) sur ¹⁸
 - E_{max} :
 - Mode ON ¹⁶
 - Régler l'amplitude de la tension finale ¹⁴ (à la fin du balayage de l'affichage)
- Pour effectuer un balayage il suffira de :
 - Mettre le bouton en position RAZ ¹⁶
 - Lancer le balayage en mettant le bouton sur ON ¹⁶

NB : Un Emin à 50 eV permettra à une personne travaillant seul de déclencher le balayage puis rapidement de déclencher l'acquisition sur l'ordinateur.

5. PROCEDURE D'ARRÊT :

- Remettre Time constante sur min ²⁵
Éteindre le LIA en ²⁴
- Baisser au min l'Alimentation de Haute Tension en ²¹
Éteindre en ²⁰
- Remettre les boutons ¹⁴ et ¹⁵ à zéro
Éteindre le GdB en ¹² puis ¹¹
- Baisser l'alimentation du filament en ⁶ (Visualisation en ⁴)
ATTENTION : baisser lentement le courant afin de ne pas détériorer le filament !
- Baisser Ep en ⁵, attendre que sa valeur soit nulle avant d'éteindre l'alimentation
- Éteindre ³ ² ¹

6. INTERFACE LOGICIEL : AUGER

ATTENTION : Le bouton ENTER du clavier ÉTEINT LE LOGICIEL

- Initialize ⑦
- Calibration V_{offset} ④ lorsque le mode RAZ est activé ⑯
- mode on ⑯ après avoir mis ⑰ sur **x1**
- Calibration V_{final} ⑤ lorsque le balayage atteint Emax
- Offset possible ②
- mettre ⑰ sur **x100**
- Start ⑥
-

Il est possible de créer un offset (ex : $E_{min}-offset = 50$ eV => donne le temps à une personne seule d'atteindre l'ordinateur)

NB : Vérifier que l'étalonnage a bien été pris en compte par le logiciel en ① et ③

The screenshot displays the Auger software interface. On the left, there are several input fields and buttons, some of which are circled in green to indicate key steps:

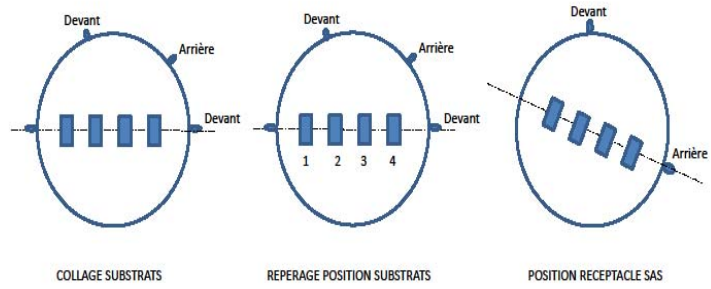
- Eoffset** and **Voffset (V)**: 0 and 0.00976562 (circled ①)
- Estart (>= Eoffset)**: 50 (circled ②)
- Efinal** and **Vfinal (V)**: 2296 and 9.98535156 (circled ③)
- dE/dV**: 230.161918746941
- Max. Sample Num.**: 5000
- Calibration V_{offset}** button (circled ④)
- Calibration V_{final}** button (circled ⑤)
- Start** button (circled ⑥)
- Stop** button

The main area contains a plot with a grid. The y-axis ranges from -0.9 to 1.8, and the x-axis ranges from 224.6 to 2246. The plot shows a noisy signal centered around 0.3. At the bottom, there are fields for **XMin** (50), **XMax** (2296), **XDiv** (10), **YMin** (-1), **YMax** (2), and **YDiv** (10), along with an **Apply** button.

At the bottom left, the **KEITHLEY** logo is visible, along with fields for **DriverLINK Device Number** (0), **E Channel** (0), and **N(E) Channel** (1), and an **Initialize** button (circled ⑦).

At the bottom right, there is an **Info** section with the text: "Click 'Start' to acquire data..."

POSITION SUBSTRATS AUGER



7. CONCLUSION

La spectroscopie des électrons Auger (**AES : « Auger electron spectroscopy »**) induite par les électrons est une technique d'**analyse des surfaces** qui permet l'identification des éléments à la surface des solides (sauf H et He) qui constituent les toutes premières couches atomiques (quelques nanomètres). Son principe repose sur le principe de l'effet Auger, en l'analysant les énergies cinétiques, caractéristiques des éléments dont ils sont issus, des électrons en surface. C'est énergies sont induites par un faisceau d'électrons d'incidences normal, focalisé sur la surface du substrat, de quelques kiloélectronvolts, dans une enceinte sous ultravide, équipé d'un analyseur d'électrons.

La position énergétique des raies Auger permet de déterminer la nature des éléments constituant la surface de la zone où la source est focalisée et la mesure de l'intensité des raies permet, elle, d'accéder à leur concentration (dosage ou quantification).

La présente présente fiche technique récapitule l'ensemble de la procédure d'utilisation du spectromètre Auger disponible en zone EJM de la salle blanche du LAAS-CNRS. Ce document restera à disposition de toutes les personnes formées à l'utilisation de cet équipement.