

Sujet de thèse :

Vers une nouvelle méthode d'analyse adaptée à l'échelle nanométrique : la microscopie électronique élastique (MM-EPEM)

Directeurs de thèse : Luc BIDEUX

Co-encadrants : Christine ROBERT-GOUMET, Guillaume MONIER

Laboratoire ou UR : Institut Pascal, Equipe « Surfaces et Interfaces »

Université : Clermont Auvergne

Email et téléphone: bideux@univ-bpclermont.fr, 04 73 40 76 49

Résumé :

Le domaine de la nanotechnologie suscite depuis plusieurs années un intérêt croissant, notamment dans le monde industriel (électronique, cosmétique, matériaux, ...) qui attend des outils précis et fiables pour un meilleur contrôle des processus de fabrication et une amélioration des systèmes qualité. Cela passe par le développement de différents types d'instrumentation déjà utilisés, via la mise en place de nouvelles fonctionnalités.

Afin d'observer et d'analyser les surfaces nano-transformées (nano-pores, nano-fils, nano-gouttes, nano-particules etc...), de nouvelles techniques de caractérisation doivent être mises au point. En effet, à l'heure actuelle, les techniques d'imagerie, dont la plus couramment utilisée est la microscopie électronique à balayage (MEB), sont confrontées à des verrous technologiques importants limitant la résolution des images obtenues lors de l'étude d'objets de tailles nanométriques. De nouvelles techniques ont vu le jour récemment permettant d'obtenir une reconstruction en 3D d'objets de très faible dimension telles que Serial Block-Face Scanning Electron Microscopy (SBFSEM), Focused Ion Beam Scanning Electron Microscopy (FIBSEM) ou Transmission Electron Microscopy Tomography (TEMT) mais elles s'avèrent très coûteuses et entraînent la destruction de l'échantillon analysé.

C'est dans ce contexte que l'équipe « Surfaces et Interfaces » de l'Institut Pascal a développé depuis plusieurs années une technique de spectroscopie électronique dite Elastic Peak Electron Spectroscopy (EPES) basée sur l'interaction élastique des électrons avec la matière. Après bombardement électronique de faible énergie, la surface d'un matériau renvoie des électrons possédant la même énergie que les électrons incidents : ce sont les électrons rétrodiffusés élastiquement. Cette spectroscopie s'est avérée être une méthode de caractérisation très sensible à la surface et non destructive. Associée à une simulation Monte-Carlo, développée par la même équipe, elle a pris un essor important dans deux domaines :
- fondamental : très largement utilisée pour déterminer le libre parcours moyen inélastique [NIST Electron Inelastic-Mean-Free-Path Database, Standard Reference Database 71, Version 1.1. Nat. Inst. Standards Technology, Gaithersburg, MD, 2000.] qui est un paramètre fondamental dans tous les calculs permettant une analyse quantitative des résultats obtenus en spectroscopies électroniques (XPS, AES, etc...).

- appliqué : pour les analyses de surface, l'EPES s'est avérée être un outil complémentaire aux autres spectroscopies pour l'analyse global d'une surface et la mise en évidence des ségrégations de surface, des diffusions lors de la fabrication d'hétérostructures, mais aussi lors de l'analyse de matériaux nanoporeux.

En s'appuyant sur cette expertise, nous proposons un sujet de thèse sur le développement d'une nouvelle méthode d'imagerie basée sur ces électrons rétrodiffusés élastiquement. En effet, en balayant la surface à l'aide d'un faisceau d'électrons de très faible diamètre et en analysant les électrons élastiques rétrodiffusés, il est possible de reconstruire une image de la surface. Cette nouvelle technique appelée Muti Mode-Elastic Peak Electron Microscopy (MM-EPEM) permettra de localiser de manière précise et fine les différentes structures présentes à la surface et, en modulant l'énergie primaire des électrons, de sonder en profondeur la matière sans avoir d'effet destructeur. Pour accéder à des informations quantitatives, les résultats obtenus expérimentalement seront couplés à des simulations Monte-Carlo décrivant le cheminement des électrons dans la matière.

Cette nouvelle technique de microscopie peut aisément être installée dans des bâtis sous ultra-vide, ou bien des systèmes de nano-sondes Auger (SAN) comportant un canon à électrons à balayage et un analyseur d'électrons permettant ainsi une analyse *in situ* de manière non destructive et en temps réel. Mais l'objectif principal de ce projet serait à terme d'intégrer cette nouvelle technique dans un MEB, instrument de référence permettant la réalisation d'images de surface, ce qui élargirait de manière considérable son utilisation dans le cas d'objets de taille nanométrique. Cette nouvelle fonctionnalité permettrait aux utilisateurs de microscopes électroniques de pouvoir superposer des informations sur la morphologie de surface à des informations en profondeur sur quelques nanomètres sans détériorer la surface. Les premiers résultats obtenus par l'équipe représentent une évolution significative dans le monde de la microscopie, puisque les techniques actuelles non destructives ne sont pas capables de détecter une si faible quantité de matière.

Partenariat :

Ce projet possède un potentiel de valorisation important. Nous avons déposé en 2017 un projet en maturation à la SATT Grand Centre dont la première étape nous a permis de protéger le logiciel associé à la simulation Monte Carlo. La deuxième étape a porté sur une étude de marché qui a abouti à un premier contact avec une société franço-Tchèque mettant au point de nouveaux instruments d'analyse. Son expertise pourrait nous permettre de développer notre technique pour des applications en lien direct avec les besoins des utilisateurs d'instruments tels que les MEB et les nano-sondes SAN.

Afin de procéder à ce développement, nous envisageons de réaliser des études sur un instrument non présent sur le site Clermontois. En collaboration avec le CEA de Grenoble, des analyses seront réalisées dans un SAN. L'un des avantages de cet équipement est la résolution latérale du canon à électrons (~50 nm) qui permettra d'atteindre une résolution plus fine, point important pour l'analyse de nanomatériaux. Les résultats de microscopie élastique associés à ceux obtenus par SAN montreront le potentiel de ces deux techniques pour l'étude d'objets nanométriques.

Comme nous voudrions à terme implanter cette nouvelle technologie dans un MEB, nous envisageons également de réaliser des tests chez notre partenaire 2Matech société clermontoise d'ingénierie et d'expertise principalement dans les domaines de la mécanique avancée et de la caractérisation des matériaux.

Mots clés :

- Les techniques du Vide
- Analyses de surfaces par :
 - Spectroscopies électroniques XPS, AES, EPES et UPS.
 - Diffraction des électrons LEED
- Elaboration de surfaces modèles sous ultra-vide
- Imagerie élastique et Microscopie électronique à balayage
- Simulations Monte-Carlo pour l'étude du parcours des électrons dans la matière