

# BULLETIN n°8 – Janvier 2008

Bilan - L'équipe - Spéciation du chrome - Projets R&D - Infos - Petite annonce - Applications XPS/ESCA



## BILANS – L'EQUIPE – SPECIATION DU CHROME – PROJETS R&D

### Bilan du nouveau spectromètre XPS



L'équipe de Science et Surface  
De gauche à droite : Jacques Brissot, Delphine Pavon, Marie-Catherine Brun, Brigitte Georges, Carol Grossiord, Didier Parrat

Plus d'un an après sa mise en service, le nouveau spectromètre XPS hautes performances PHI Quantera tient toutes ses promesses :

- augmentation de 30 % de l'activité de la technique,
- nouveaux clients, notamment issus de la CEE,
- amélioration des délais,
- embauche d'un ingénieur.

Parmi les possibilités et améliorations nouvelles les plus remarquables, on peut noter :

- mise en place de procédures d'analyses adaptées pour le contrôle des surfaces;
- obtention facilitée de profils de répartition en profondeur sur plusieurs dixièmes de micron;
- obtention automatique de profils angulaires pour analyse à haute résolution en profondeur (voir application au dos).

### Bilan des Journées Portes Ouvertes 2007

Les journées portes ouvertes instaurées début 2007 ont permis à plus de 40 sociétés de venir découvrir notre offre et de discuter de l'apport des techniques d'analyse de surface de matériaux dans leurs problématiques quotidiennes.

D'autres journées seront programmées en 2008 suivant la demande. N'hésitez pas à nous faire part de votre intérêt pour ce genre de manifestation

### Spéciation du chrome

Nous constatons une forte augmentation de la demande d'identification de la spéciation du chrome dans les revêtements de surface pour l'automobile et les circuits électriques (directives 2000/53/EC (1) ou RoHS (2)). La technique XPS est intéressante pour différencier chrome III et chrome VI, dans certaines conditions (voir application au dos).

(1) Directive 2000/53/EC of the European Parliament on end-of-life vehicles, OJEC L269, 34.

(2) Directive 2000/95/EC of the European Parliament on Waste Electrical and Electronic Equipment, Official Journal of the European Communities L37, 19-23

## PROJETS R&D

**Projet ACTIPROTEX (Pôle de compétitivité TECHTERA)** : ce projet, labellisé TECHTERA, a démarré le 1<sup>er</sup> octobre 2007 pour une durée de 3 ans. Il associe divers partenaires industriels de l'industrie textile et laboratoires de recherche pour le développement de textiles de protection multi-actifs.

**Projet RFT (Resistance Ferrous Temperature)** : ce projet, labellisé EUREKA, a démarré le 1<sup>er</sup> décembre 2007 pour une durée de 2 ans. Une société française spécialisée dans les études métallurgiques et le traitement thermique (EMTT), une société espagnole (SA METALLOGRAFICA) et un laboratoire de l'INSA (MATEIS) sont associés à SCIENCE ET SURFACE pour mener à bien ce projet, qui vise à développer un matériau ferreux à bas taux de nickel, résistant à hautes températures (> 800°C).

**Implication dans les pôles de compétitivité** : 2 autres projets dans lesquels SCIENCE ET SURFACE apportera sa contribution sont en cours d'élaboration.

## INFOS

### Stage de formation aux techniques physico-chimiques d'analyse des surfaces de matériaux

Le succès de cette formation ouverte à 12 stagiaires maximum par session, et ceci pour la 7<sup>ème</sup> année consécutive, ne se dément pas.

Dates des prochaines sessions :

**26 et 27 mars 2008 / 18 et 19 novembre 2008**

Renseignements, programme et bulletin d'inscription disponibles sur notre site web, au 04 72 86 00 45 ou par e-mail à [contact@science-et-surface.fr](mailto:contact@science-et-surface.fr)

## PETITE ANNONCE

Science et Surface vend Spectromètre XPS pour cause de renouvellement : appareil en parfait état de marche, toujours utilisé pour de la prestation de service dans notre laboratoire.

Type : **S-Probe SSI**

Année d'achat : 1985, up-gradé en 1992

Equipements : flood-gun (analyse des isolants), canon à ions IQE 12/38 (Leybold)



Toute l'équipe de SCIENCE ET SURFACE vous présente  
ses meilleurs vœux pour l'année 2008

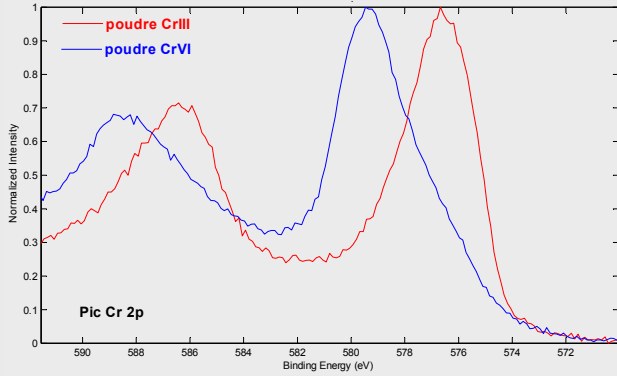


**Etude de la spéciation du chrome dans les traitements de surfaces**

**Méthodologie :** Comparaison de la surface du traitement avec des poudres références Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (Cr III) et CrO<sub>3</sub> (Cr VI).

**Résultats :** identification du degré d'oxydation du chrome si le traitement ne contient qu'une forme chimique et dosage du Cr VI dans un revêtement Cr III, uniquement si sa teneur excède 10 % du chrome total.

*Rq. 1 : pas de possibilité de détecter des traces de Cr VI dans du Cr III majoritaire (car pied du pic du Cr III)*



*Rq. 2 : pas de possibilité de détecter des traces de Cr III dans du Cr VI majoritaire (car possibilité de réduction sous le faisceau de photons)*

**Limitations :**

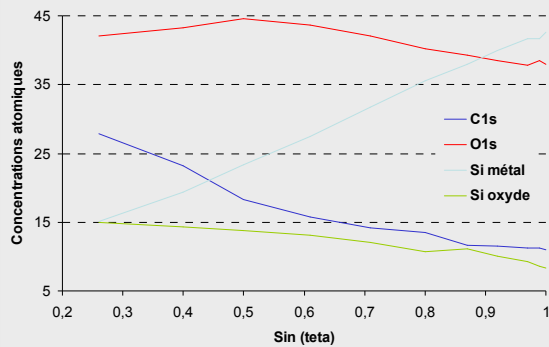
1. Cr VI est réduit sous le faisceau de rayons X (d'autant plus que l'exposition est longue), ce qui ne permet pas de mettre en évidence des traces de Cr VI dans un composé majoritairement sous forme Cr III. De plus, si la forme Cr VI est présente à 100%, on observera également une forme Cr III induite par le phénomène de réduction. Pour que la détection soit possible, il faut que la teneur en chrome soit > 2 % at..
2. S'il s'agit d'un mélange, nous identifierons les deux formes uniquement si elles sont présentes dans des teneurs proches. Si une des formes est minoritaire (<10% du chrome total), nous n'identifierons que la forme prépondérante.

**Analyse d'extrême surface : étude de l'oxyde natif en surface d'un wafer Si**

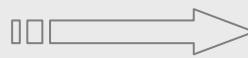
**Méthodologie :** analyse à différents angles de détection.

**Résultats :** estimation de l'épaisseur de l'oxyde natif avec une bonne précision. Possibilité de discriminer de très faibles différences d'oxydation.

**1. Concentration élémentaire en fonction de l'angle de détection**

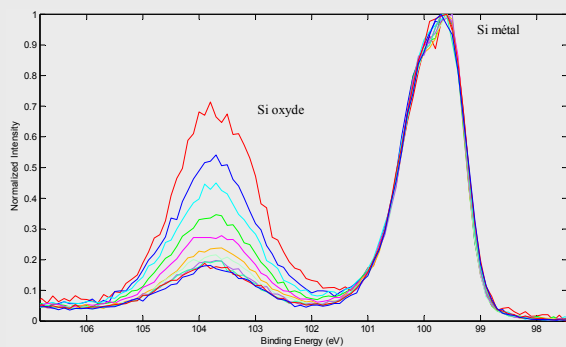


L'application du formalisme liant profondeur sondée et atténuation du signal donne pour chaque angle une valeur d'épaisseur d'oxyde



Angle de détection (°)	Epaisseur oxyde (nm)
15	0,83
30	0,94
45	0,97
60	0,98
75	0,87
90	0,83
Moyenne	0,90 ± 0,07

**2. Étude des pics Si 2p du silicium**



Calcul de l'épaisseur de l'oxyde natif par l'outil Multipak® Ultra Thin Film Analysis (PHI)



Couche organique : 0,40 nm (C 100%)

Oxyde : 0,92 nm (O 67% + Si 33%)

Substrat (Si 100%)