



# UVD-STEM & Polissage Ionique

## GN-MEBA 2020



# MILEXIA France SAS Instrumentation Scientifique



- **Microscopie électronique**

HITACHI  
Inspire the Next

Quorum  
TECHNOLOGIES  
PREPARATION FOR EXCELLENCE

DENS  
solutions

ibss  
Group, Inc.

TVIPS  
TIETZ VIDEO AND IMAGE PROCESSING SYSTEMS

AMT

Simple Origin

DEBEN

Micro to Nano  
Innovative Microscopy Supplies

- \* MEB, MET et FIB

- \* Préparation d'échantillons (métalliseurs/évaporateurs, point critique, fours plasma, polisseurs ioniques, nettoyeurs plasma et UV, etc)

- \* Equipements complémentaires (porte échantillons MET pour tests « in-situ », Porte échantillons cryo pour MET, paltine cryo pour MEB et FIB, caméras pour MET, etc)

- \* Consommables

- **Microscopie en champ proche couplée IR**

molecular  
V I S T A

- **Microscopie acoustique**

HITACHI  
Inspire the Next

- **Profilométrie optique sans contact**

SENSOFAR  
METROLOGY



## Analyse élémentaire

**ThermoFisher**  
SCIENTIFIC

 **Rigaku**  
Leading With Innovation

- Microanalyse X (EDX, WDX)
- Fluorescence X (XRF, TXRF)

## Analyse structurale

**ThermoFisher**  
SCIENTIFIC

 **Rigaku**  
Leading With Innovation

- Diffraction des électrons rétrodiffusés dans le MEB (EBSD)
- Diffraction X (XRD)

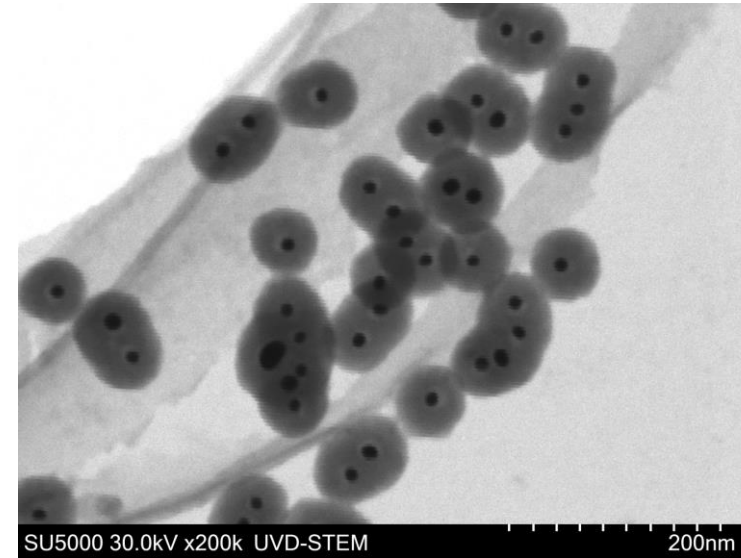
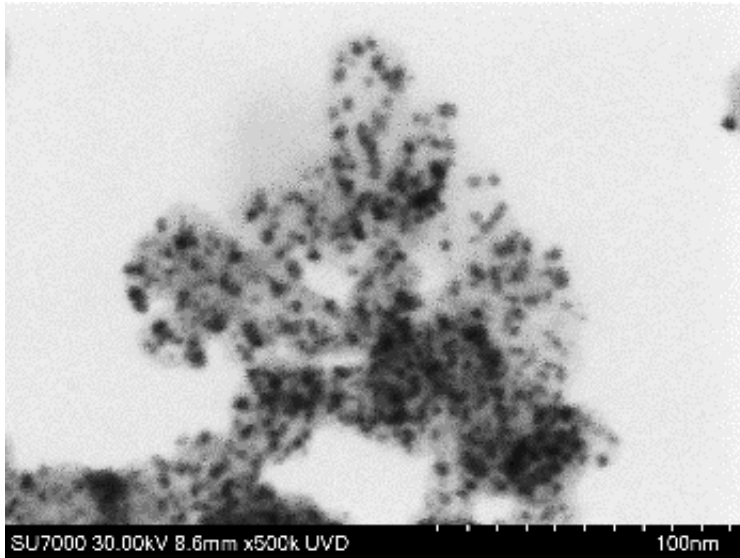
| MILEXIA France SAS  
Gamme Hitachi High Tech



# Hitachi High Tech : les solutions en microscopie électronique

<i>MEB de table</i>		<i>MEB à filament tungstène</i>		<i>Préparation d'échantillons</i>	
 Série TM4000 II	 FlexSEM1000 II	 SU3800	 SU3900	 IM4000 Plus	
<i>MEB à effet de champ FEG</i>			<i>STEM</i>		 IM5000
 SU5000	 SU7000	 Série REGULUS	 SU9000	 HD2700	 ZONE SEM II
<i>MET</i>			<i>FIB</i>		 ZONE TEM II
 HT7800	 HF5000	 HF3300S	 NX5000	 NX9000	

# UVD-STEM : détection des électrons transmis dans le MEB

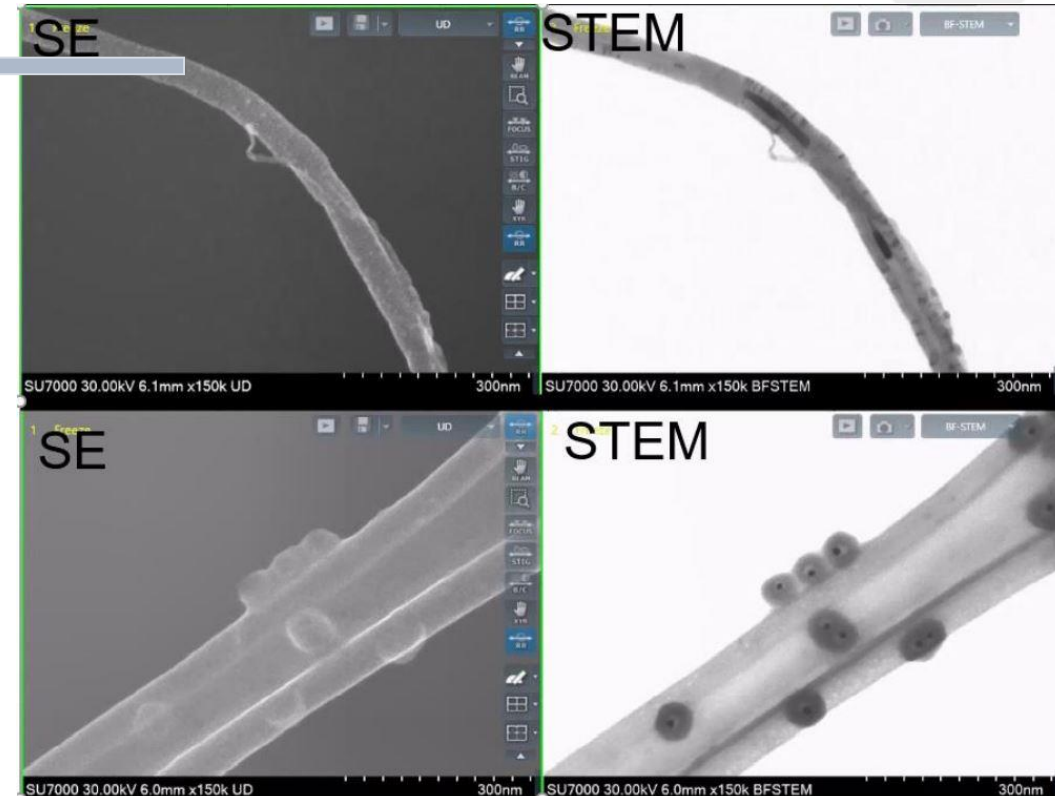
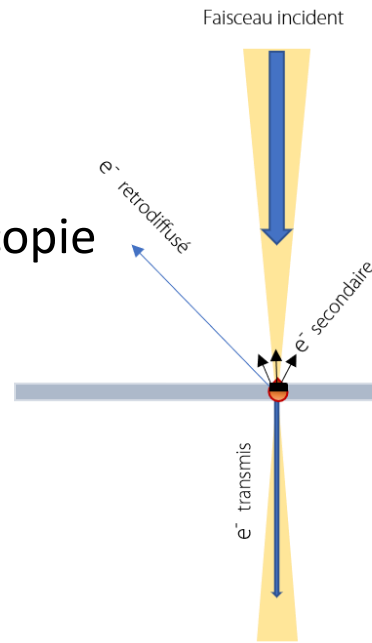


# UVD-STEM

## Le STEM c'est quoi ?

### → STEM: Scanning Transmission Electron Microscopie

- Travail sur échantillon mince
- Travail à « haute tension » d'accélération
- MET, MEB , MEB de table .....



Bright Field (BFSTEM) : Signal en électron transmis non diffracté, information interne, contraste de densité atomique /masse

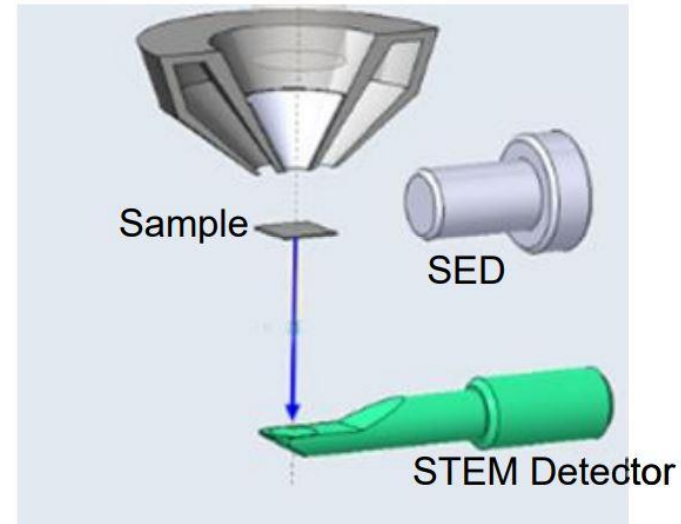
SE (UD): Signal en électron secondaire, information de surface, contraste topographique

# UVD-STEM

## STEM conventionnel (MEB):

- Nécessite des détecteurs dédiés: Bright field, Dark Field (et un port libre sur la chambre du MEB)
- Un porte échantillons adapté
- Solution coûteuse

Application: nano poudre, échantillon biologique mince



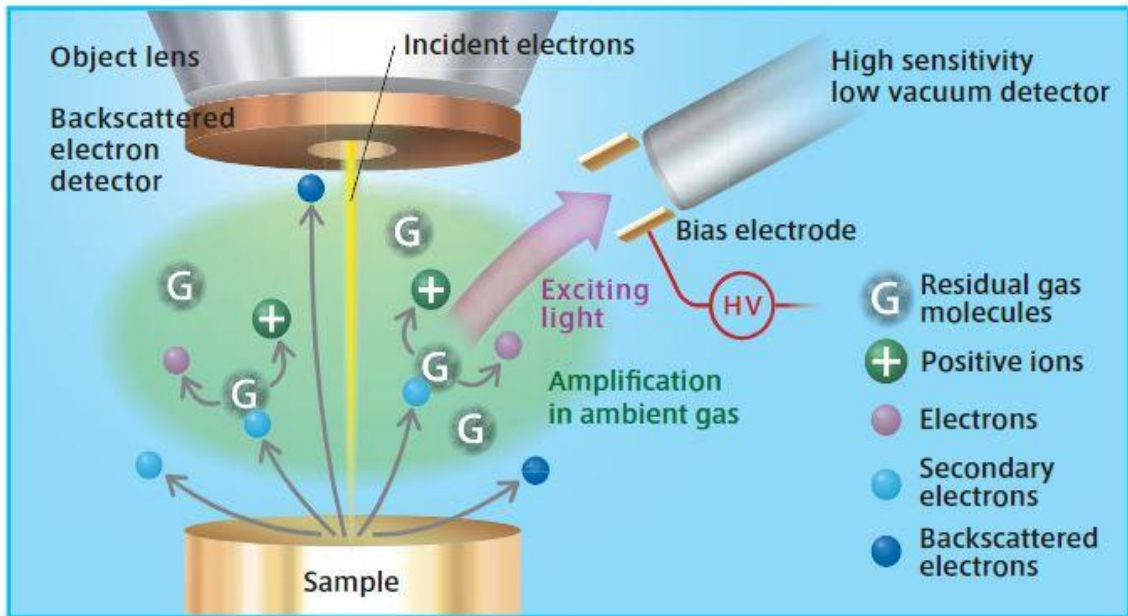
## STEM UVD

Solution « LOW COST »

Peut être adapté sur une grande majorité de MEB équipé du **détecteur UVD**

Simple à mettre en oeuvre

# UVD-STEM



- Permet d'obtenir une image de type électron secondaire en mode VP (variable pressure)
- Le détecteur UVD est sensible à la lumière (300nm-600nm)
- Les électrons secondaires rentrent en collision avec les molécules de gaz et génèrent des photons
- Peut être activé en mode High Vacuum pour de l'UVD-STEM
- Détecteur présent sur de nombreux MEB Hitachi: [TM4000Plus](#), [FlexSEM](#), [SU3800/3900](#), [SU5000](#), [SU7000](#) et précédente génération

# UVD-STEM

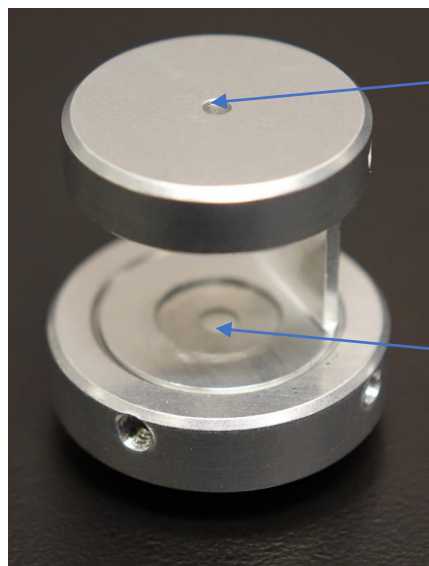
## Principe

Le détecteur UVD va détecter les photons générés par les électrons transmis frappant le scintillateur.

Une image en électrons transmis est alors obtenue.

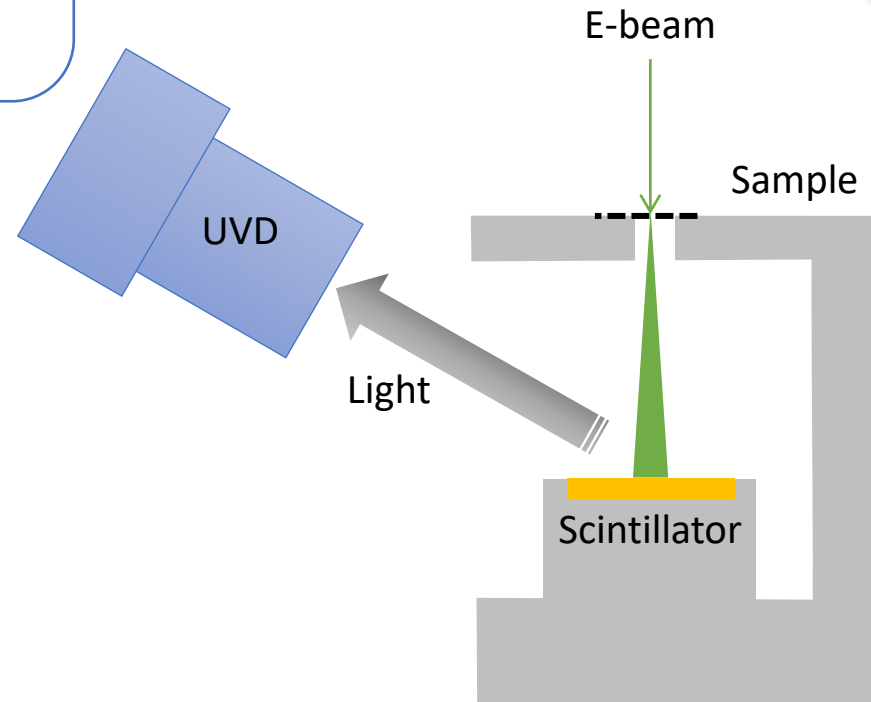
### Dimensions

L: 26 mm  
W: 26mm  
H: 28 mm



Echantillon

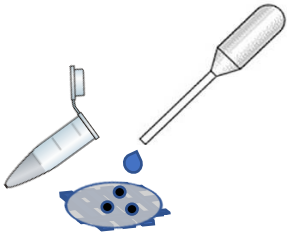
Scintillateur



# UVD-STEM

## Mise en œuvre

Les échantillons sont préalablement installés sur la grille  
(poudre, lame mince, bactérie..)

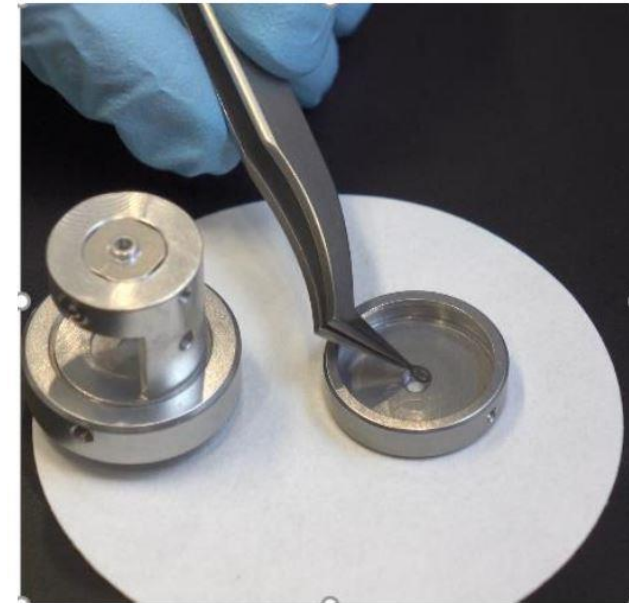


Poudre dispersée



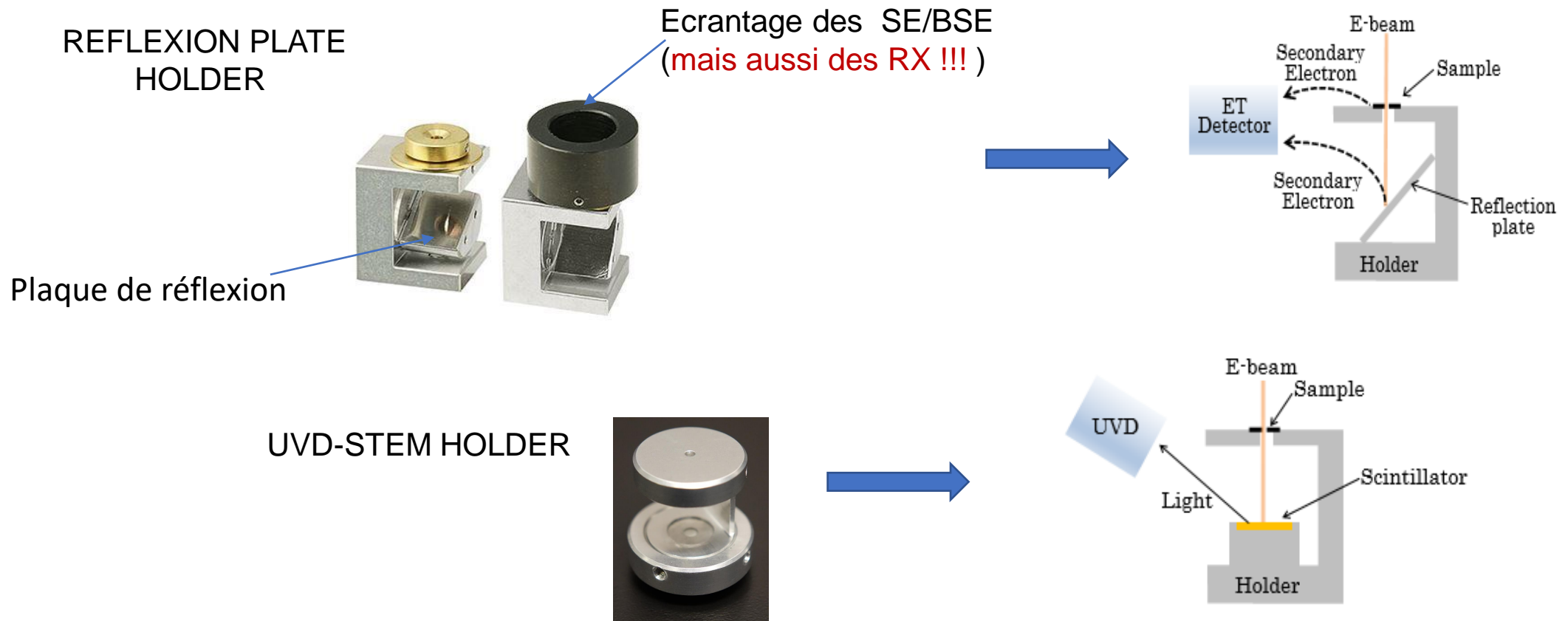
Coupe ultramicrotome

- La grille est déposée dans le capuchon du support
- Un trou M4 à la base du support permet de visser le Holder sur la base du porte échantillon Hitachi



# UVD-STEM

## Comparaison avec les support STEM de type « REFLECTIVE PLATE »

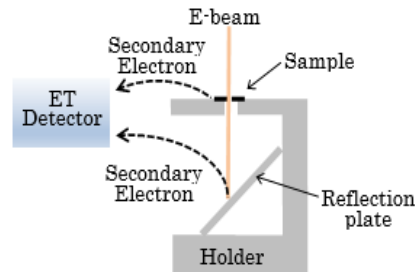
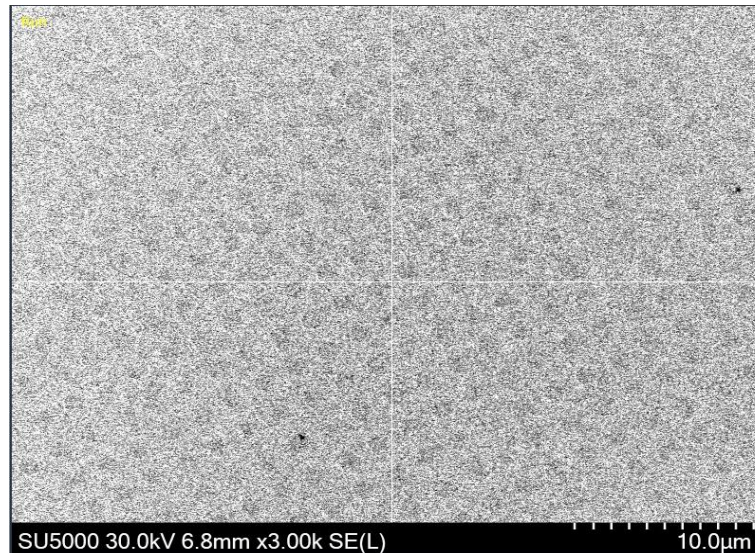


# UVD-STEM

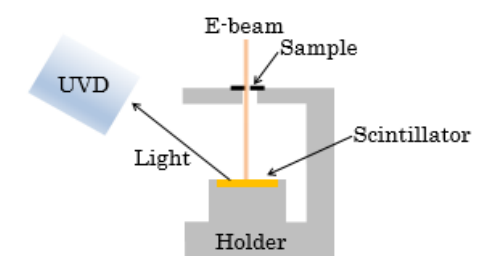
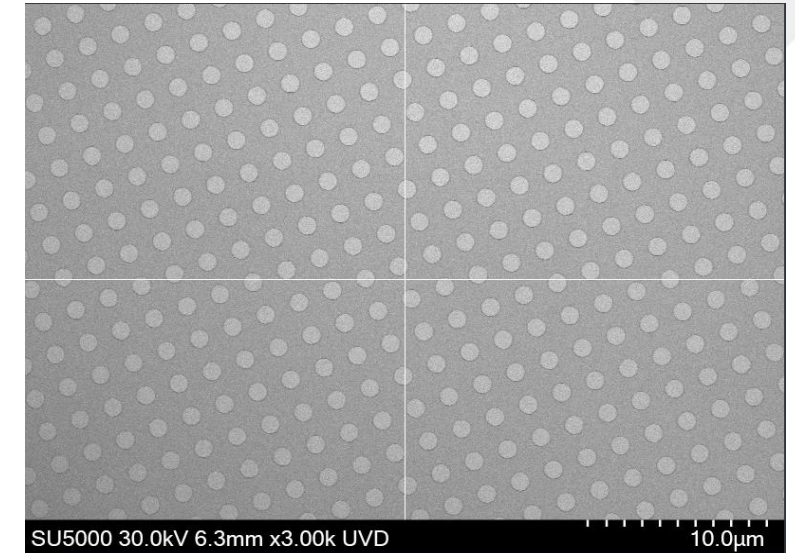
Comparaison rapport S/N en vitesse de scan rapide

- Le meilleur rapport S/N permet de travailler en vitesse de balayage rapide avec l'UVD STEM
- Inspection de l'échantillon plus confortable
- Le signal n'est pas parasité par les SE

## REFLECTION STEM



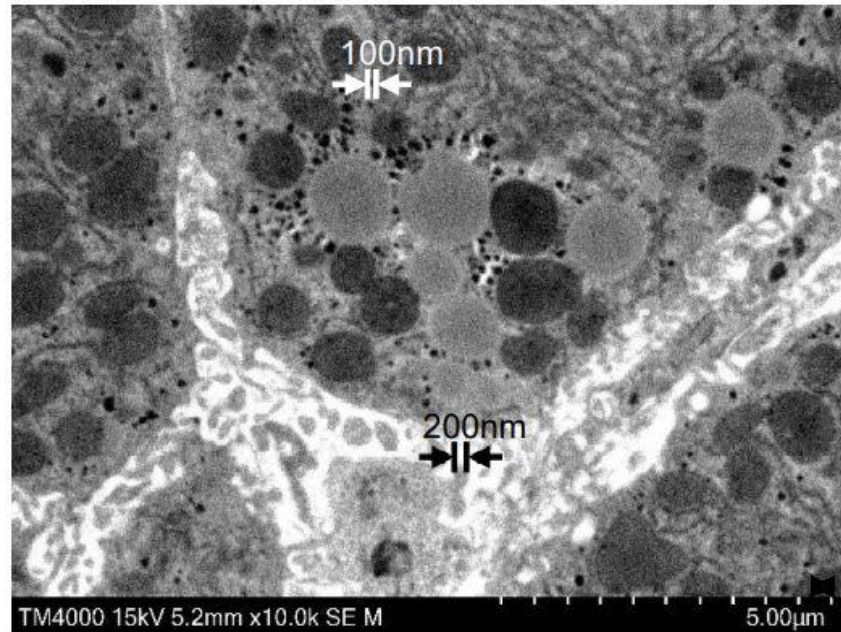
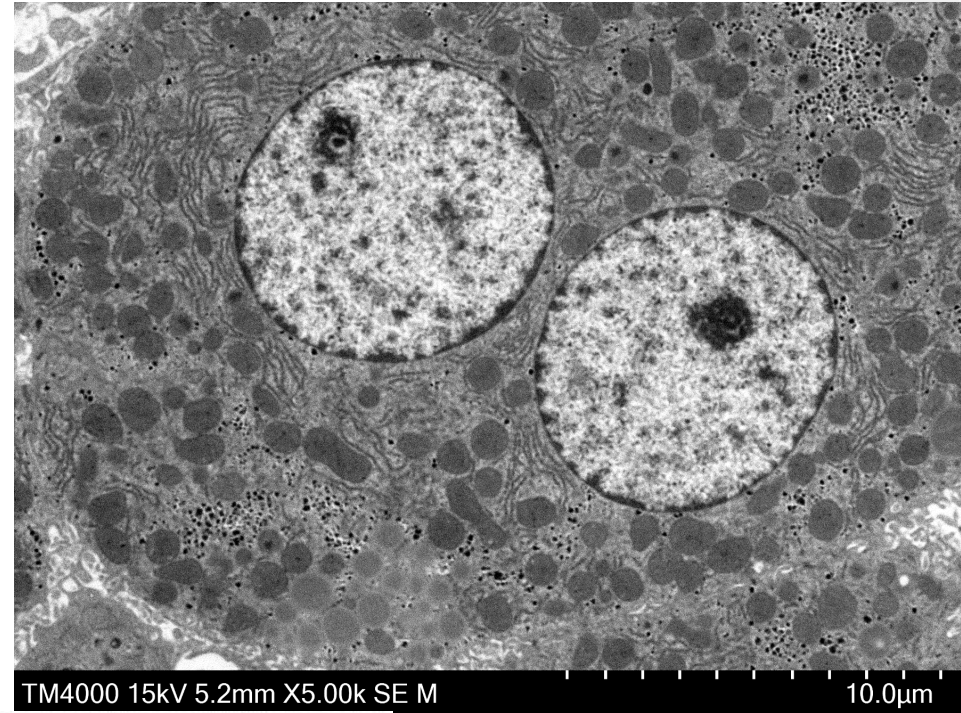
## UVD-STEM



# UVD-STEM



TM4000Plus



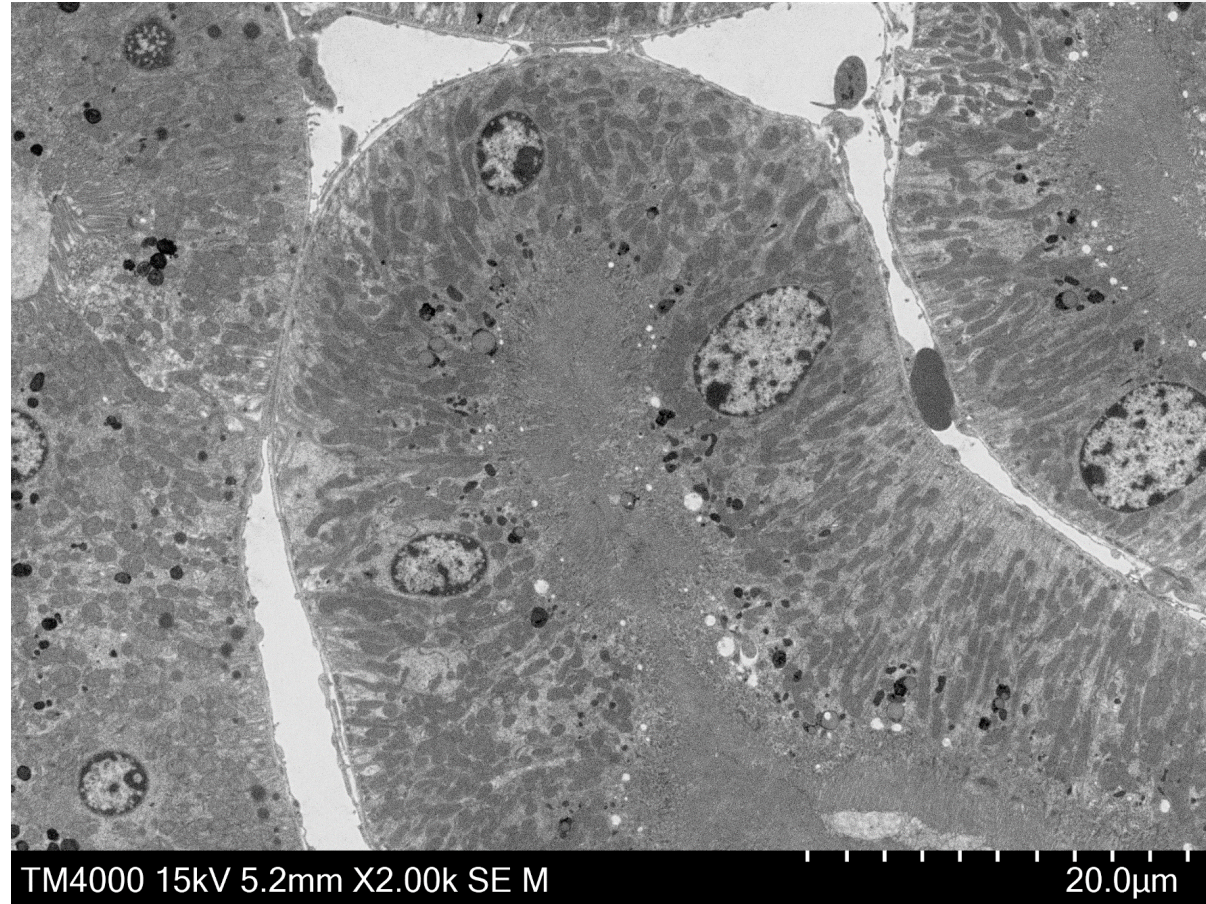
Foie de rat  
X5000 et  
X10000

Sur TM4000  
SE M = UVD

# UVD-STEM



TM4000Plus

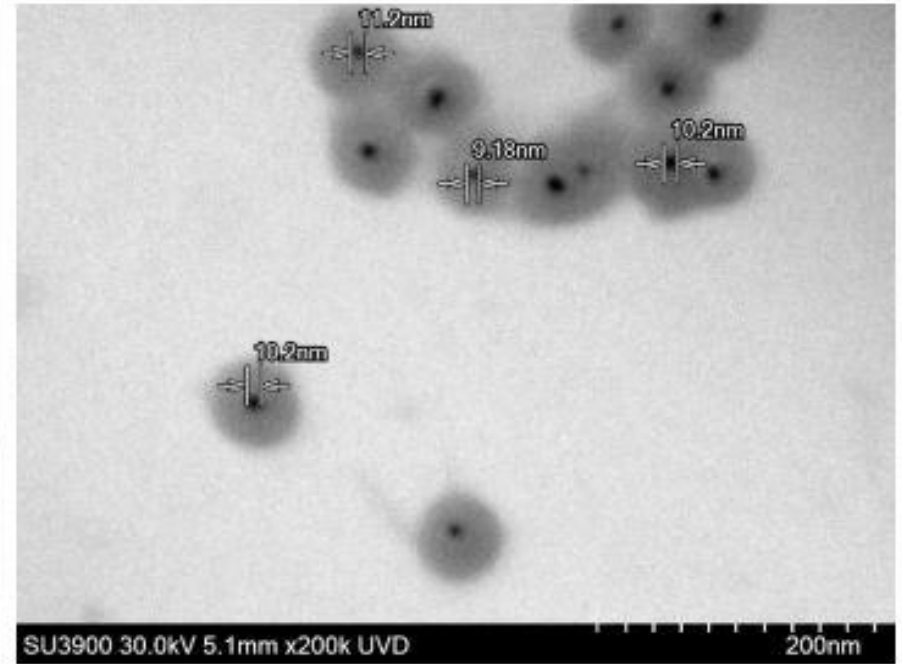
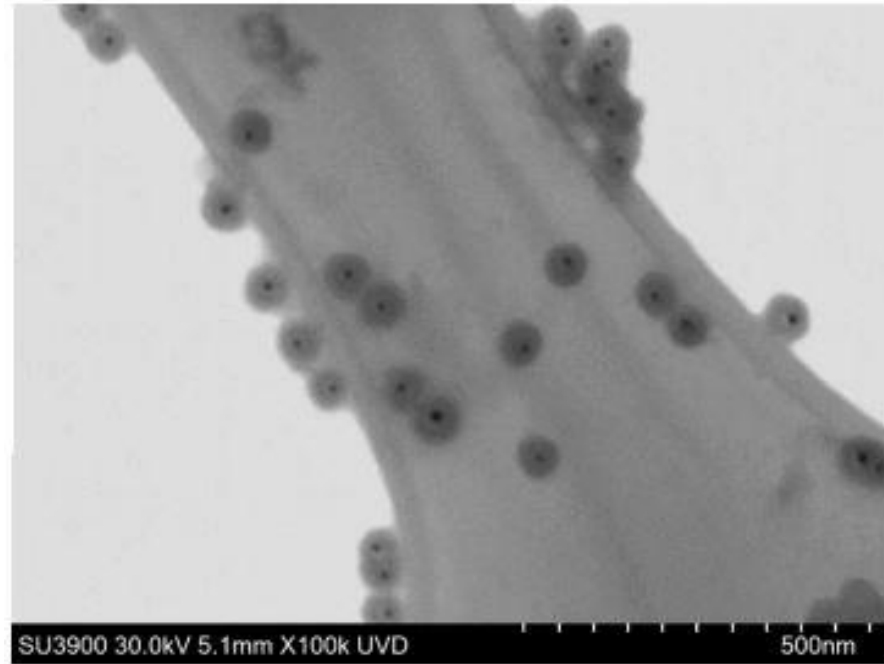


Rein de rat  
Grandissement X2000

# UVD-STEM



SU3900



Au/SiO<sub>2</sub> Core shell particle

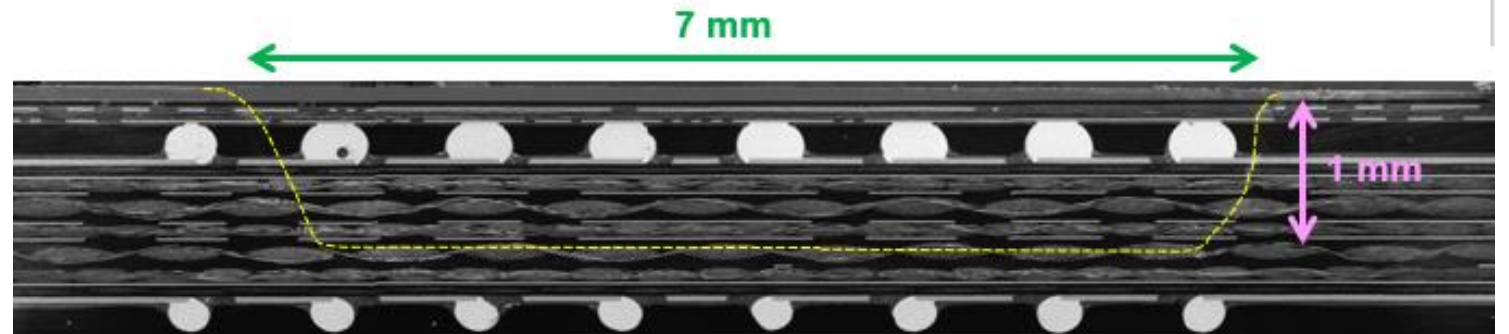
## Résumé



### Les avantages du détecteur UVD-STEM

- Meilleur rapport signal sur bruit comparé à des supports STEM à réflexion
- Pas d'écrantage des rayons X/ amélioration de la résolution latérale
- Adaptable sur tous les MEB Hitachi équipés de détecteur UVD
- Mise en œuvre rapide et facile
- Faible coût

# Polissage ionique hybride



# Polissage ionique

Hitachi a une longue expérience en polissage ionique

1989: Premier polisseur ionique

2010: Appareil hybride (**cross section** et **polissage à plat**)

Gamme actuelle:

- ArBlade 5000
- IM4000 Plus

Utilisation d'un faisceau d'ion non focalisé  
« **Broad ion Beam** »



IM4000 Plus



ArBlade 5000



E-3100

1989



IM-3000

2007

Flat Milling System



E-3500Plus

2008

Cross Section System



IM4000

2010

Hybride System (Flat Milling & Cross Section)

2013

2017

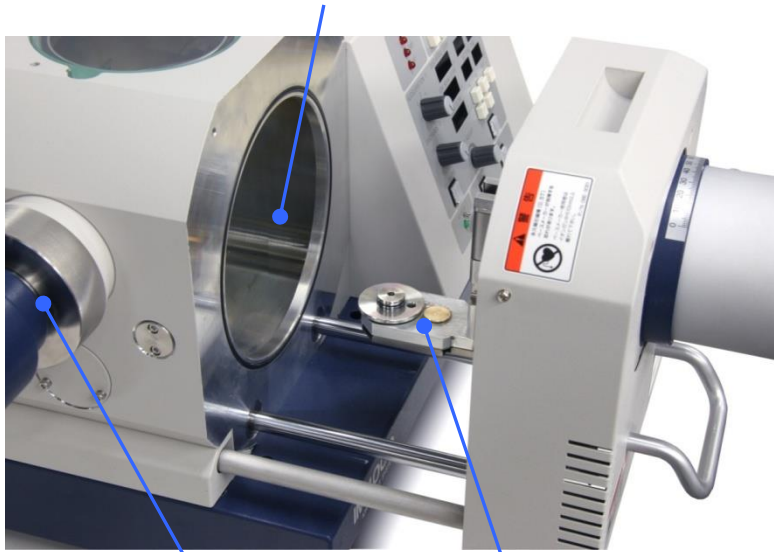
# Polissage ionique

Deux modes de travail possible :

- Flat Milling
- Cross Section

Passage d'un mode à l'autre très rapide

Sample chamber



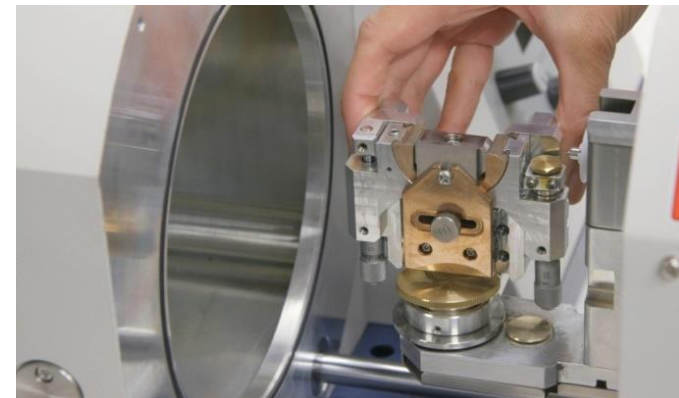
Ion gun

Specimen stage

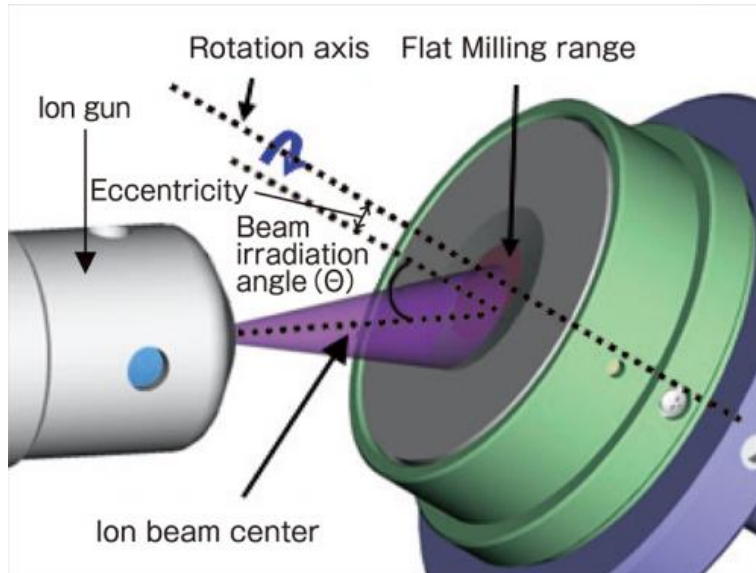
Support pour Flat Milling



Support pour Cross Section



# Flat milling: Principe



Le Flat milling est efficace pour retirer une couche de contamination de surface et comme finition après un polissage mécanique

- Permet de traiter des zones larges 5mm -> qq cm
- Process rapide: quelques minutes

## Application

- Elimination des artefacts du au polissage mécanique (déformation, écrouissage, échantillon sensible)
- Révélation de microstruture (sans attaque chimique)
- Observation de joint de grain, analyse d'interface.....
- Préparation pour EBSD

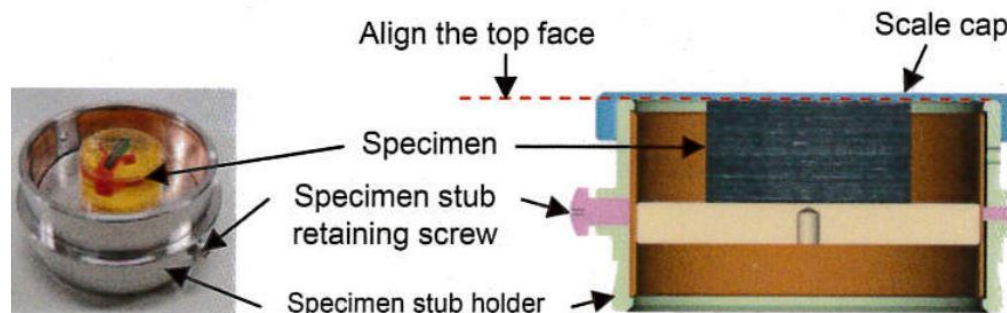
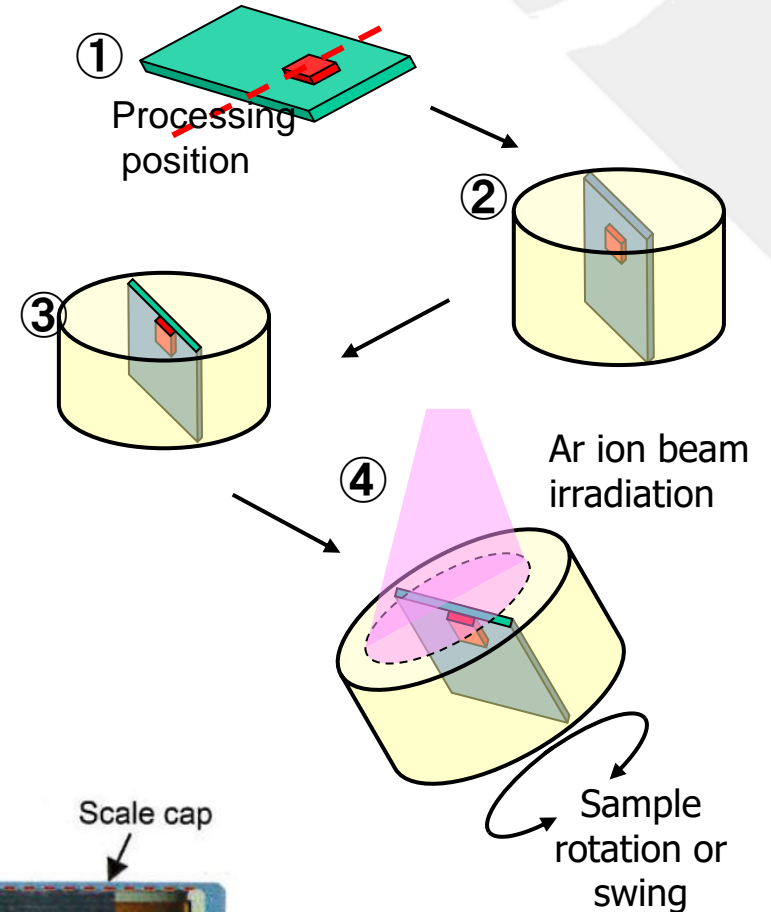
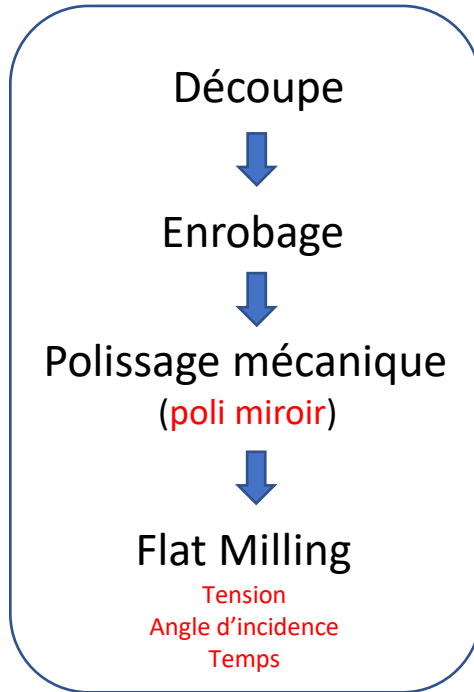
# Flat Milling: Principe

Porte échantillon pour Flat milling

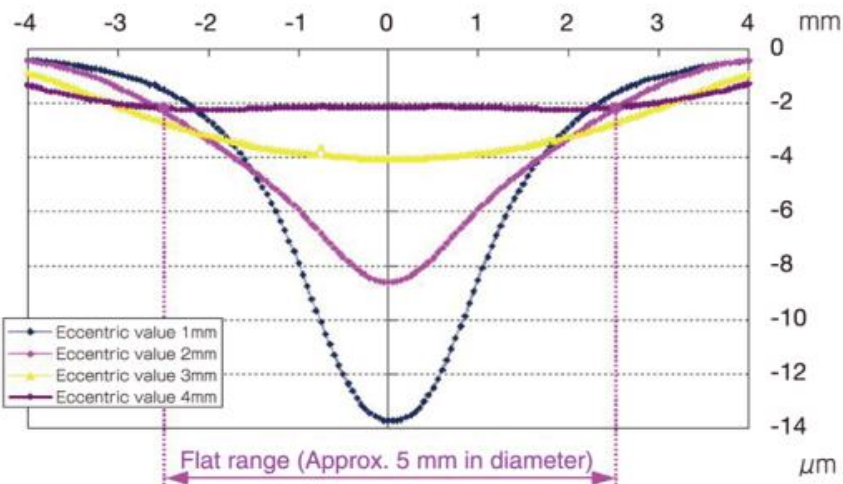
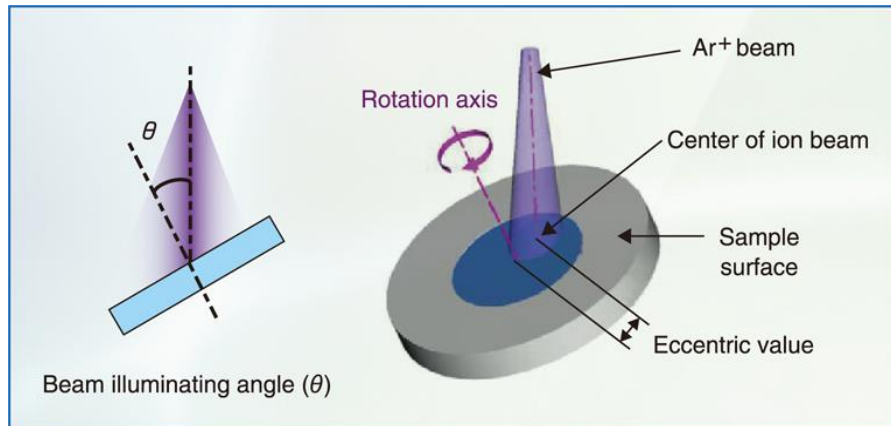


Echantillon:

Ø 50mm maximum  
H: 25mm maximum

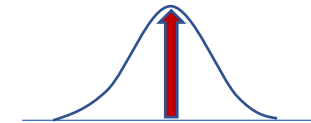


# Flat Milling: Principe



Pour un angle d'incidence de  $60^\circ$

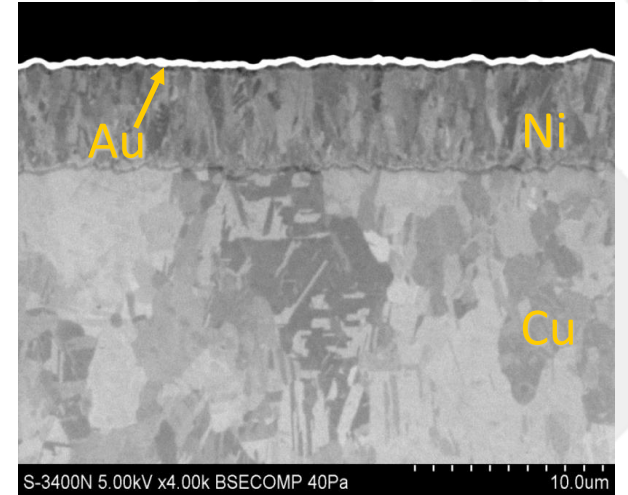
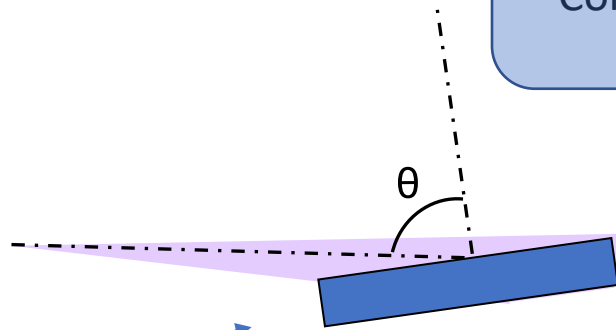
- Le faisceau non focalisé présente une répartition en énergie de type gaussien



- L'éccentricité et la rotation permettent de couvrir une large zone de façon homogène

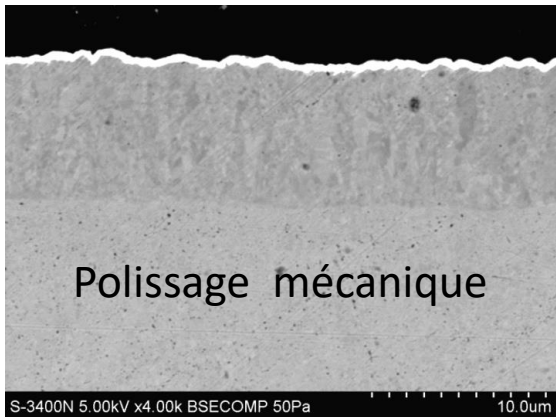
# Flat Milling: Principe

Incidence du faisceau à  $\theta=80^\circ$   
**Flat milling**  
Contraste d'orientation cristalline  
EBSD

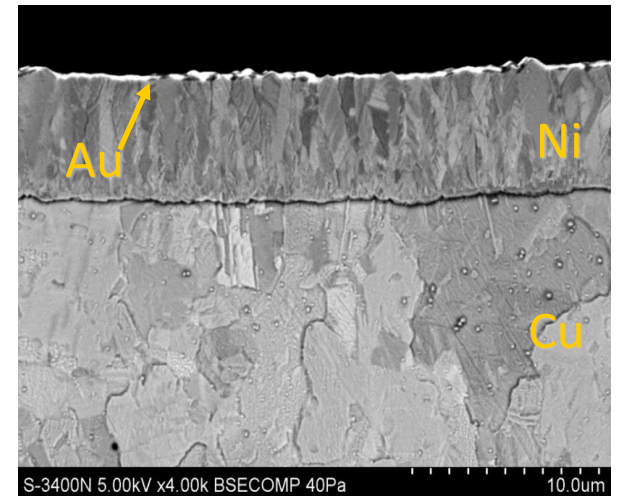
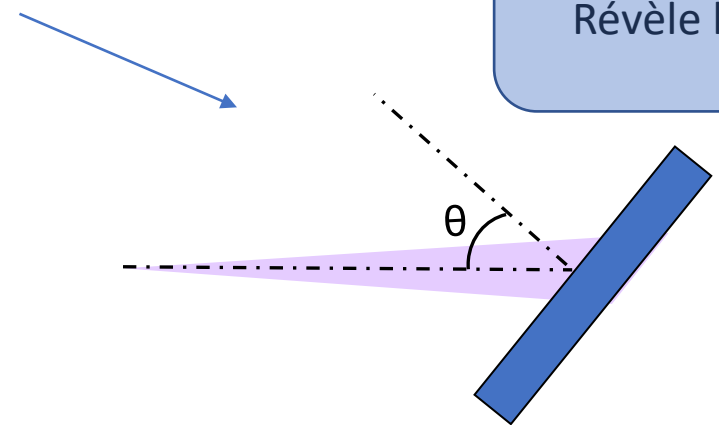


Process time 5 min

Polissage mécanique

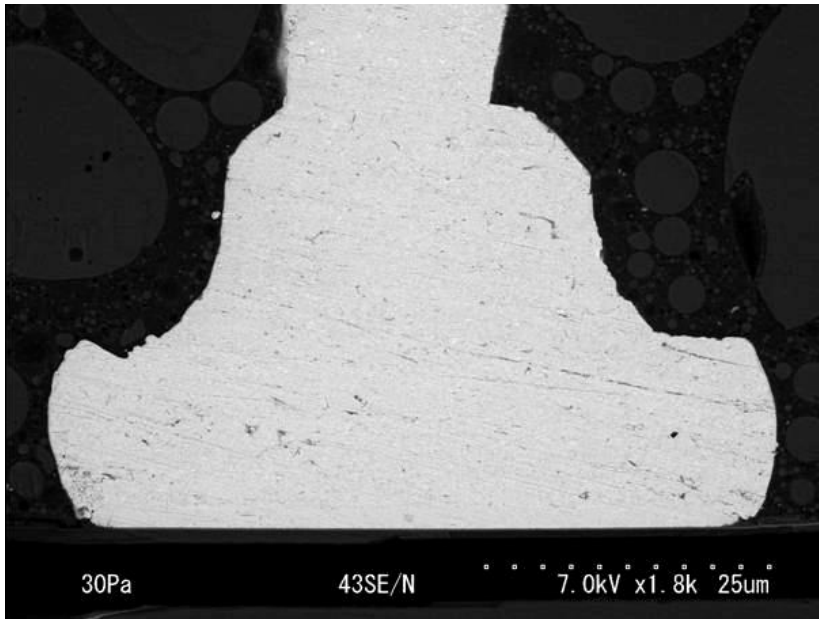


Incidence du faisceau à  $\theta=30^\circ$   
**Relief milling**  
Révèle la microstructure: joint de grain, couche

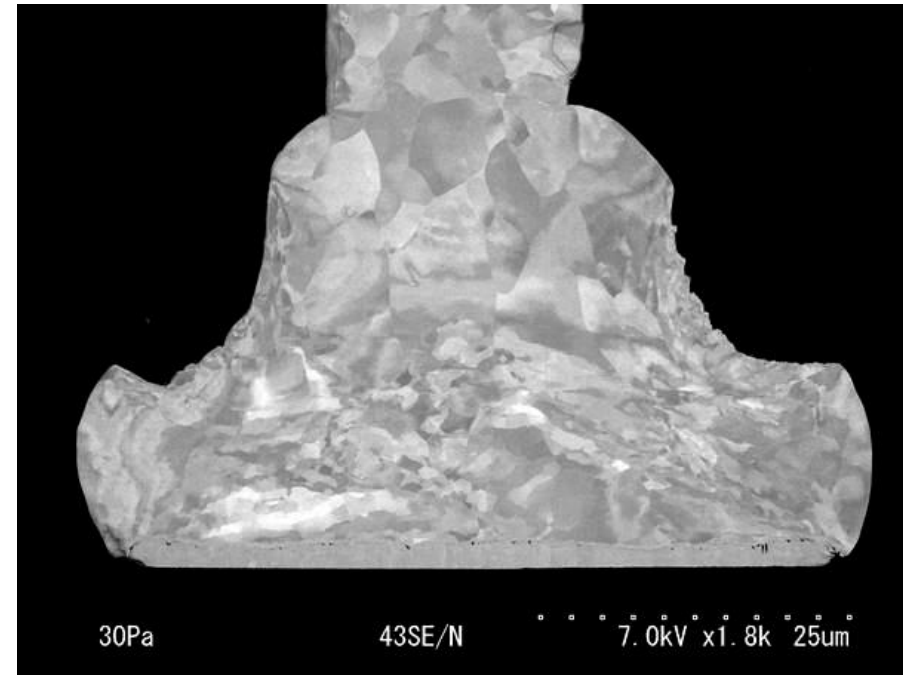


# Flat Milling

Bonding pad ( "Plot d'assemblage" )



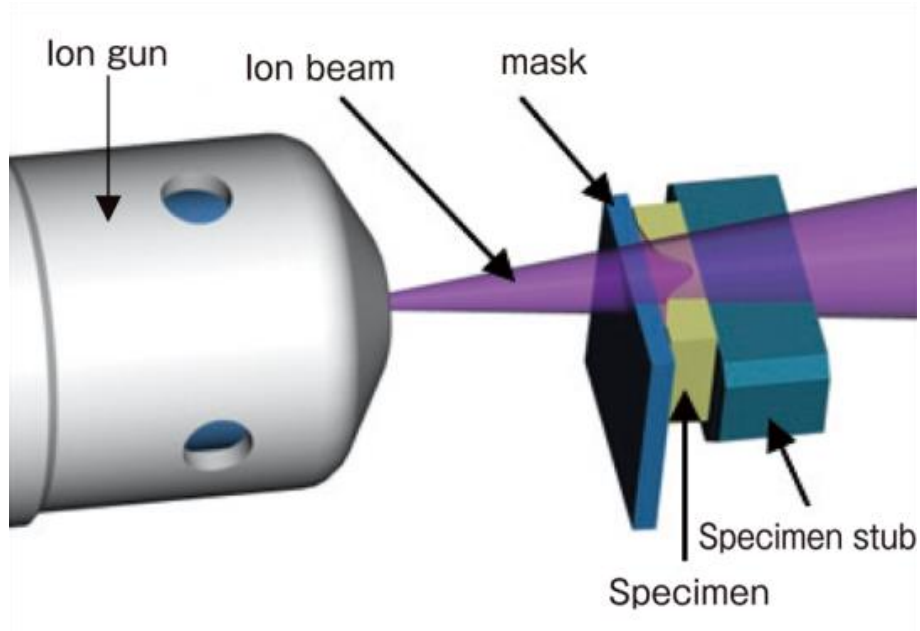
Après polissage mécanique



Après polissage ionique à 80°

# Cross Section: Principe

Process time: quelques heures

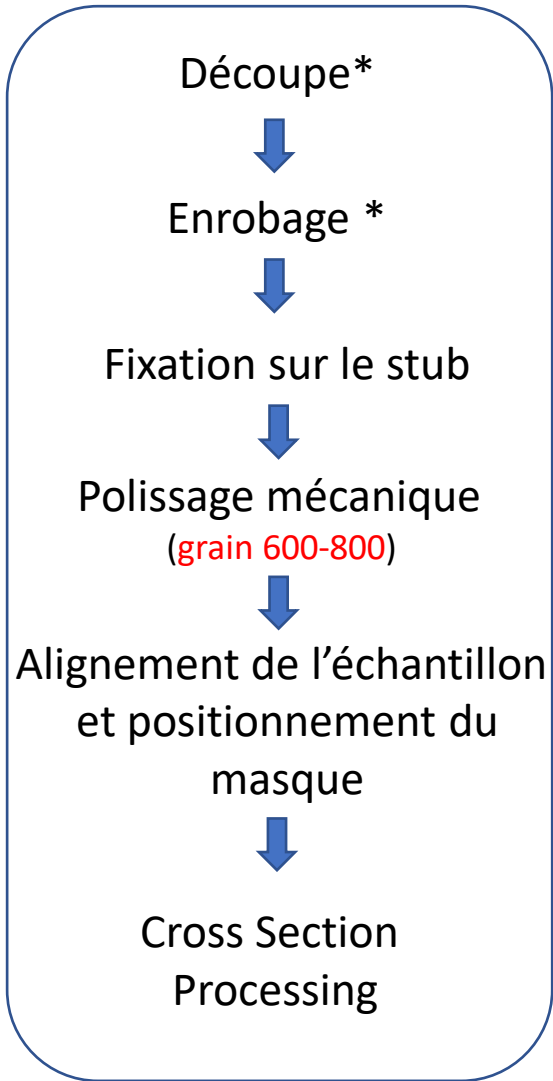


- L'échantillon est positionné face au faisceau
- Un masque permet de cibler/limiter la coupe à une zone d'intérêt et d'obtenir une coupe nette
- Vitesse de coupe **1 mm/h** sur Si (ArBlade) !
- Largeur de coupe de **1 à 8 mm** (ArBlade) !

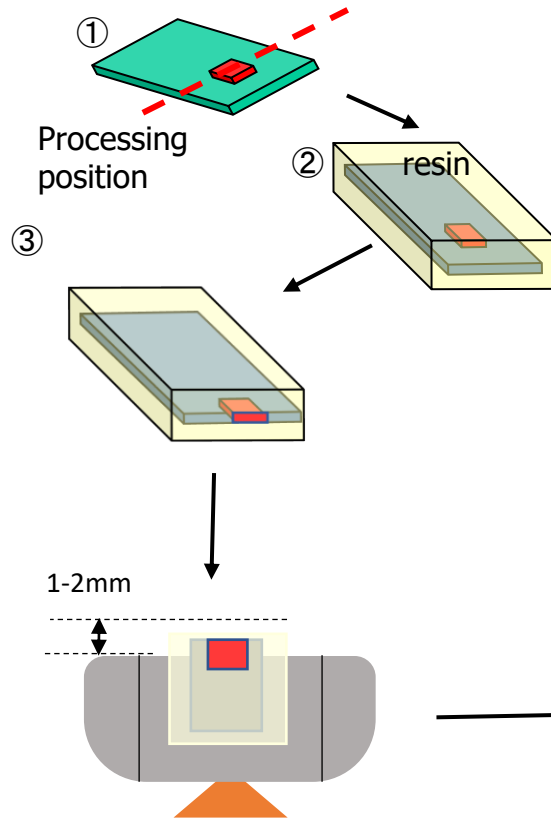
## Application

- Observation en cross section d'une zone spécifique, de fissure, de trou
- Observation de délamination de couche mince
- Observation en cross section d'échantillon stratifié
- .....

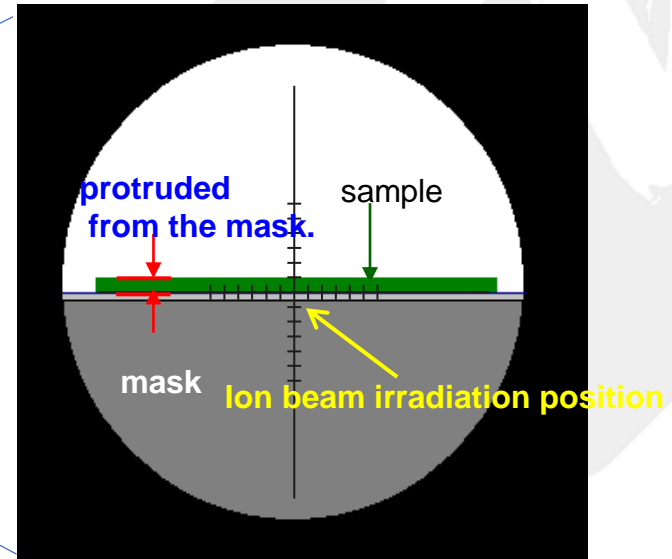
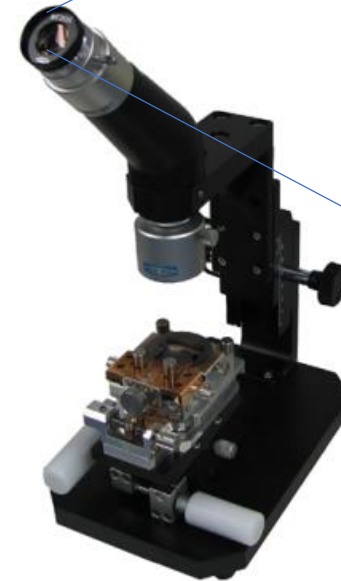
# Cross section



\*:si nécessaire

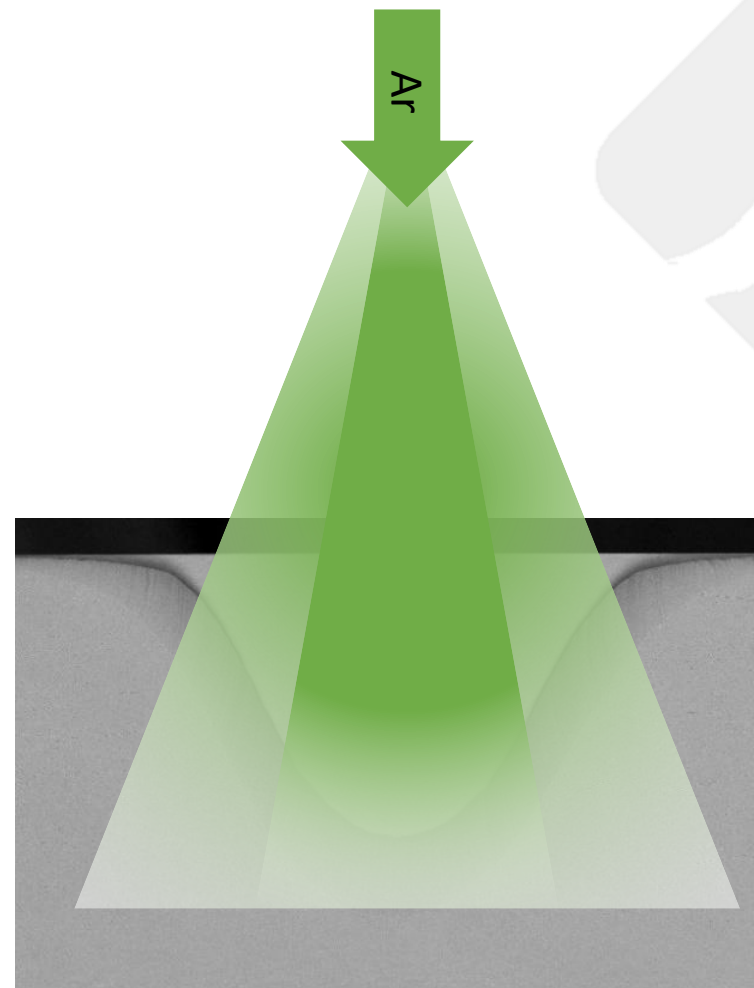
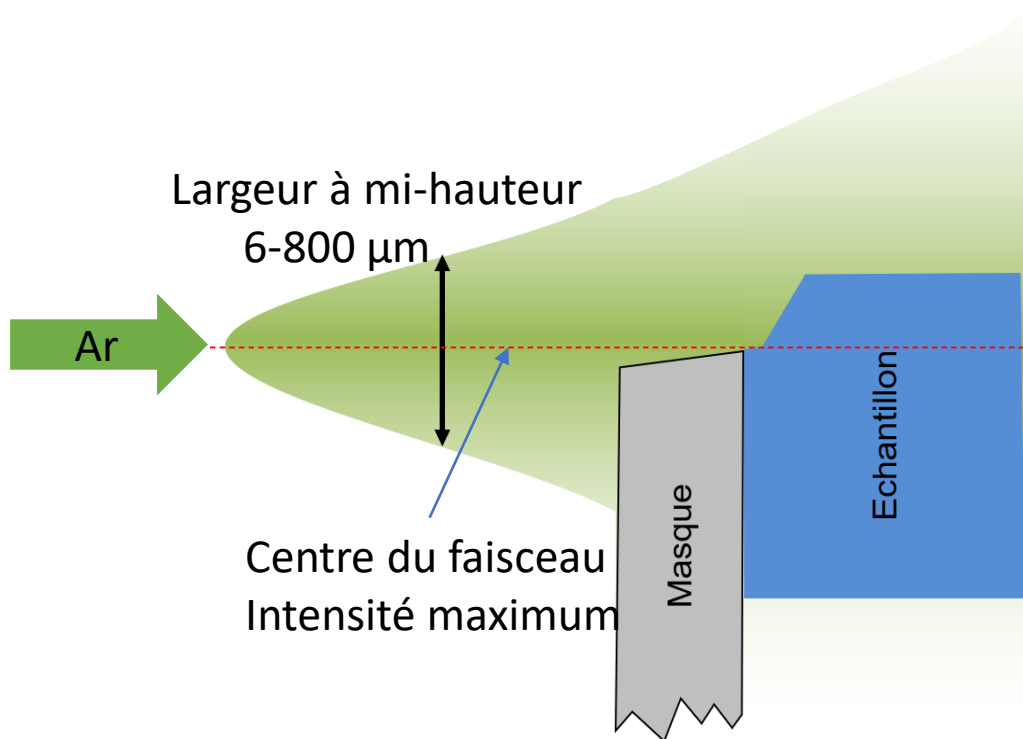


Dimension max  
L = 20 mm  
H = 12 mm  
e = 9 mm

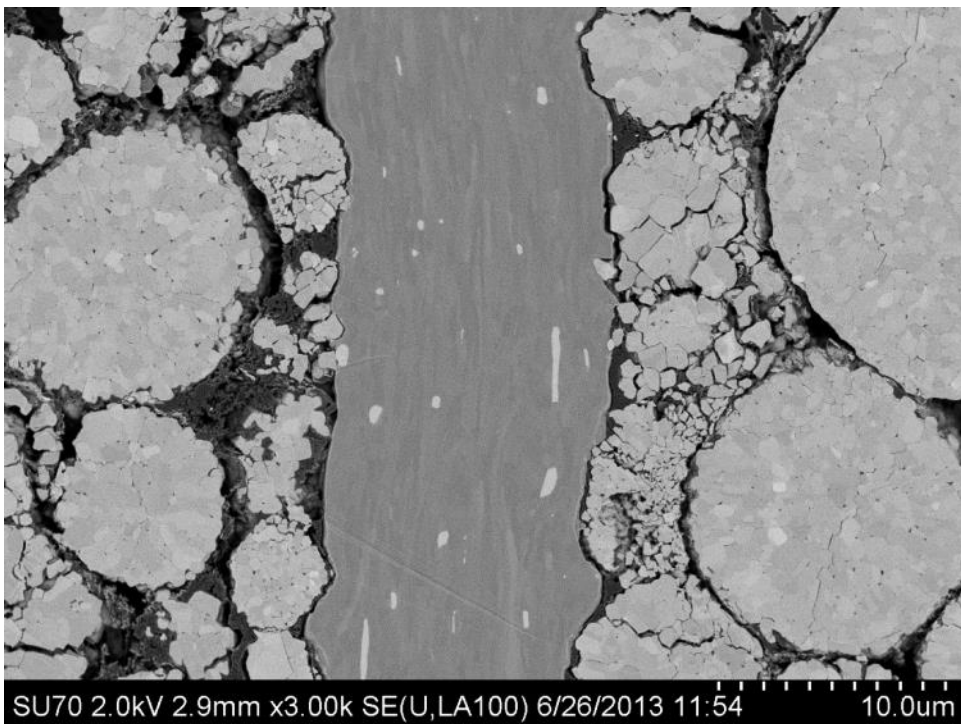


# Cross section

Le profil de coupe à une forme particulière du fait du profil énergétique du faisceau

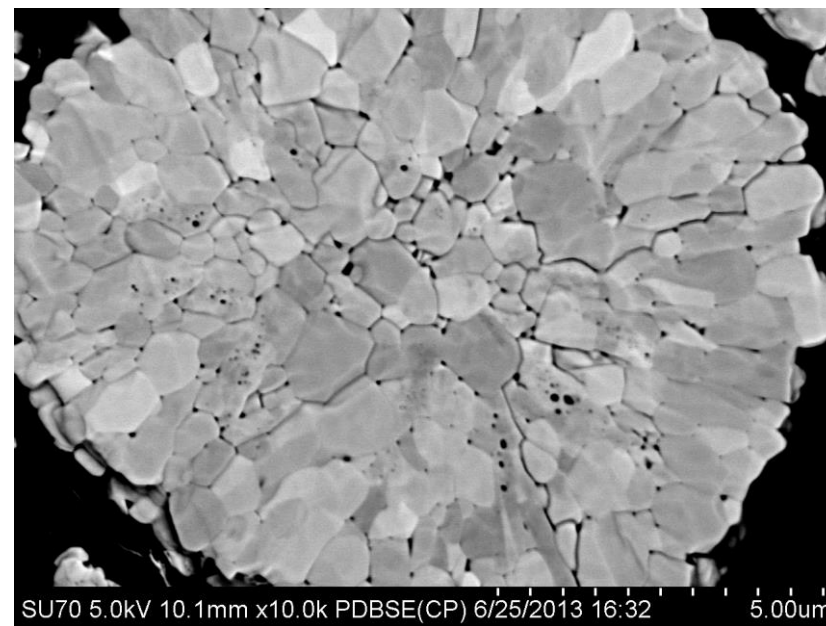
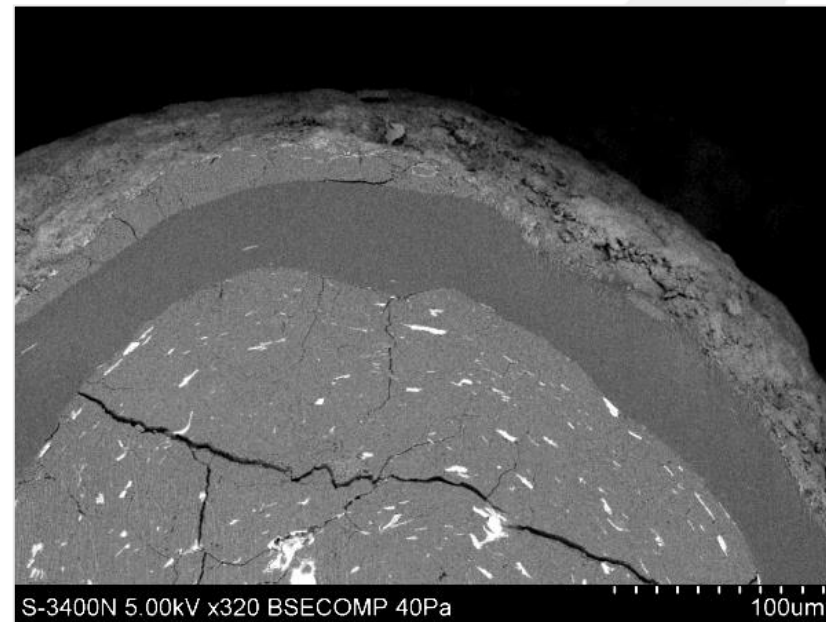


# Cross section



Cathode batterie Li Ion

Médicament sous forme de capsule



Particule métallique

# Polissage ionique

## Résumé

- Versatilité: Flat Milling et Cross Section
- Simplicité d'utilisation
- Vitesse d'abrasion jusqu'à 1mm/h
- Découpe jusqu'à 8 mm

## En option

- Module cryo
- Module de transfert sous vide « Airlock »



Un essai ?

**HITACHI**  
Inspire the Next



Merci pour votre attention



**milexia France SAS**

9 Rue des Petits Ruisseaux  
91371 Verrières-le-Buisson  
FRANCE

+33 169 53 8000

[milexia.fr](http://milexia.fr)

Contact: [maxime.guerineau@milexia.fr](mailto:maxime.guerineau@milexia.fr)