

# Apport de la dernière génération des MEB-FIB Plasma TESCAN sur la caractérisation de vos matériaux à différentes échelles: exemple sur un échantillon d'olivine

David Barresi  
*Responsable France*  
T: +33 633586451  
David.barresi@tescan.com  
**TESCAN FRANCE**

Dr. Jérémie Silvent  
*Responsable application*  
T: +33 764175424  
Jeremie.silvent@tescan.com  
**TESCAN FRANCE**

SEM	Thermal Emission SEM	FEG-SEM			Special Solutions			
	TESCAN VEGA	TESCAN MIRA	TESCAN CLARA	TESCAN MAGNA	TESCAN TIMA-X	TESCAN MIRA AMU	TESCAN RISE	
	Ga FIB-SEM			Xe plasma FIB-SEM				
	TESCAN LYRA3	TESCAN AMBER	TESCAN SOLARIS	TESCAN AMBER X	TESCAN SOLARIS X			
	Micro-CT	TESCAN CoreTOM	TESCAN DynaTOM	TESCAN UniTOM				

1<sup>er</sup> bâtiment : Site de fabrication FIB et GIS (OrsayPhysics)

Bureau R&D, Application et Administration

Demo Center



## Actuellement en démonstration en France :

- **VEGA** = MEB W, **MIRA** = MEB FEG Analytique, **MAGNA** = MEB FEG UHR,
- **LYRA** = MEB FEG Analytique + Colonne ionique Gallium,
- **AMBER** = MEB FEG Bright Beam – FIB Gallium
- **SOLARIS X** = MEB FEG à immersion – FIB Plasma
- EDS et EBSD EDAX, OXFORD, BRUKER
- Accessoires = STEM, Platine Peltier, Platine chauffante + traction

# Apport de la dernière génération des MEB-FIB Plasma TESCAN sur la caractérisation de vos matériaux à différentes échelles: exemple sur un échantillon d'olivine

Dr. Jérémie Silvent

*Responsable application*

T: +33 764175424

[Jeremie.silvent@tescan.com](mailto:Jeremie.silvent@tescan.com)

**TESCAN FRANCE**

## Sommaire

- Principe du FIB-SEM
- Défis dans la caractérisation des matériaux pour l'approche classique à l'aide d'une FIB traditionnelle à source Ga
- Possibilités de caractérisation des matériaux à l'aide d'une FIB-SEM à source plasma
- Caractérisation plus approfondie des matériaux à l'aide d'une FIB-SEM à source plasma corrélée au CT-scan
  - Exemple de la pierre de Lede
  - Exemple de l'olivine



## Scanning Electron Microscope (SEM)

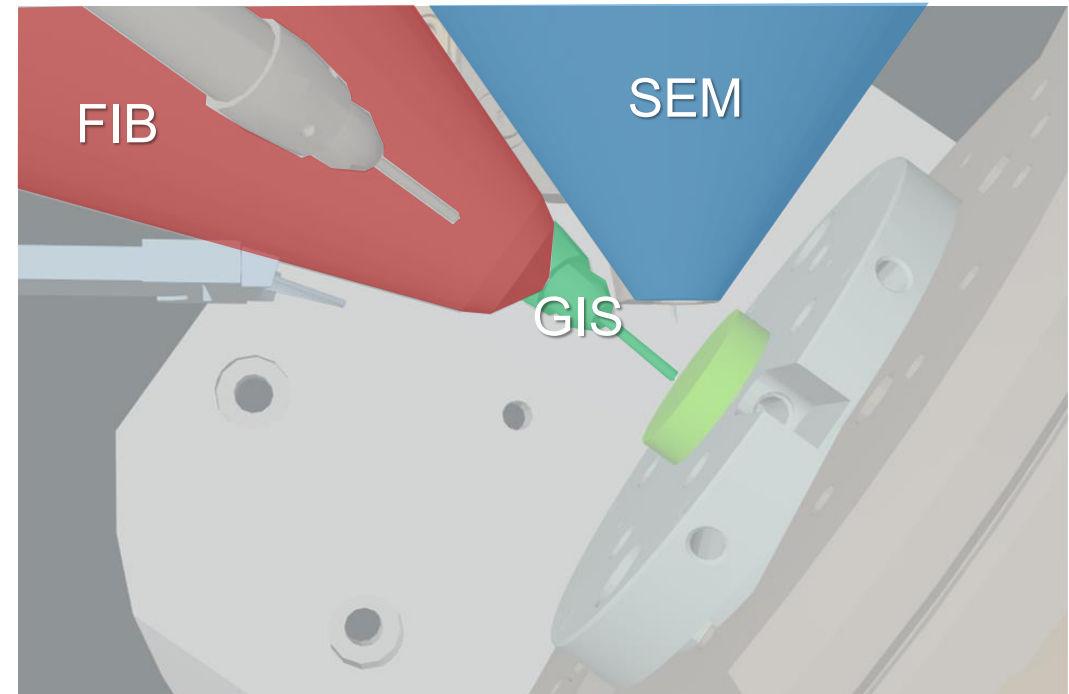
- Imagerie à haute résolution
- Diffusion et spectroscopie
- Lithographie

## Focused Ion Beam (FIB)

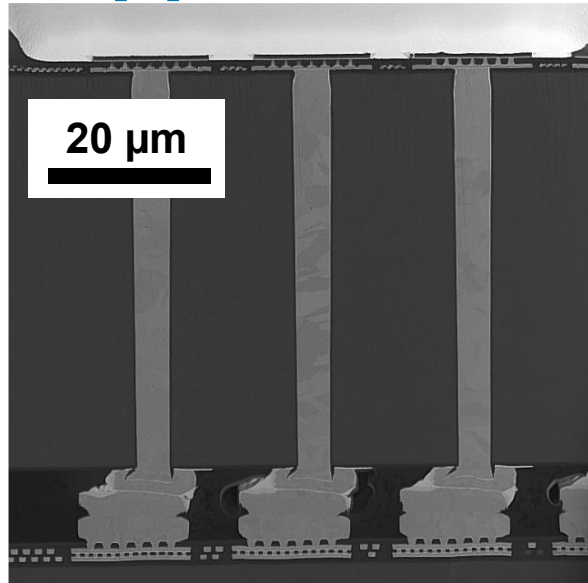
- Gravure et réalisation de motifs à l'échelle nanométrique
- Imagerie
- Diffusion et spectroscopie

## Gas Injection System (GIS)

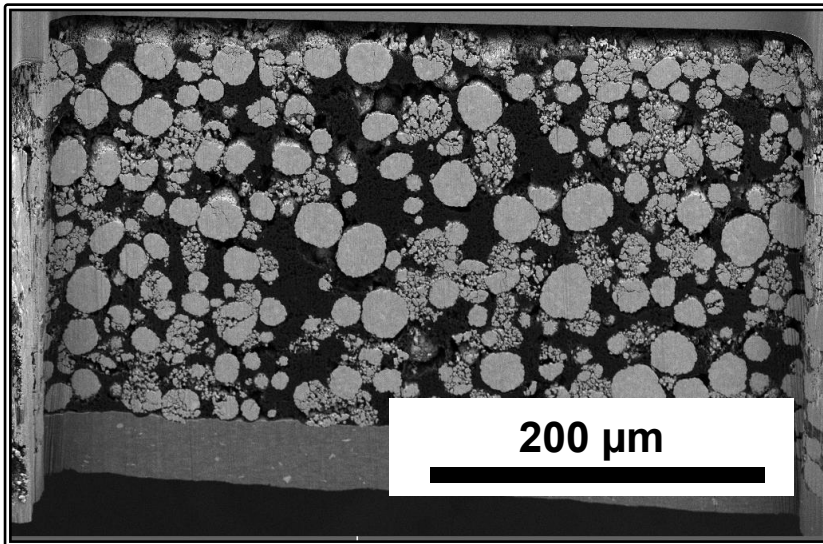
- Dépôts de couches protectrices
- Nano-Lithographie et nano-motif
- Gravure sélective ou améliorée
- Suppression des différentes couches dans une puce-semiconductrice



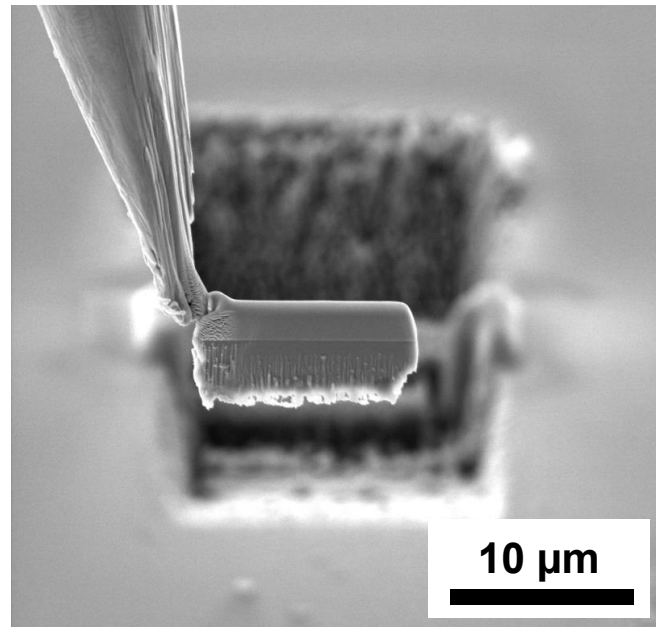
# Application FIB-SEM



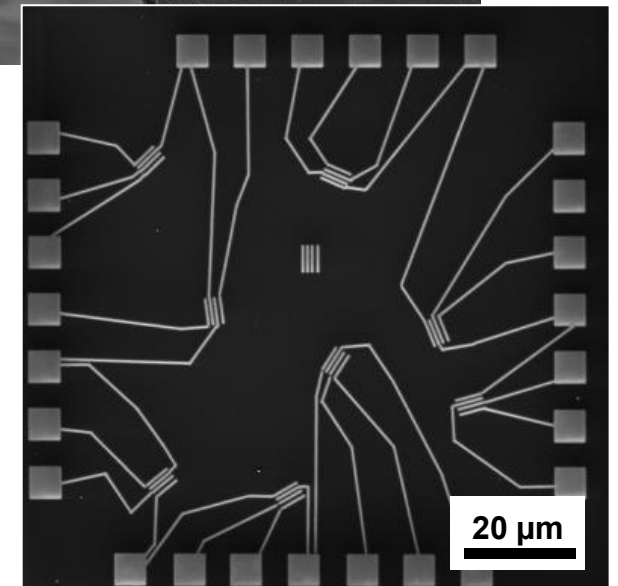
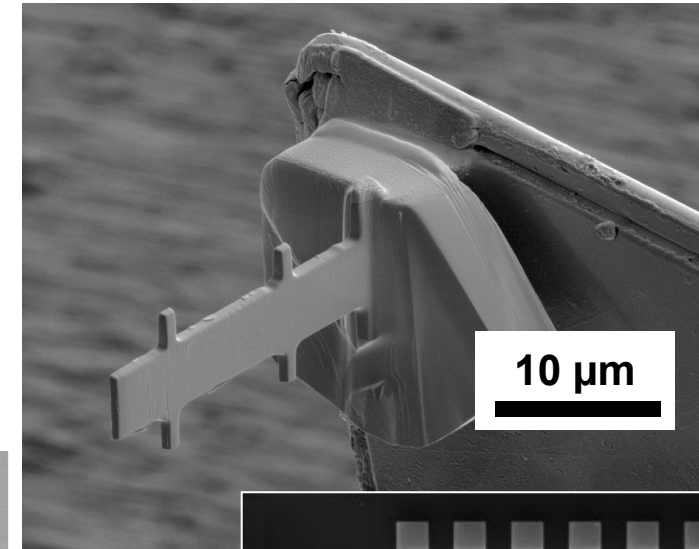
Cross-section et imagerie



Préparation d'échantillon pour le MET et les sondes atomiques

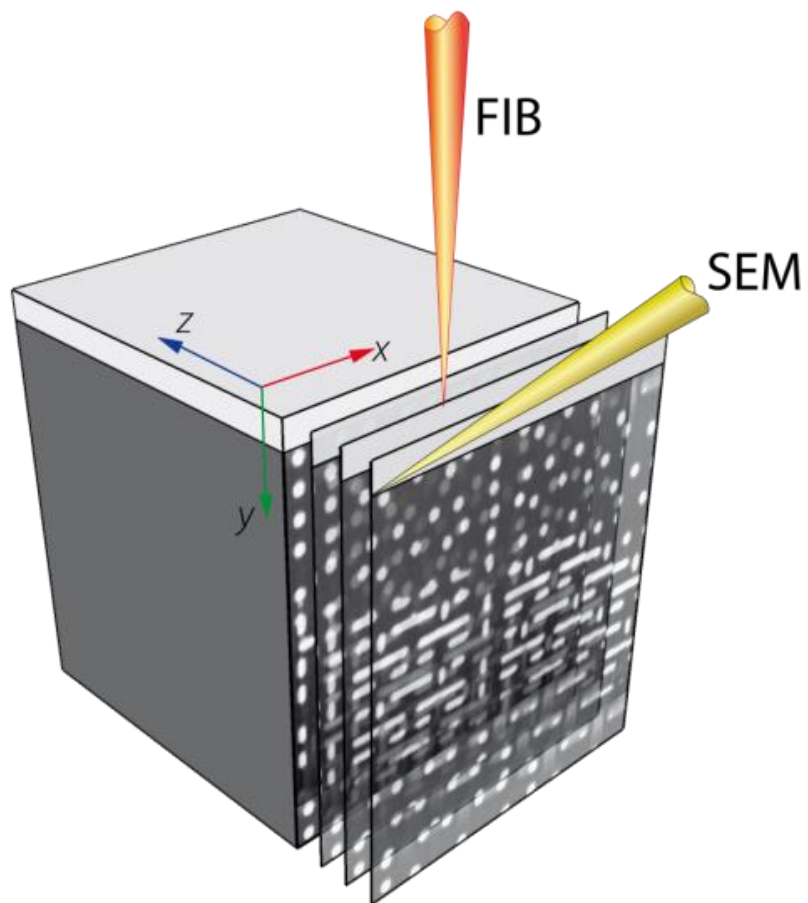


Fabrication de dispositifs et lithographie



# Application FIB-SEM

Analyse 3D



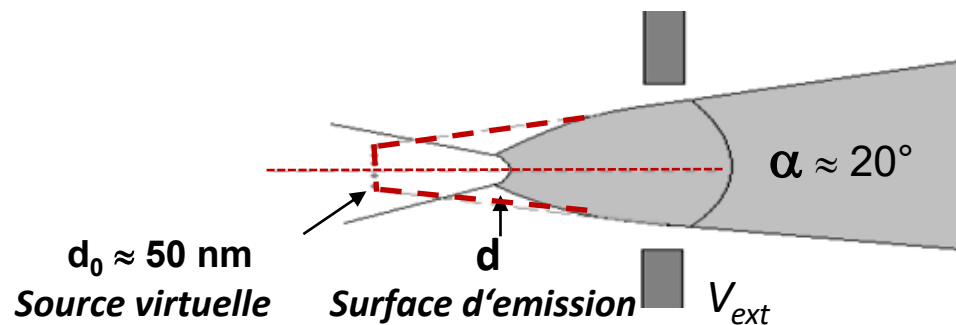
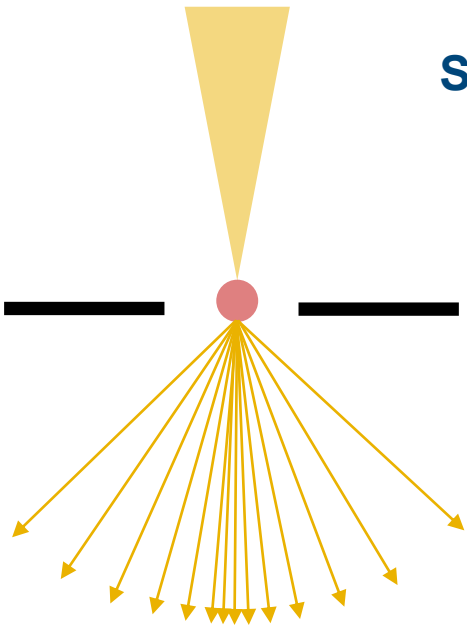
# Défis dans la caractérisation des matériaux pour l'approche classique à l'aide d'une FIB traditionnelle à source Ga

L'approche traditionnelle du FIB-SEM à source Ga peut être compromise pour:

- **Echelle et débit** : dans le cas où de larges cross-sections ainsi que de larges volumes sont nécessaires
- **Contamination** par le gallium : le Ga peut changer la microstructure ou affecter la nanostructure des échantillons en changeant ses propriétés.
- **Amorphisation et dommage** : des dommages, propre au processus de gravure, peuvent compromettre la qualité des lames MET et sondes atomiques.

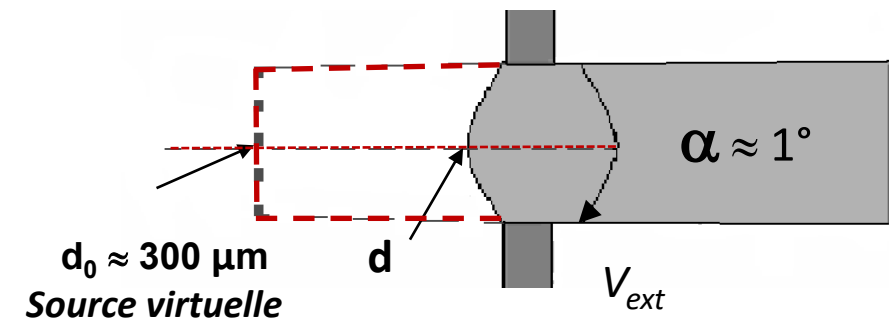
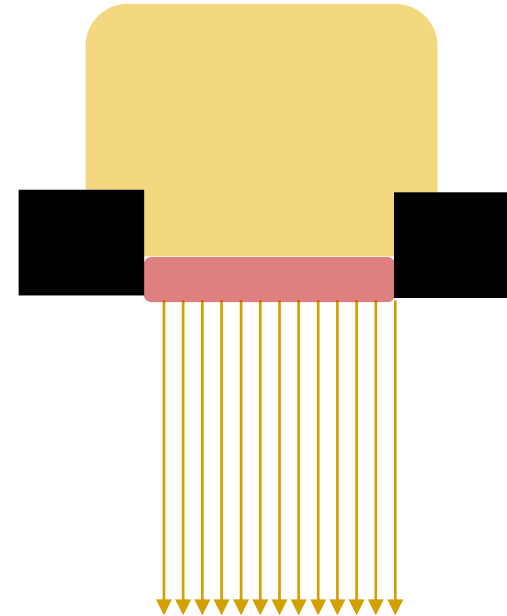
### Source à métal liquide (Ga)

- ✔⊗ Petite surface d'émission (Point source)
- ⊗ Max de courant: 100 nA
- ⊗ Aberration sphérique limite les performances à haut courant

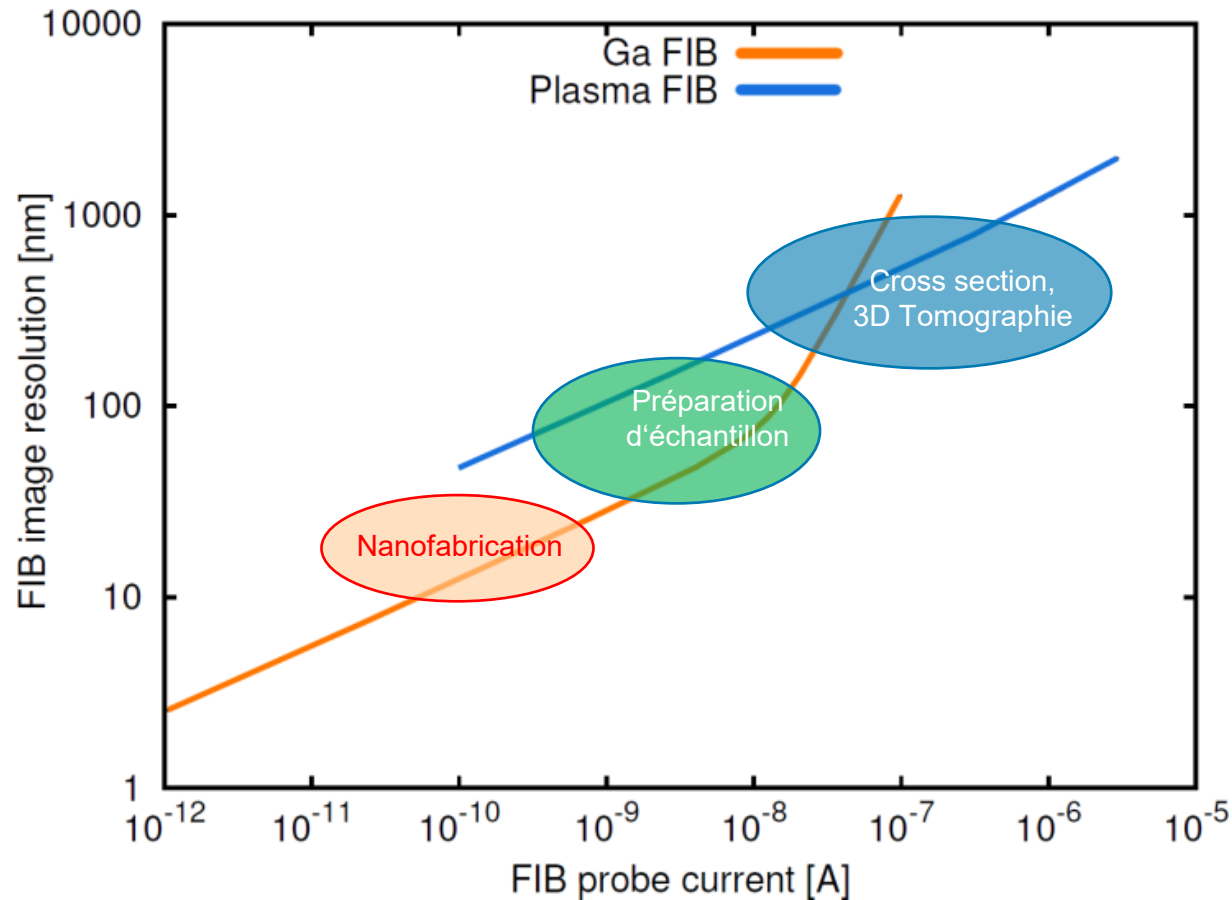


### Source ionique plasma (Xe)

- ✔ Large surface d'émission
- ✔ Max. de courant  $> 2 \mu\text{A}$
- ⊗ Grande démagnification requise pour avoir une petite taille de sonde



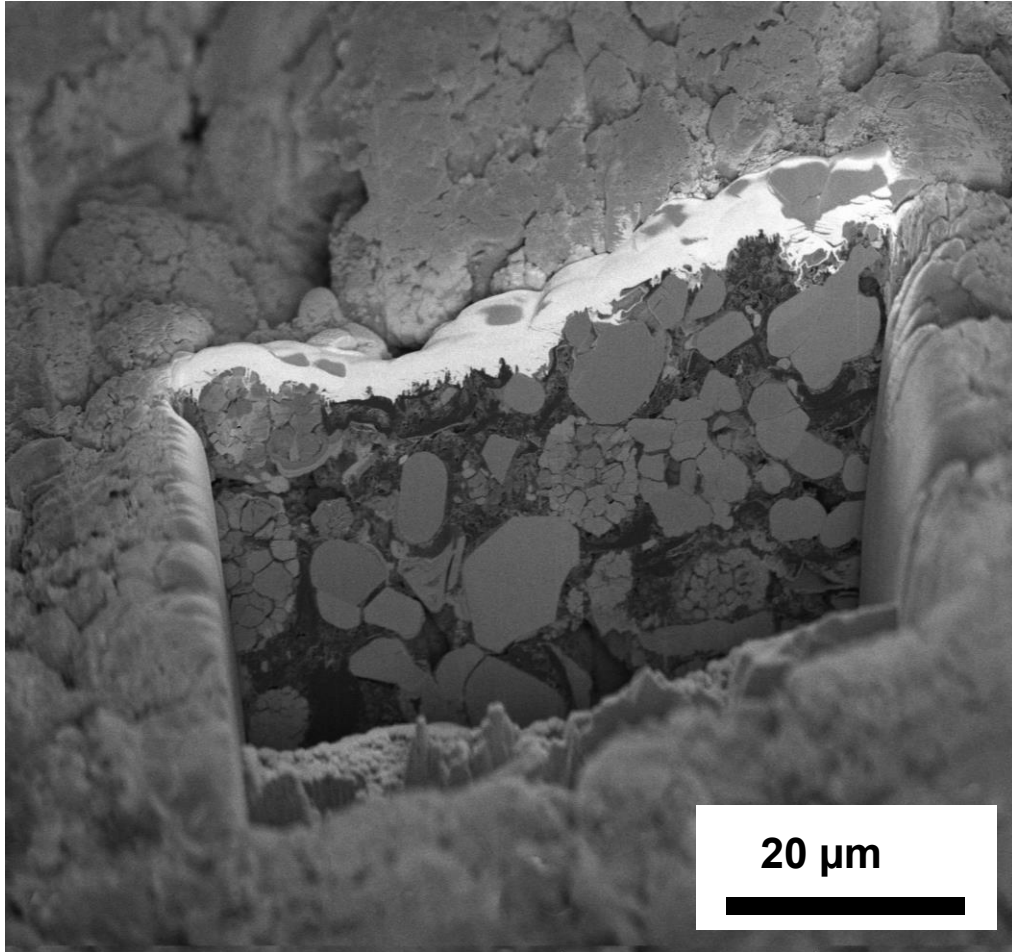
# Source plasma vs source à métal liquide



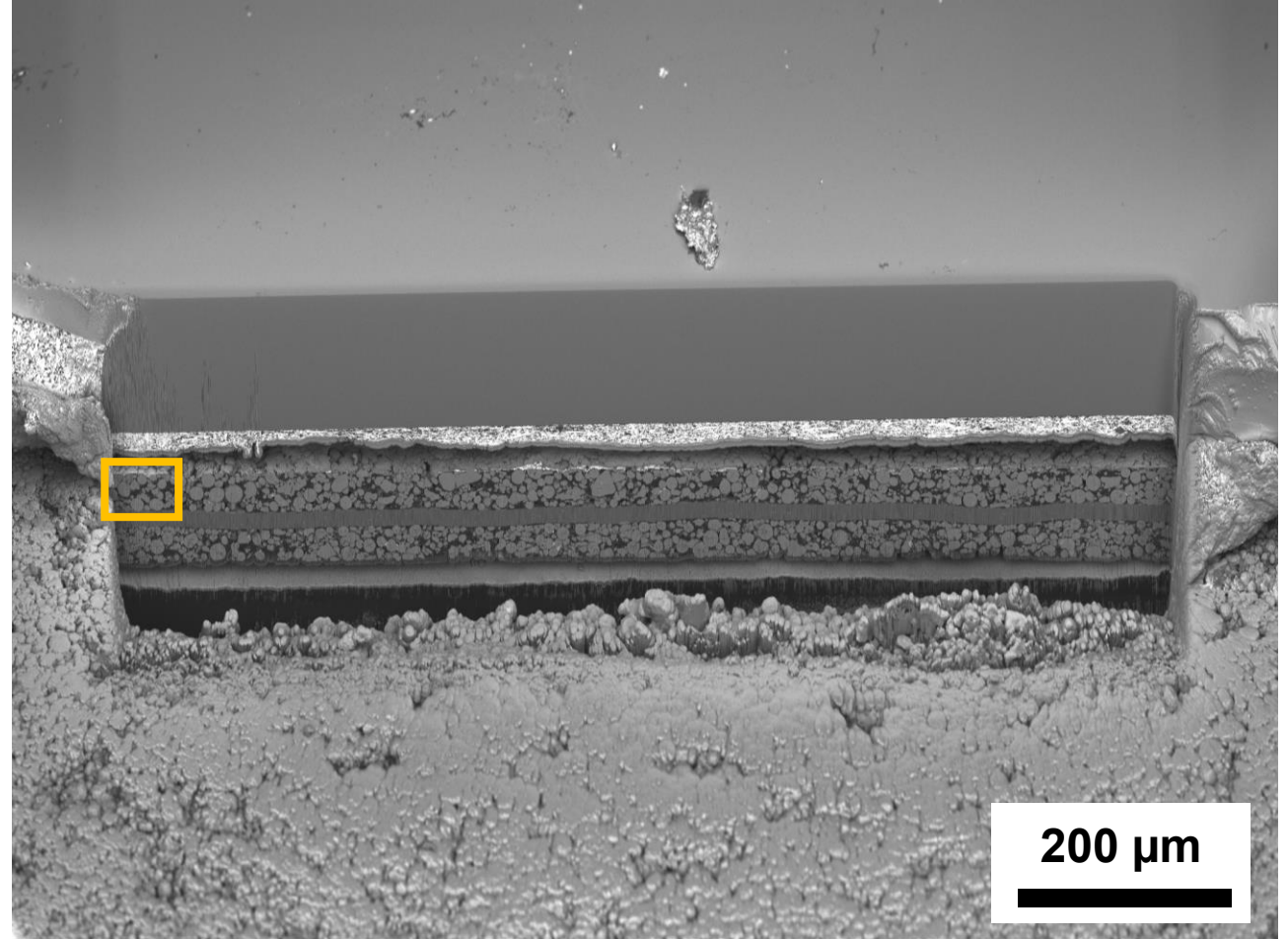
Comparaison de la résolution vs le courant de sonde entre la FIB Ga et la Plasma-FIB

	Xenon (Plasma FIB)	Gallium (LMIS FIB)
<b>Taux de gravure à 30 kV sur du silicium</b>	3.2 Atome/Ion	2.4 Atome/Ion
	0.4 $\mu\text{m}^3/\text{nC}$	0.28 $\mu\text{m}^3/\text{nC}$
<b>Courant maximum</b>	> 3 $\mu\text{A}$	100 nA
<b>Taille de la source virtuelle</b>	~300 $\mu\text{m}$	~50 nm
<b>Résolution de l'image à 30keV</b>	12 nm	2.5 nm

# Echelle et débit



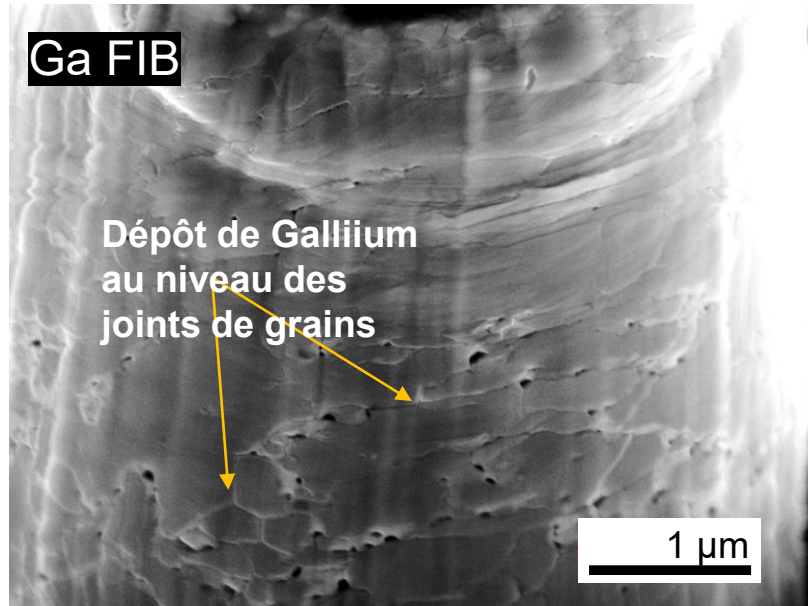
**Ga<sup>+</sup> FIB:** 50 µm de largeur de cross-section d'une batterie Li-ion



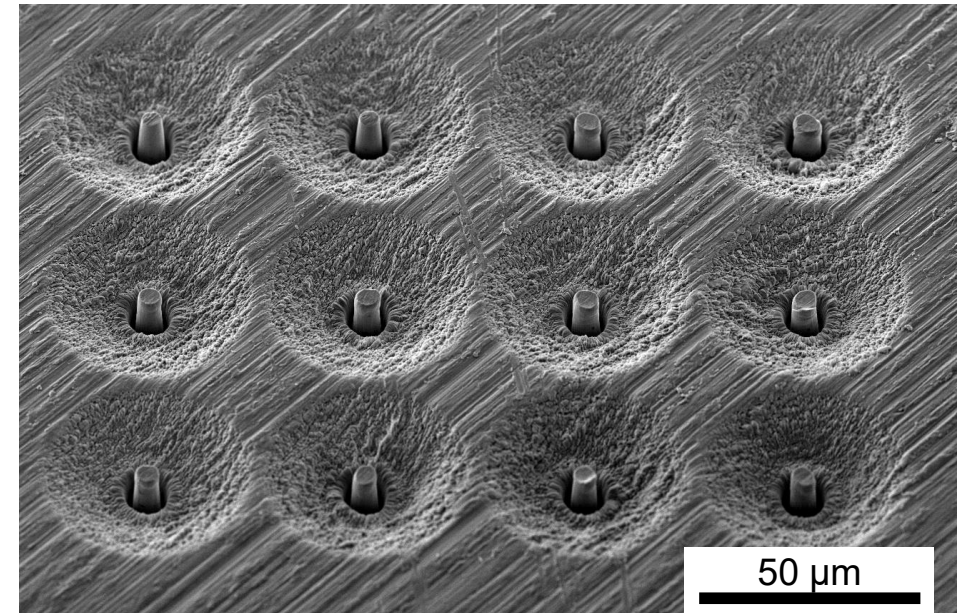
**Xe<sup>+</sup> Plasma FIB:** 1 mm de largeur de cross-section d'une batterie Li-ion obtenus en un temps équivalent (~ 3.5 heures)

## Contamination par le Gallium

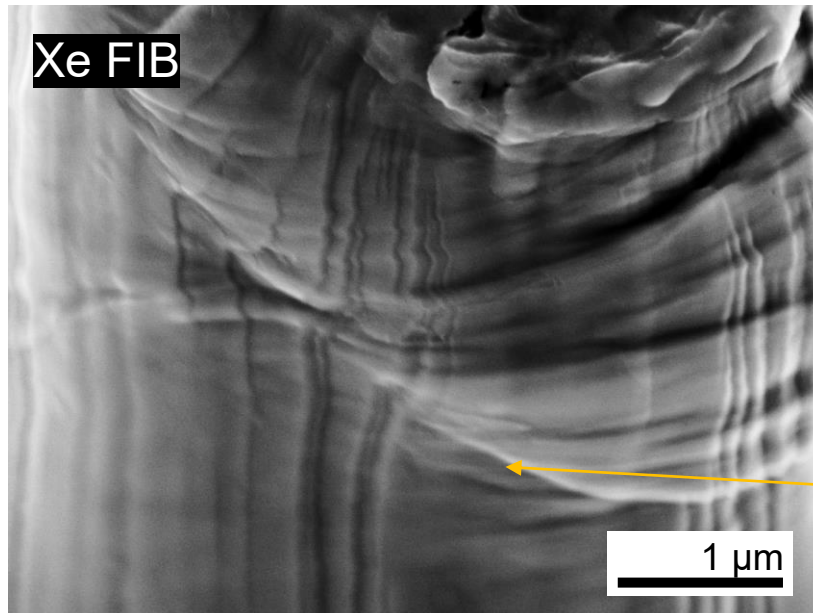
- ⊗ Le comportement de nombreux matériaux peut être influencé par le Ga
- ⊗ Le comportement mécanique des micro-piliers change ici de manière significative s'ils sont réalisés par Gallium.



Pilier préparé par Ga FIB – Défauts observés le long du joint de grain



Micro-piliers en Al préparés en FIB pour réaliser des tests de compression. *J. Kopeček (Institute of Physics ASCR)*



Pilier préparé par Xe Plasma FIB – bande de glissement visible

# Amorphisation et dommage

Une pénétration plus profonde des ions Ga dans le matériau peut entraîner plus de dommages et d'amorphisation

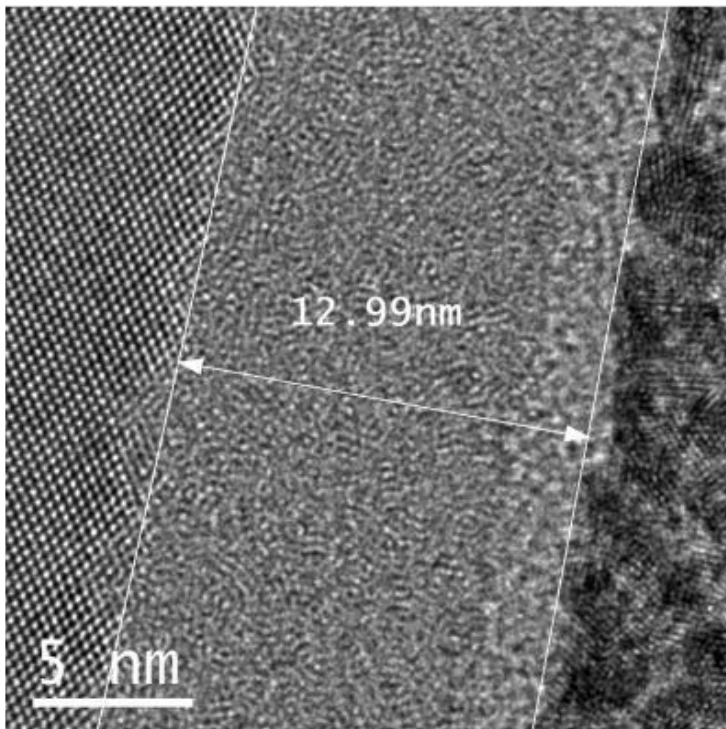


Image HR-TEM montrant les dommages d'amorphisation obtenus à la surface d'un échantillon Si en utilisant une FIB Plasma Xe à 30 keV

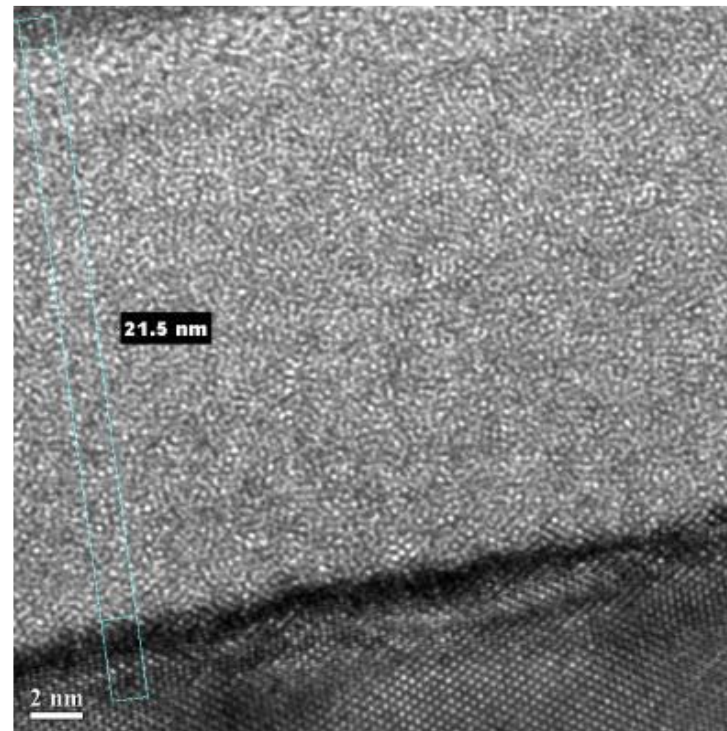
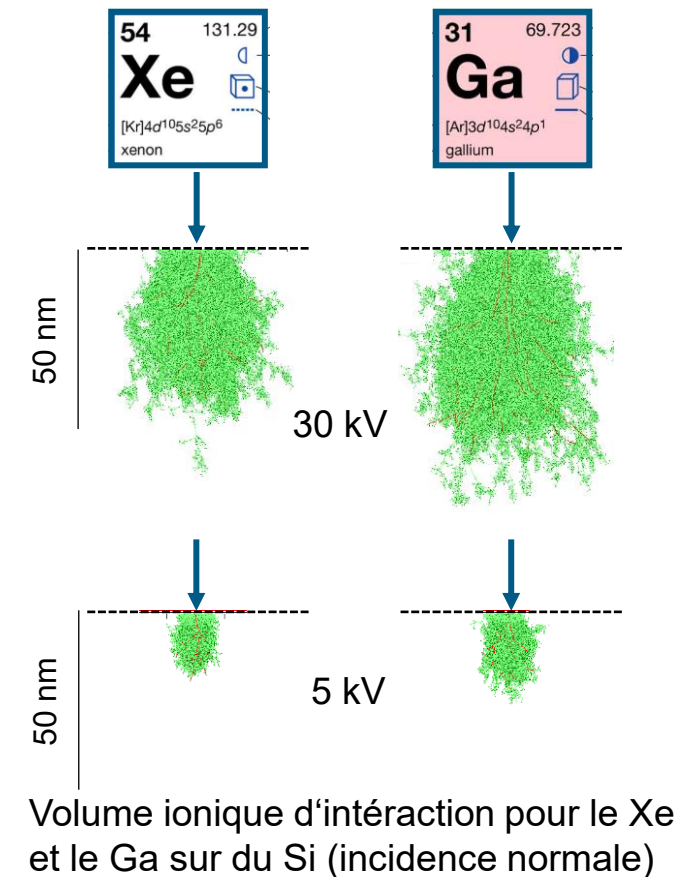
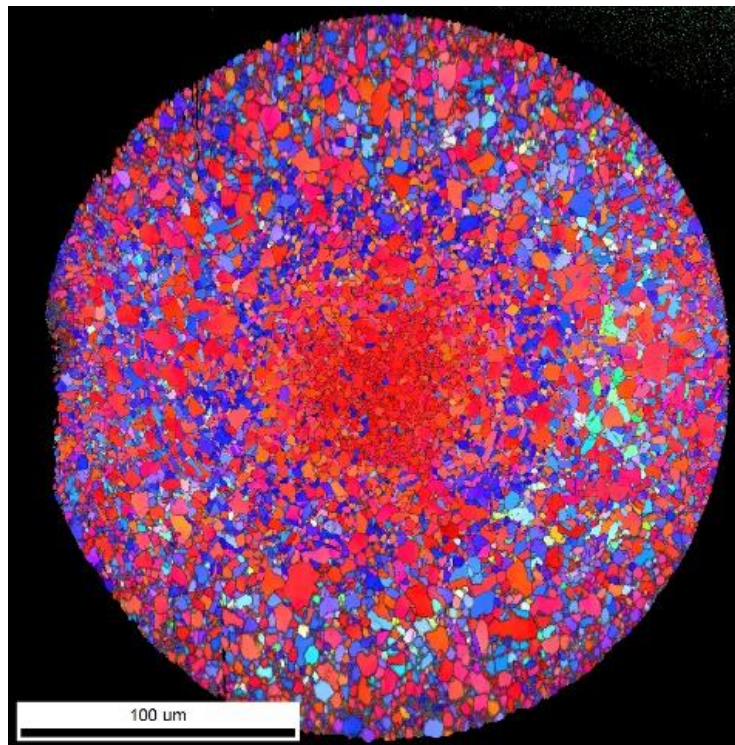


Image HR-TEM montrant les dommages d'amorphisation obtenus à la surface d'un échantillon Si en utilisant une Ga-FIB à 30 keV



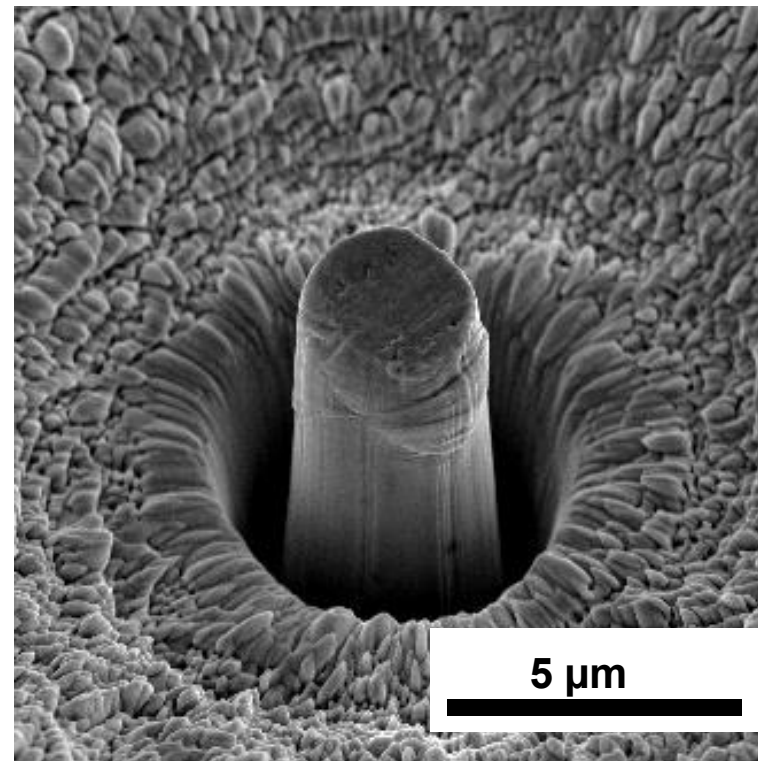
# La FIB-SEM plasma peut surmonter ces challenges sans aucun compromis

## Large volume d'analyse



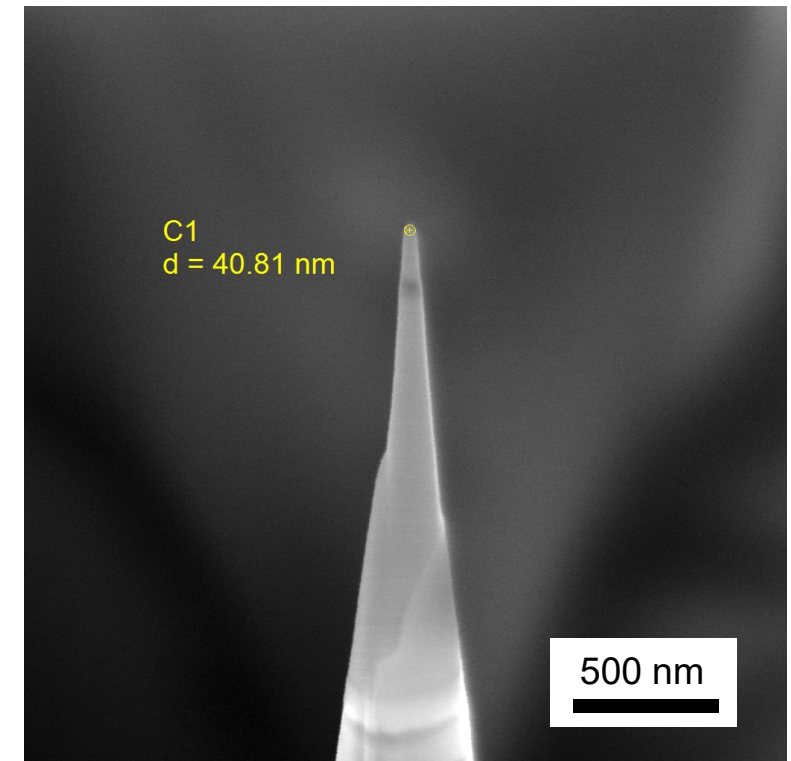
Carte EBSD d'une cross section d'un fil de cuivre de 300μm de diamètre

## Réalisation sans Gallium



Micro-pilier d'un aluminium avec des grains ultra fins sur lequel un test de compression a été réalisé.

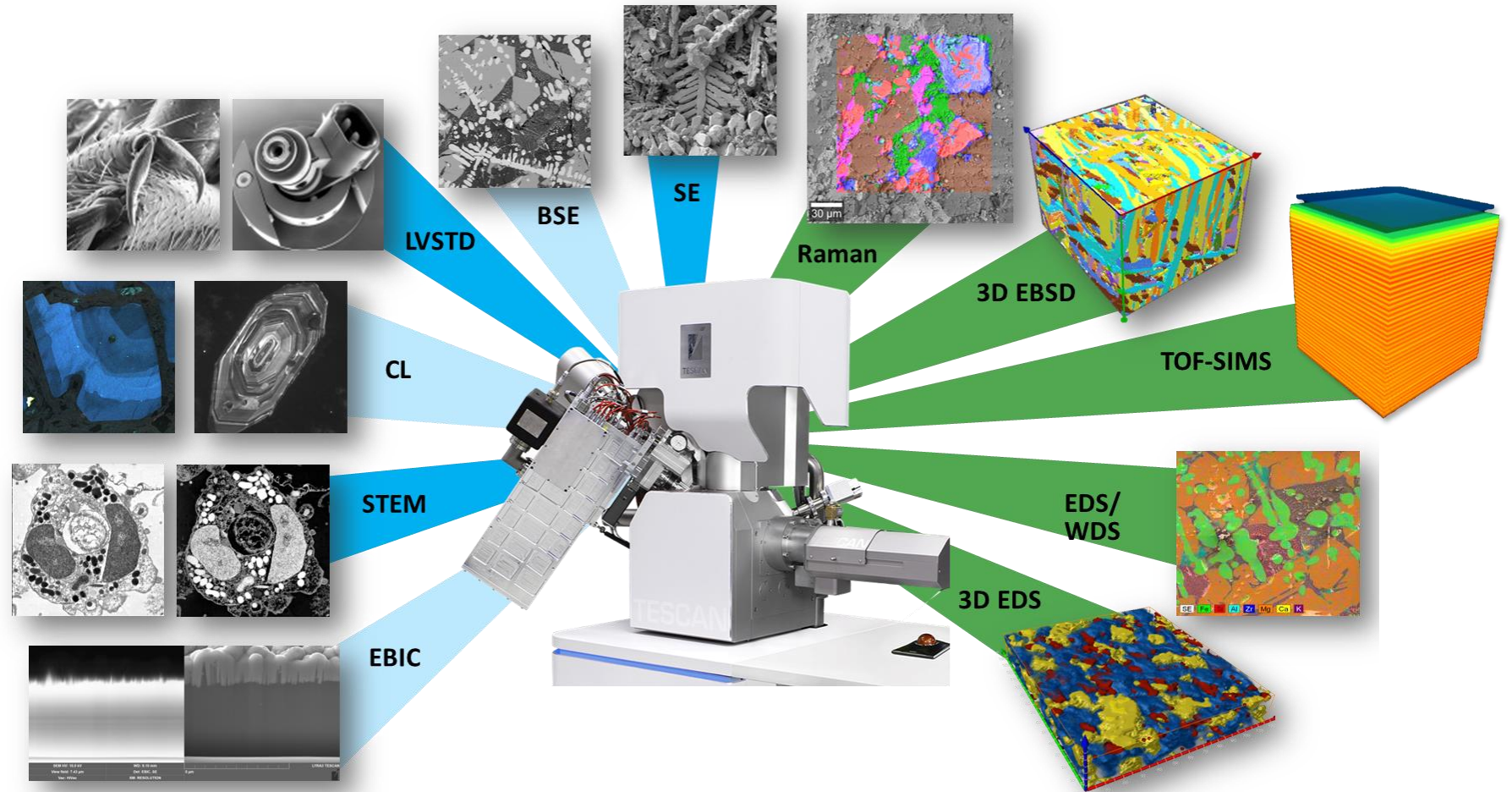
## Préparation d'échantillon délicat



Pointe de sonde atomique sans gallium préparée à l'aide de la plasma FIB

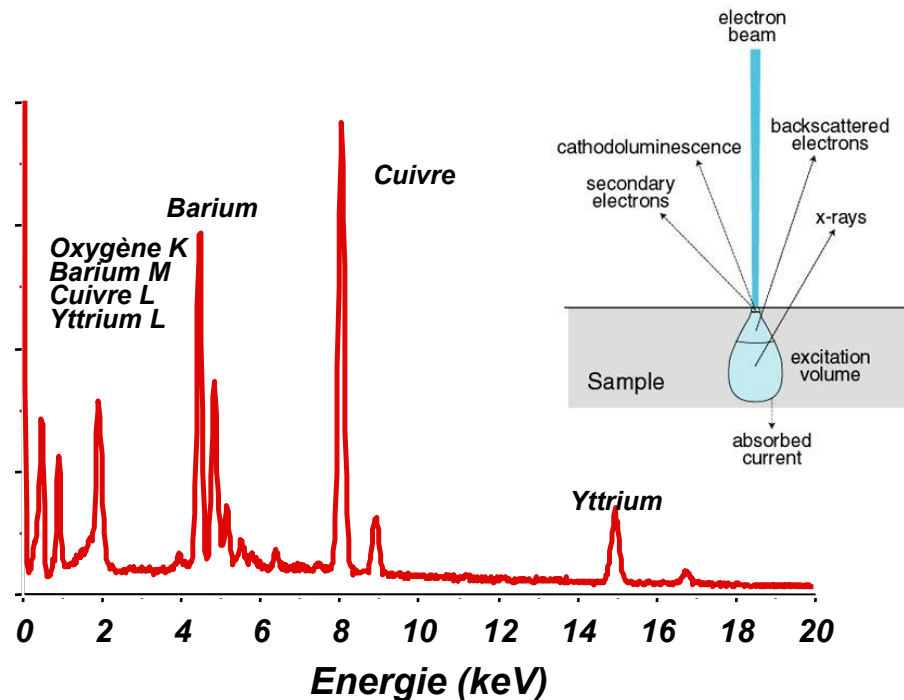
# Caractérisation plus approfondie des matériaux grâce à la plasma

Le large champs des outils pouvant y être intégré transforme le **FIB-SEM** en un „laboratoire“ versatile permettant la caractérisation des matériaux à l'échelle nanométrique

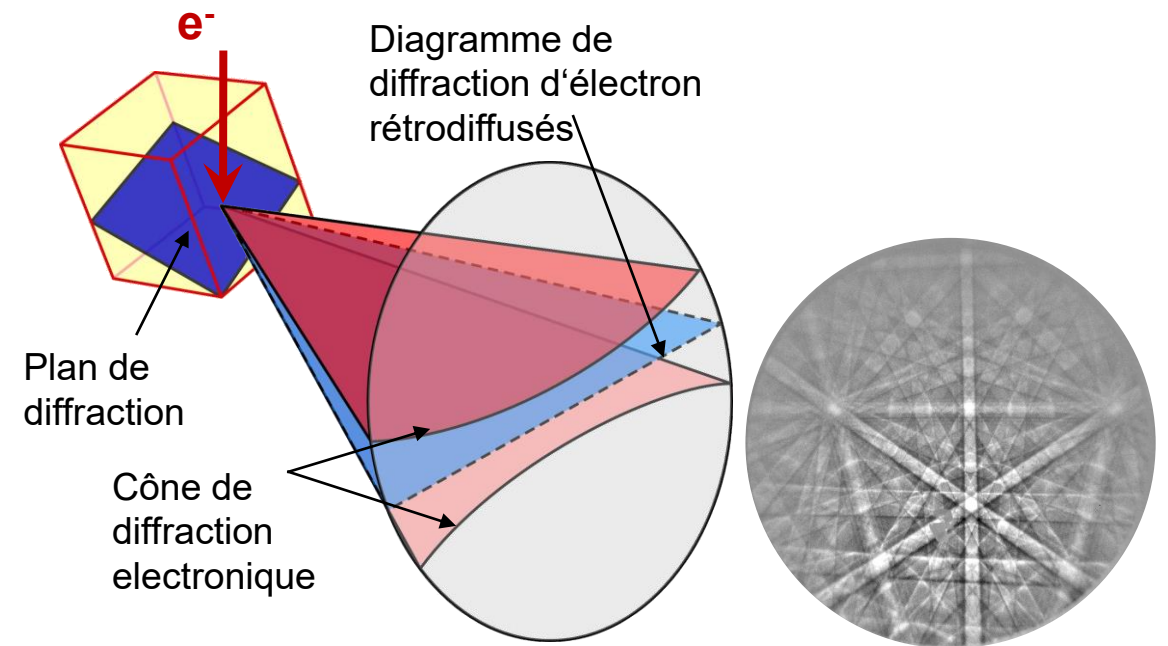


# Caractérisation multimodale à l'aide de l'EDS et l'EBSD

La **spectroscopie de rayons X à dispersion d'énergie (EDX)** détecte les rayons-X créés dans l'échantillon pour fournir des informations sur sa **composition**.



La **diffraction d'électrons rétrodiffusés** fournit une **information cristallographique**.



Le faisceau d'électron balayant la surface de l'échantillon, sa **composition** et son **information cristallographique** peuvent être corrélés avec la structure en 2D, ou même en 3D à l'aide du FIB-SEM.

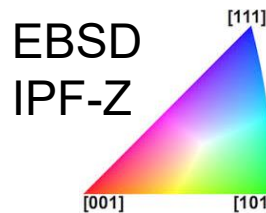
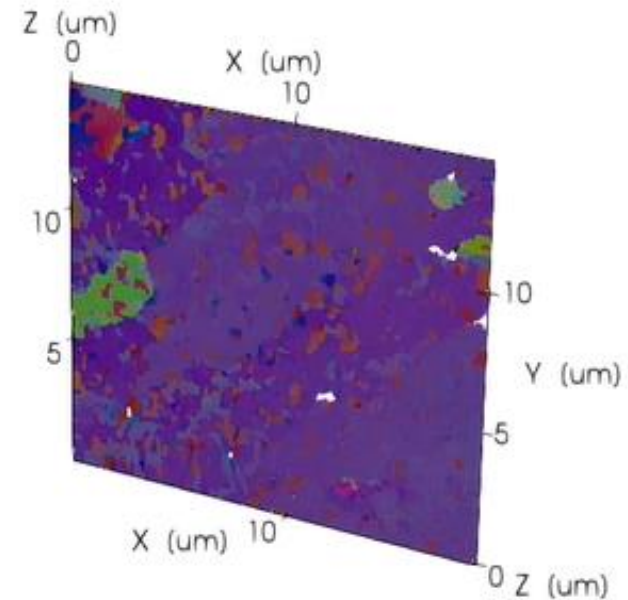
# Caractérisation multimodale afin d'évaluer la distribution de précipités

Exemple: **acier fortement allié - 3D EDS & EBSD**

Visualisation de précipités en prenant en compte les joints de grains

L'information de composition est nécessaire pour identifier les précipités tandis que l'information cristallographique est requise pour déterminer les relations entre joints de grains

EBSD est une technique nécessitant un état de surface d'excellente qualité → le polissage ionique doit être parfait sans dommage ni amorphisation.



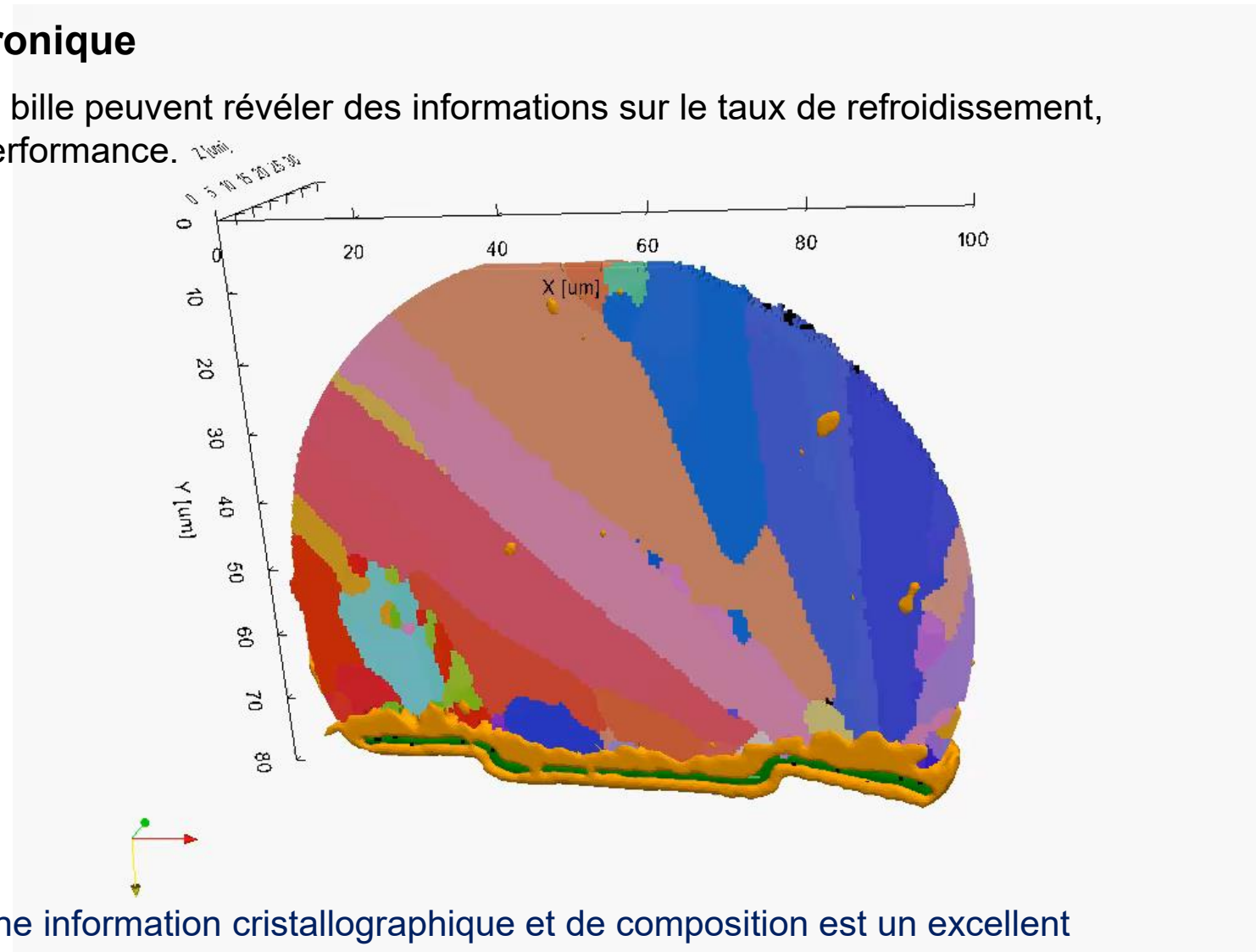
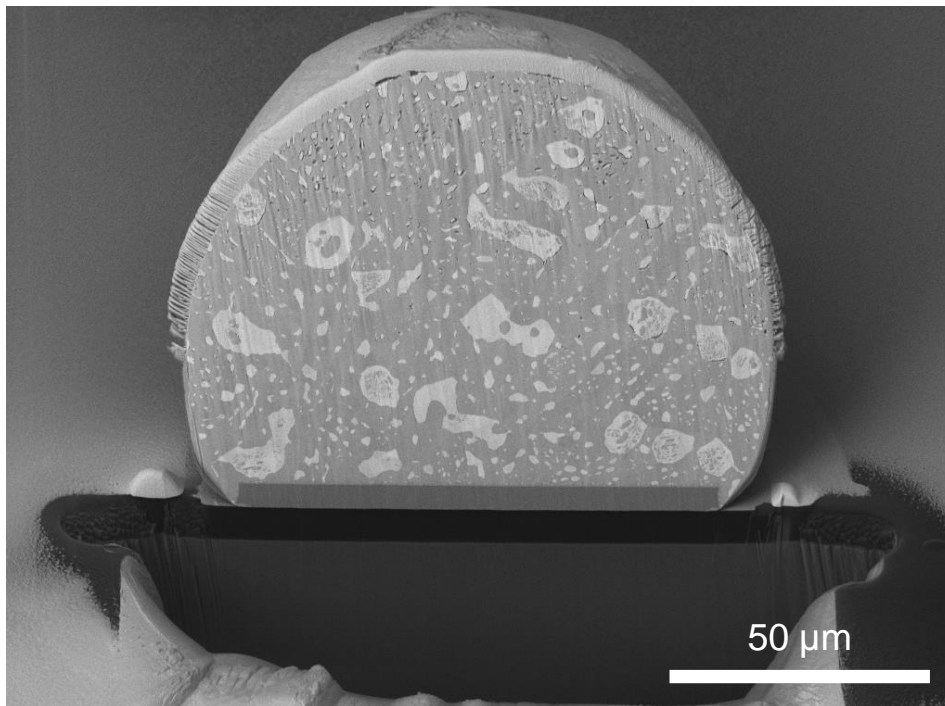
EDX



# Analyse 3D combinant EBSD et EDS

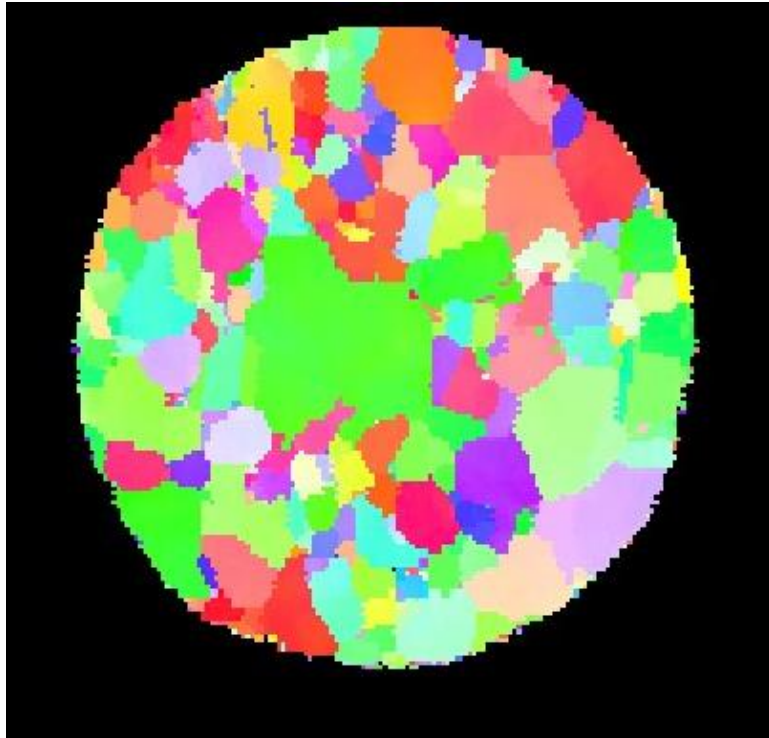
## Exemple : Billes de soudure en microélectronique

La microstructure et la distribution de phase dans la bille peuvent révéler des informations sur le taux de refroidissement, ce qui est critique en terme de durée de vie et de performance.

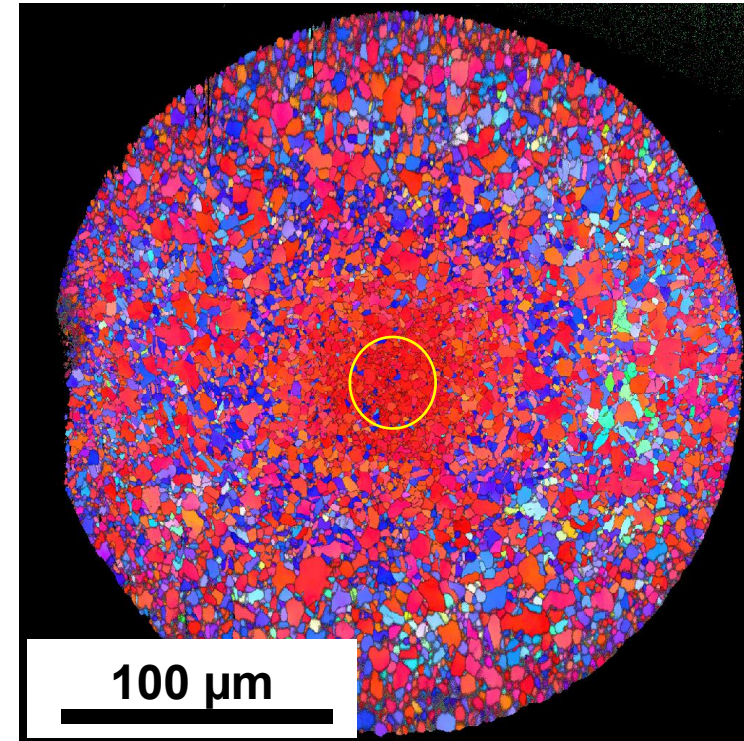


La réalisation de large volume 3D corrélée avec une information cristallographique et de composition est un excellent exemple d'application de la plasma FIB.

# Taille de l'objet d'intérêt vs volume représentatif



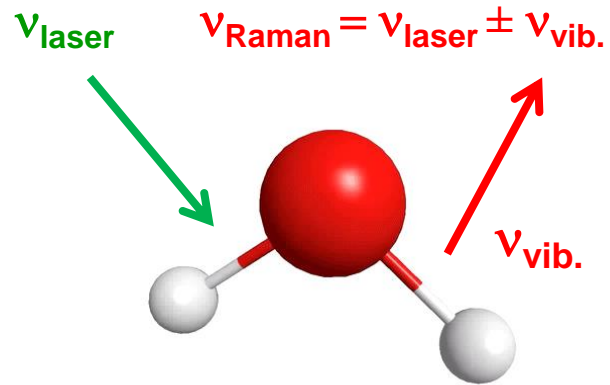
**Ga<sup>+</sup> FIB:** Cross section de **30 µm** de diamètre d'un fil de cuivre



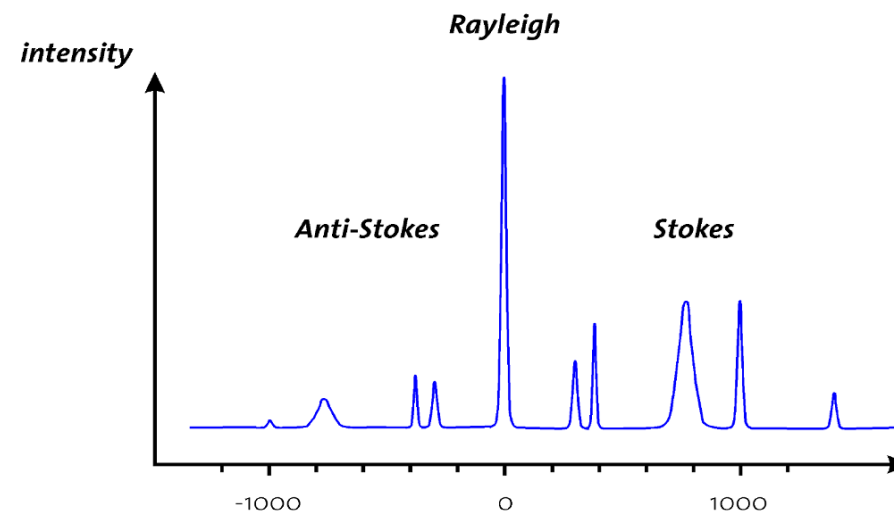
**Xe<sup>+</sup> FIB:** Cross section de **300 µm** de diamètre d'un fil de cuivre avec un courant de **1 µA**

# Spectroscopie Raman et imagerie

Le Raman donne une information chimique, structurelle et moléculaire



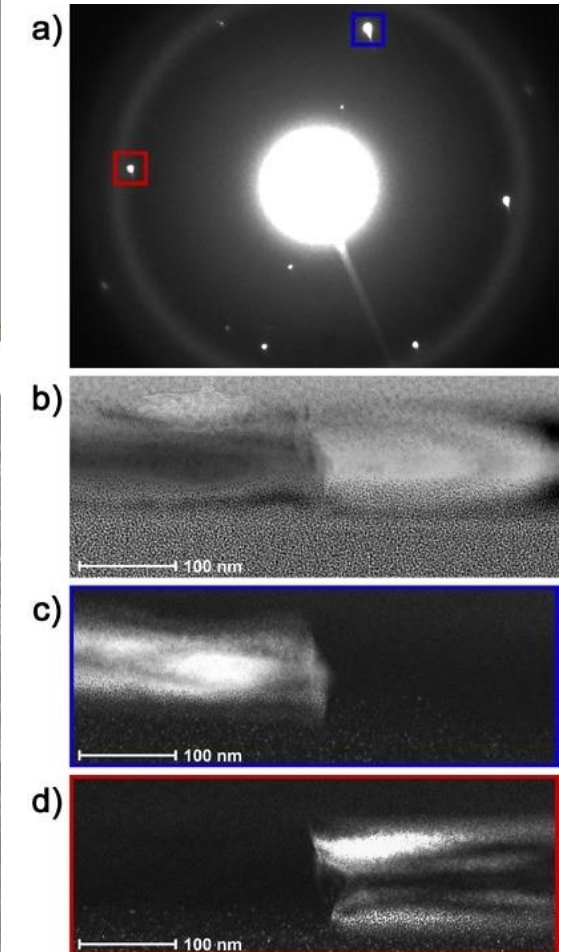
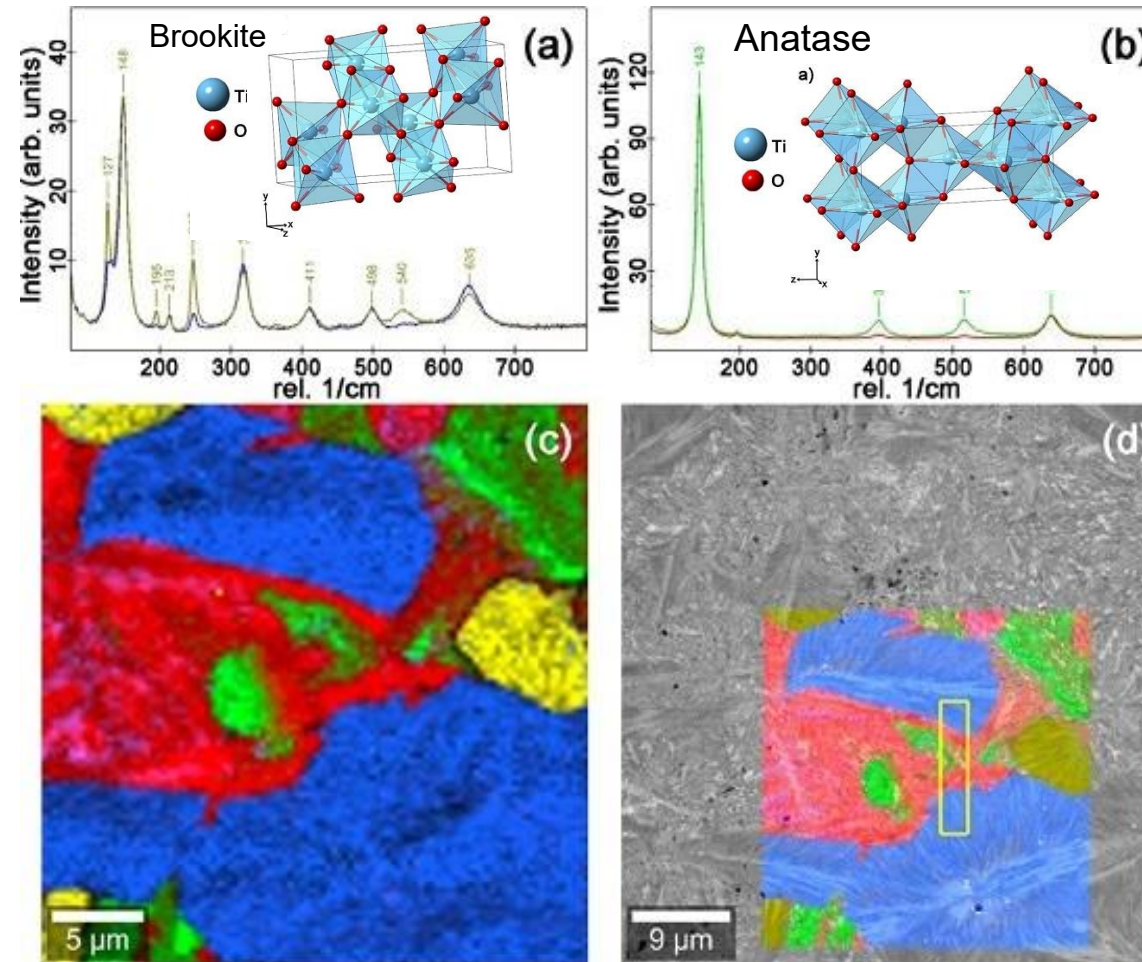
Le déplacement d'énergie entre l'excitation envoyée sur l'échantillon et le photon diffusé est caractéristique de la liaison de l'objet étudié



# Préparation & caractérisation de région d'intérêt à l'aide d'une approche corrélative FIB-SEM + RAMAN

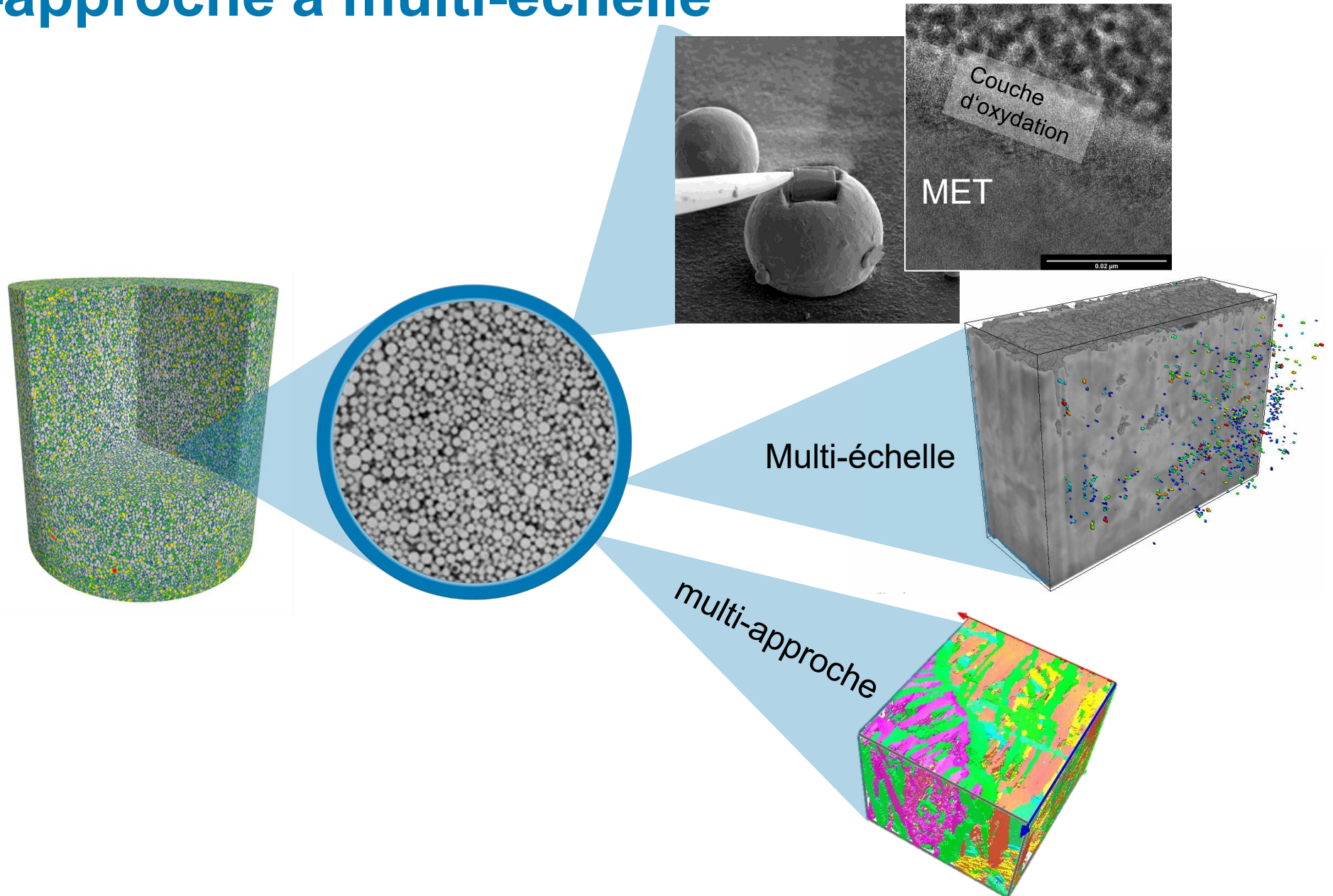
Les approches corrélatives aident à identifier les zones d'intérêt, en particulier pour les matériaux nanométriques

- ☑ TiO<sub>2</sub> a plusieurs polymorphes qu'il est impossible de distinguer en SEM ou en EDX
- ☑ La spectroscopie RAMAN peut les différencier en fonction de la structure de liaison
- ☑ La localisation exacte de la zone d'intérêt pour effectuer une lame TEM a été effectuée à l'aide de la technique corrélative FIB-SEM-RAMAN



# Du multi-approche à multi-échelle

- ✓ Examen global à l'aide du micro-CT
- ✓ Le plasma FIB-SEM offre une analyse 3D multi échelle et multi approche des régions d'intérêts

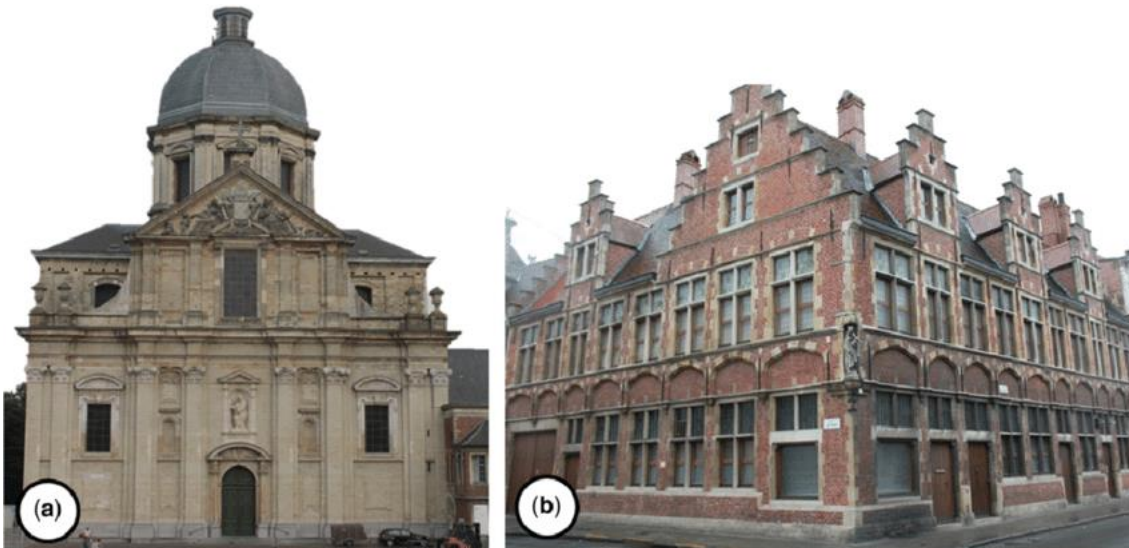


# Pierres de Lede : Etude de leurs détériorations

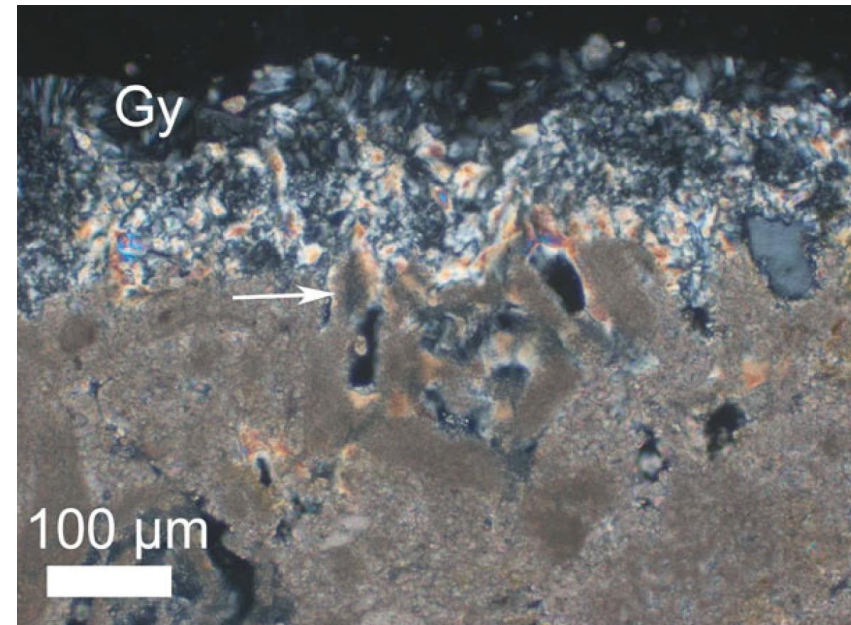
## Problématique:

- ✔ Etude du comportement d'érosion de la pierre de Lede en milieu urbain

**Une analyse multi-échelle est nécessaire pour répondre à ces questions**



Utilisation de la pierre de Lede en maçonnerie et pour la sculpture (a) ou en mélange avec de la brique (b)



En collaboration avec

# Formation Gypse - Workflow 4D

- Acquisition:
  - 30 min par tomography
  - 4 jours
  - 138 acquisitions
  - 5 um voxel size



En collaboration avec

# Pierres de Lede : Etude de leurs détériorations

En collaboration avec



# Olivine: Observation d'inclusions

## Problématique:

- ① Comprendre la nature des inclusions présentes dans l'olivine

**Une analyse multi-échelle est nécessaire pour répondre à ces questions**

En collaboration avec



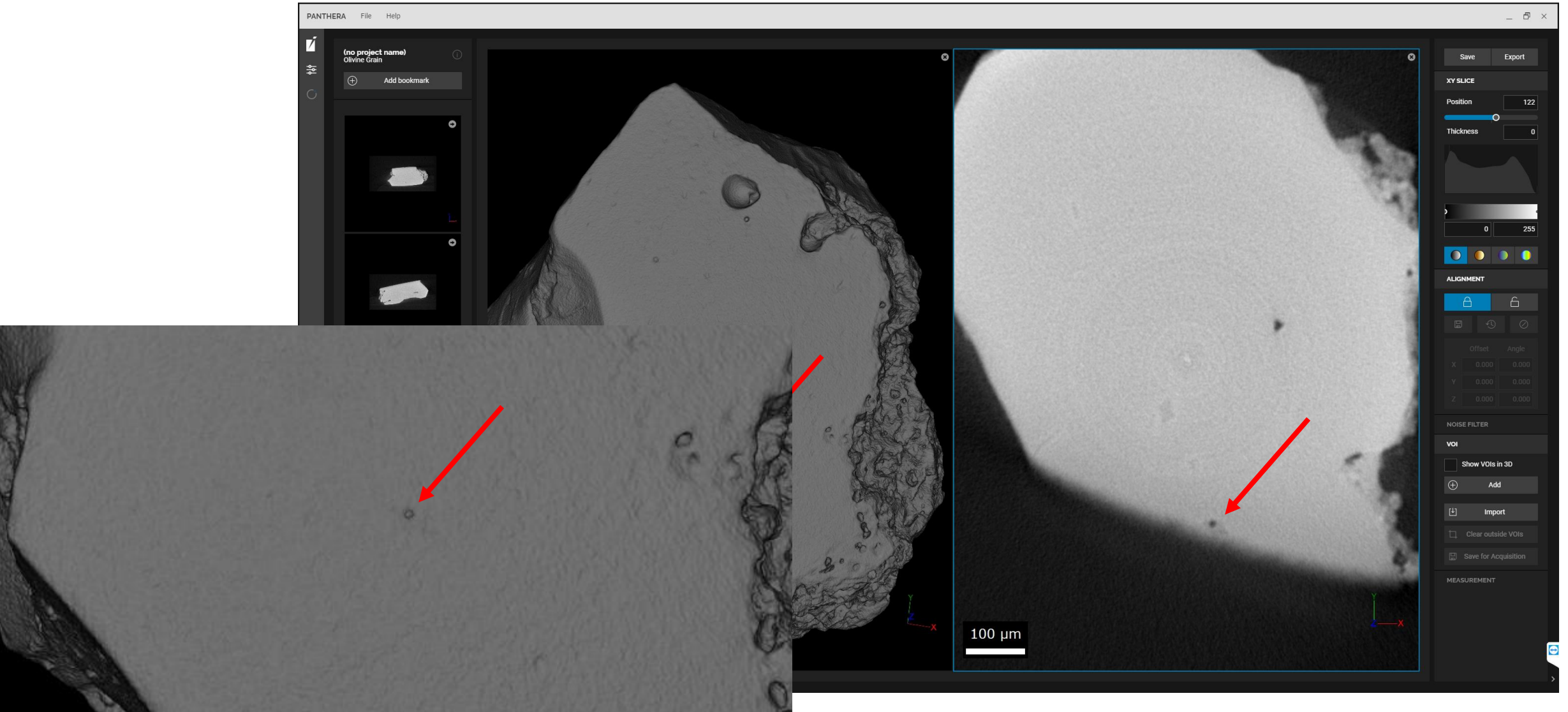
# Localisation d'inclusion

CoreTOM

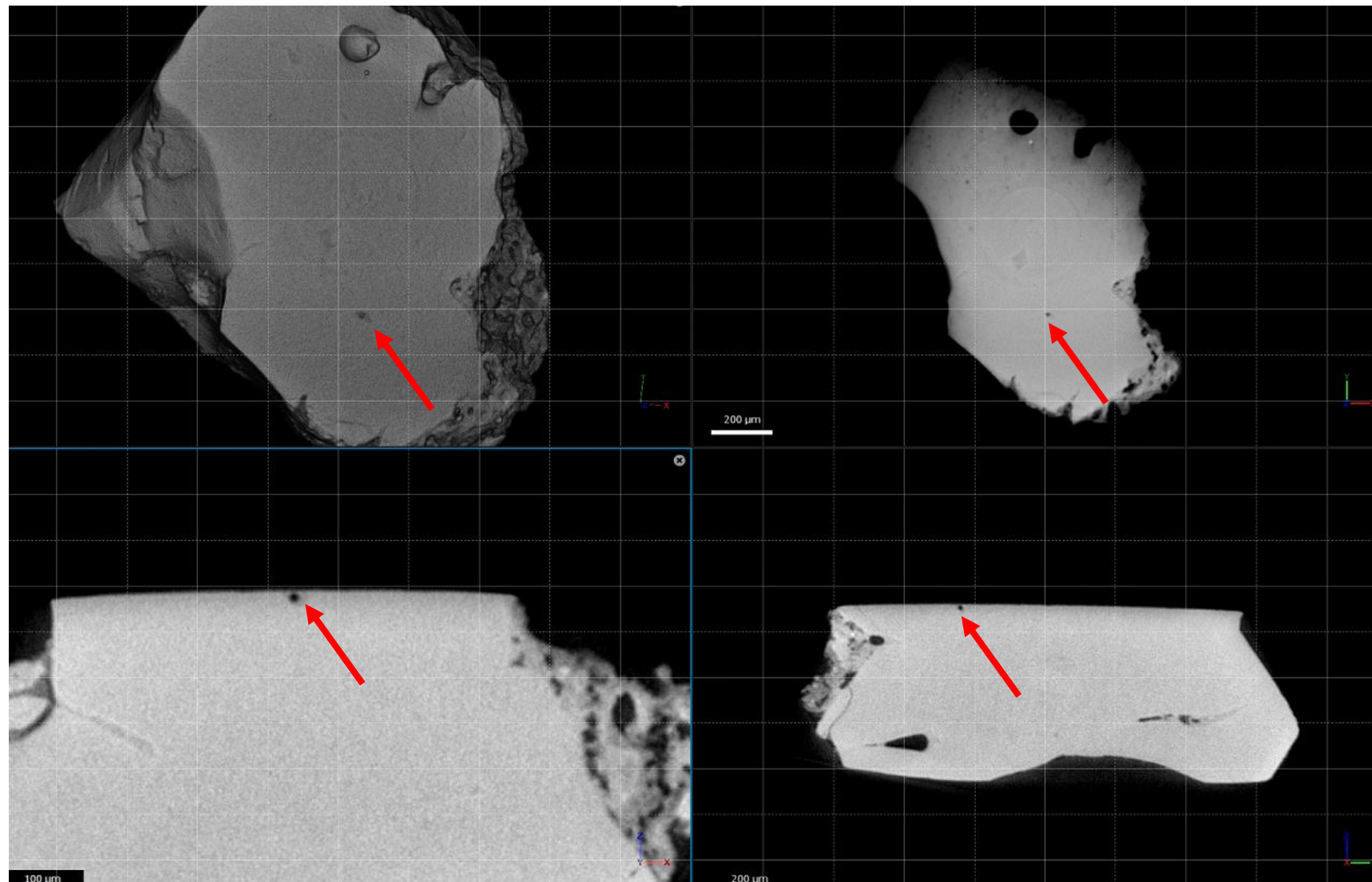
# Olivine: Paramètres d'acquisition du CT scan

- **CT-scan settings**
  - voxel size: 1.3 $\mu$ m
- **Total time: 42 hours 33 minutes**
- **Post-processing + Visualization**
  - Dragonfly ORS

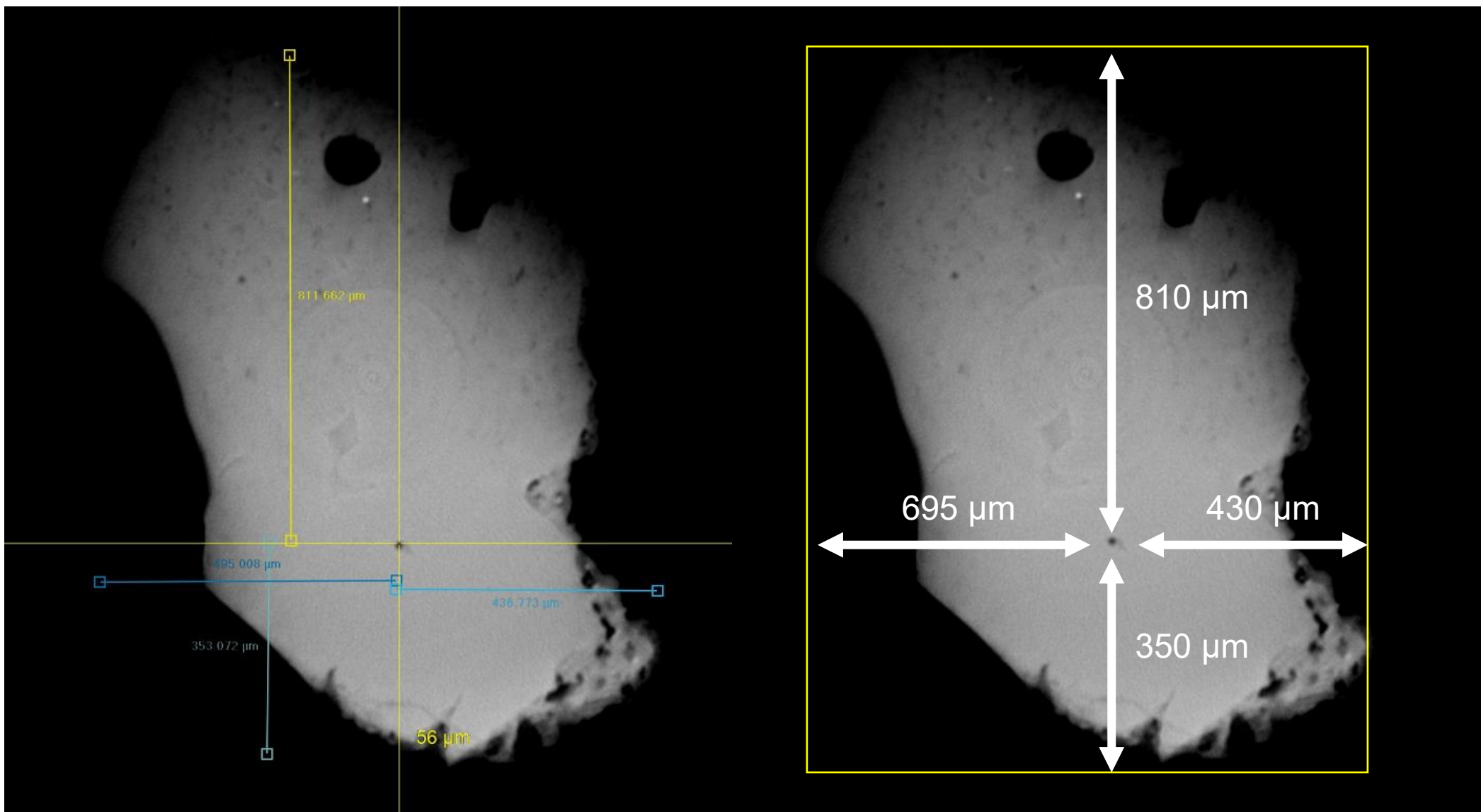
# Olivine: Observation d'inclusions → Localisation



# Olivine: Observation d'inclusions → Localisation



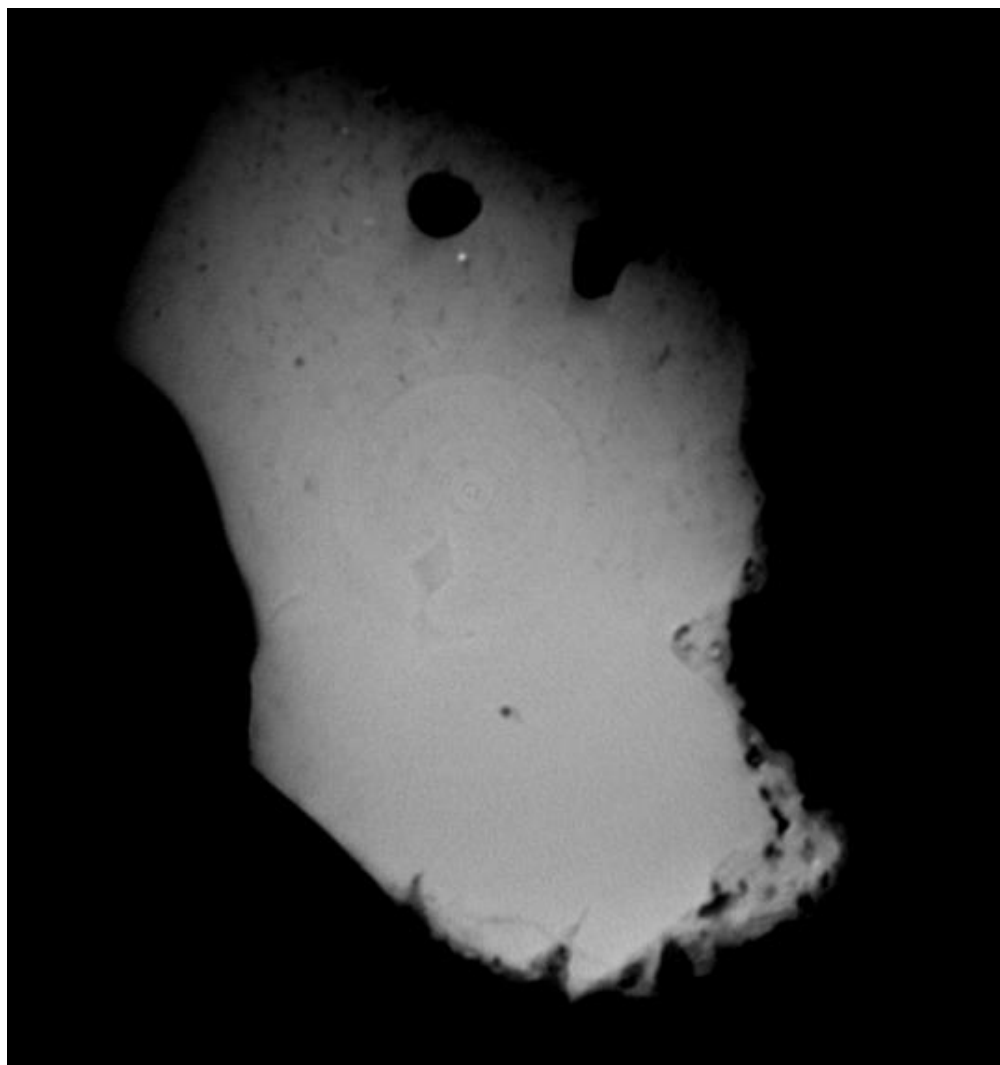
# Olivine: Observation d'inclusions → Localisation



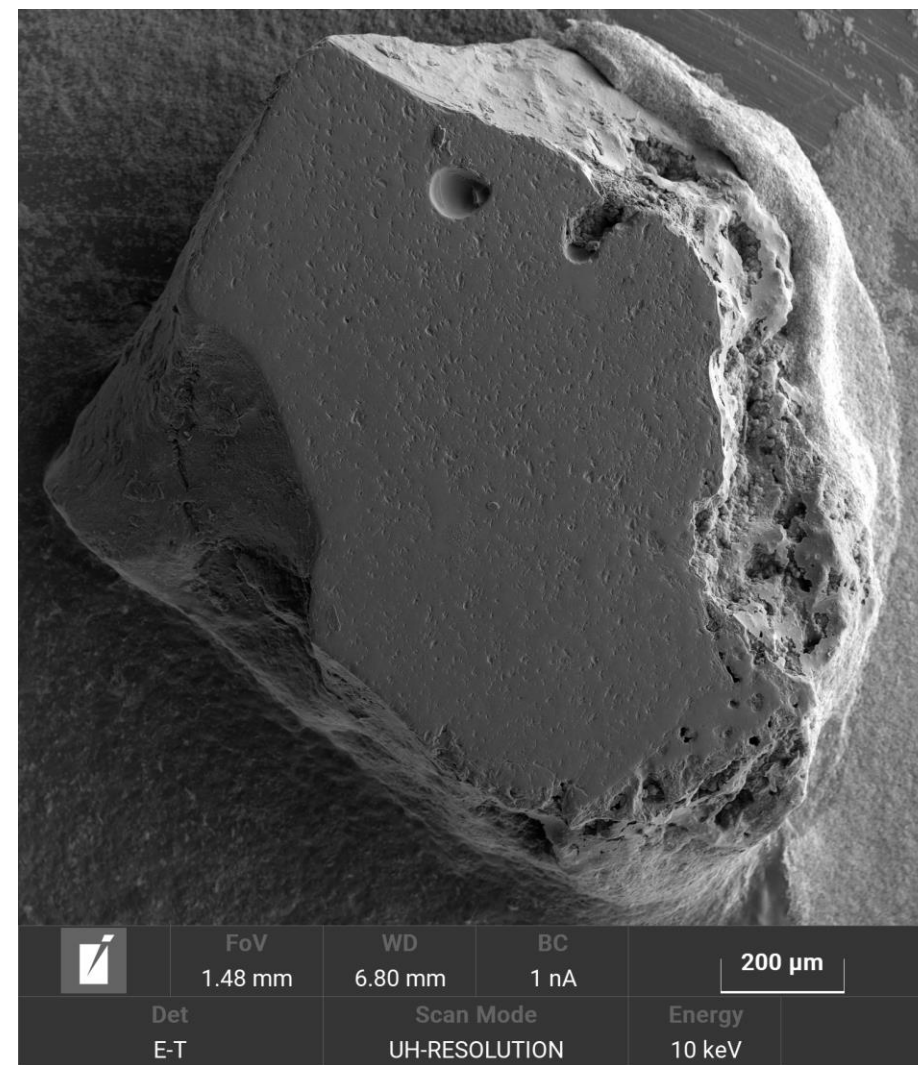
# Localisation des inclusions

Coral Positioner dans le plasma FIB

# Olivine: Localisation par Coral

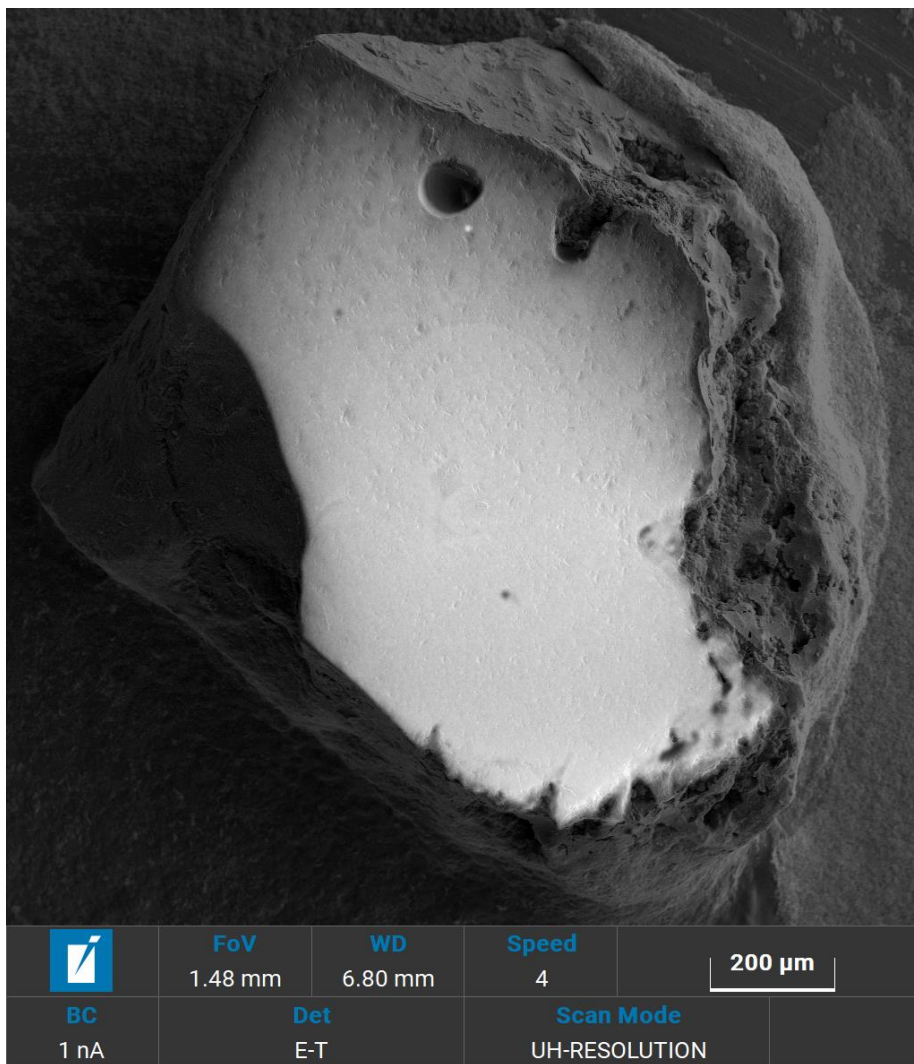


■ Image du CoreTom

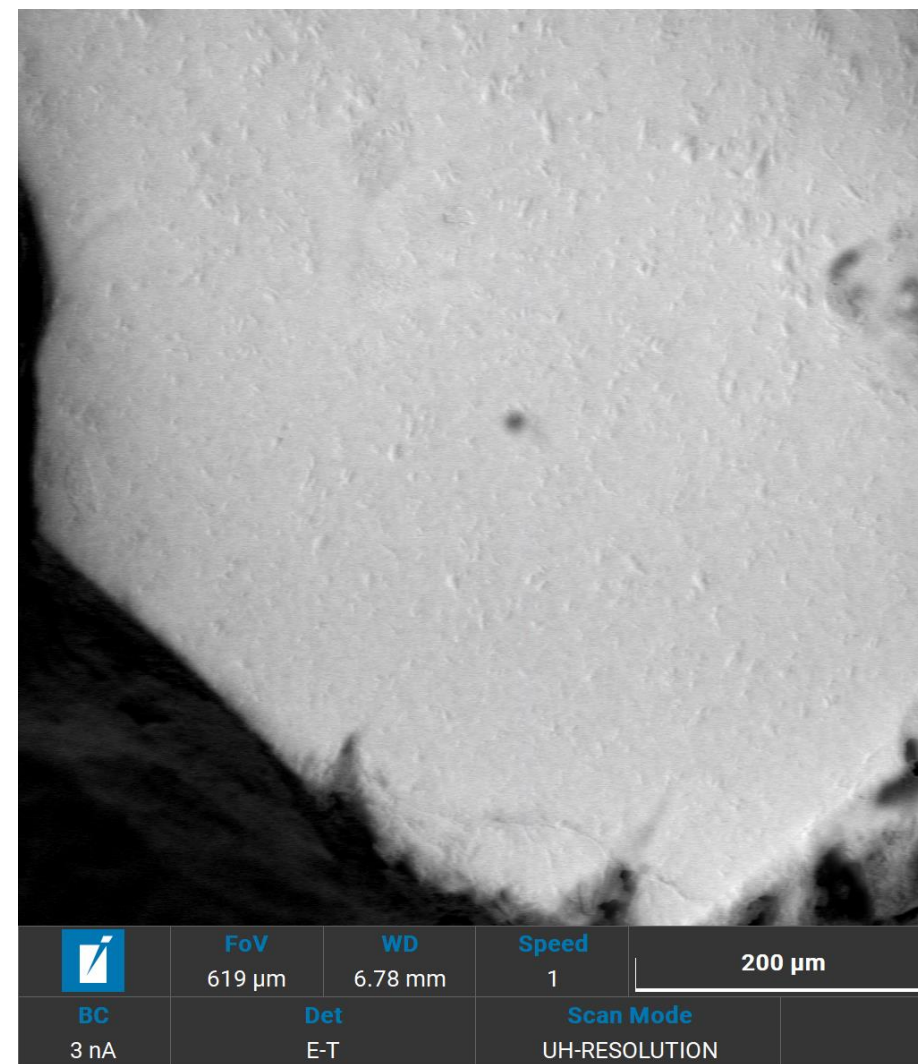


■ Image SEM (échantillon métallisé)

# Olivine: Localisation par Coral

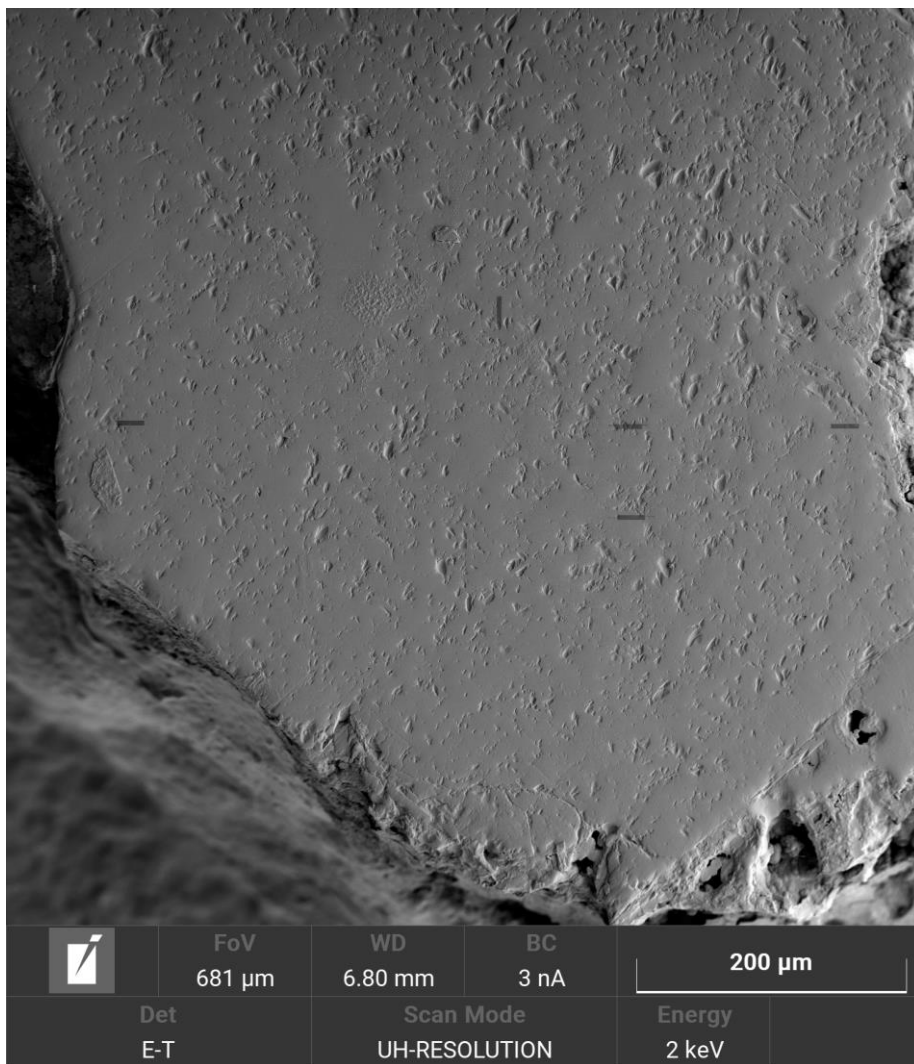


■ Coral Positioner: CoreTOM + image SEM

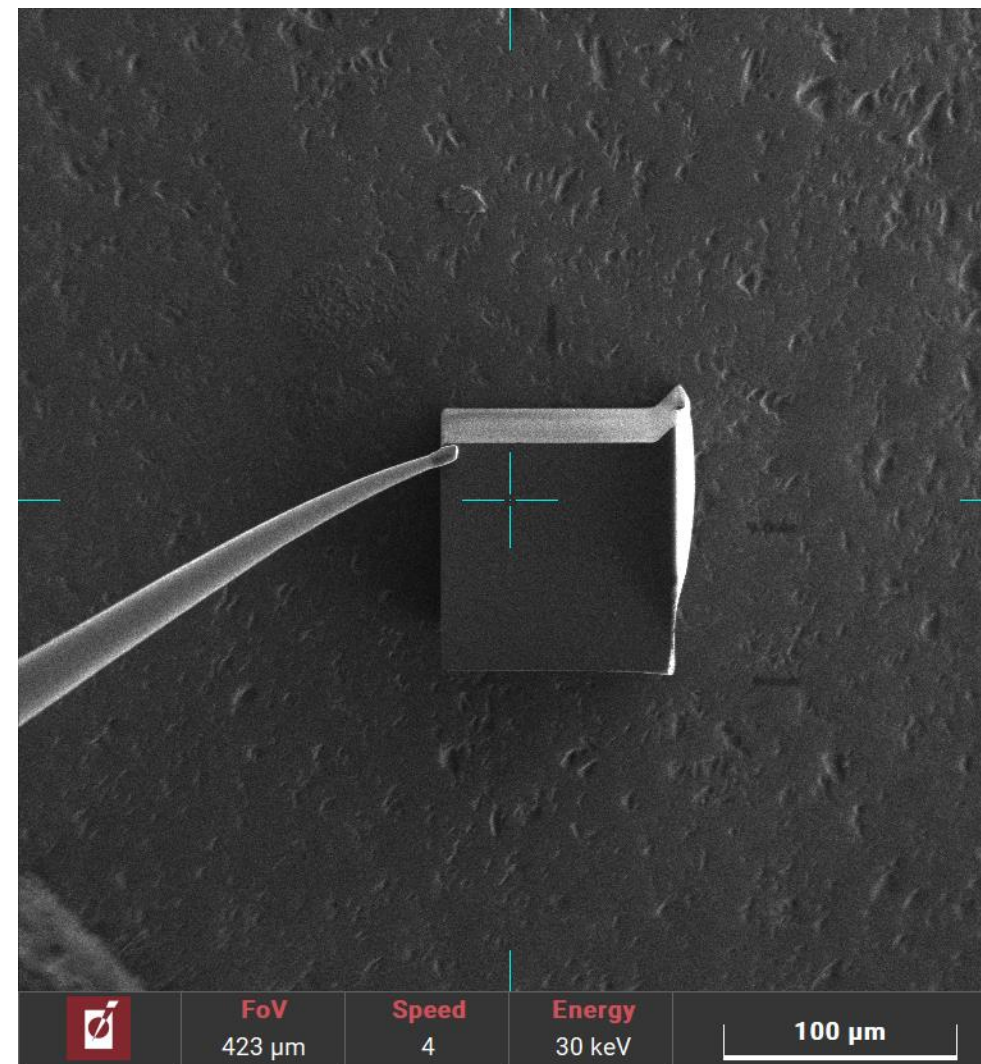


■ Détail

# Olivine: Localisation par Coral



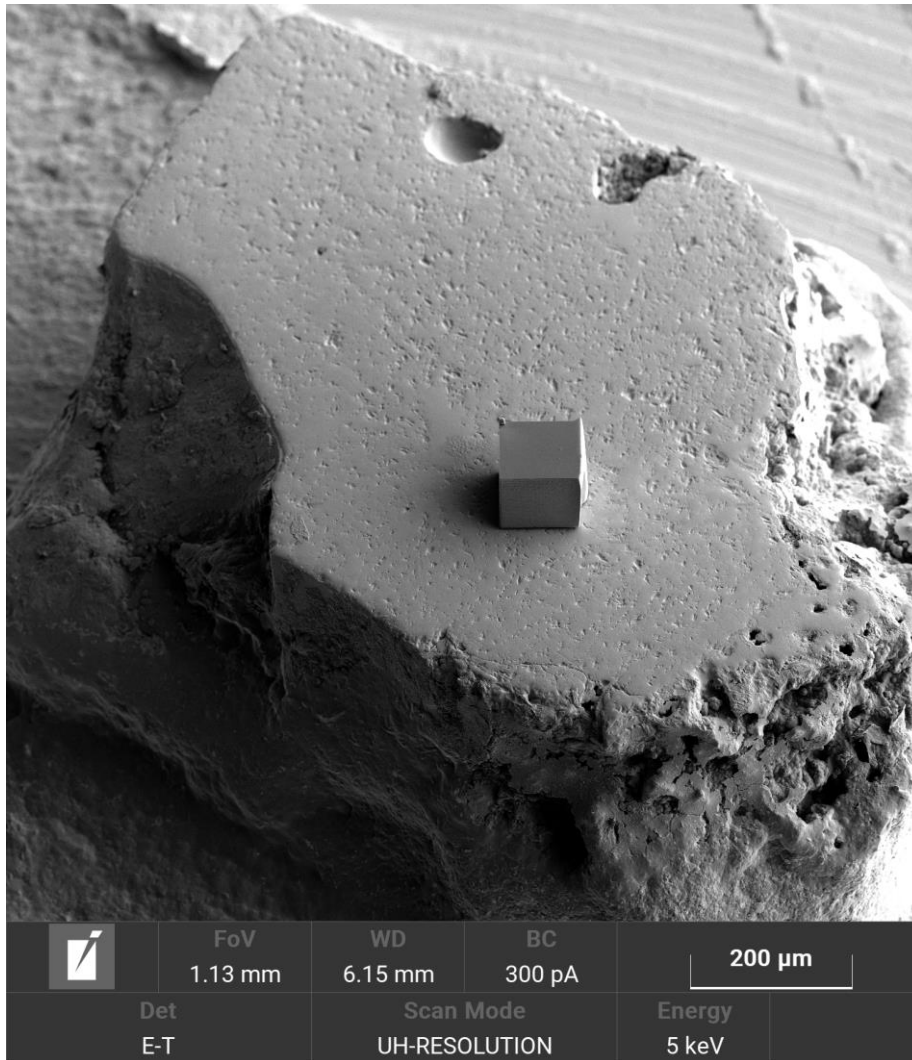
- Repères par dépôts de Pt



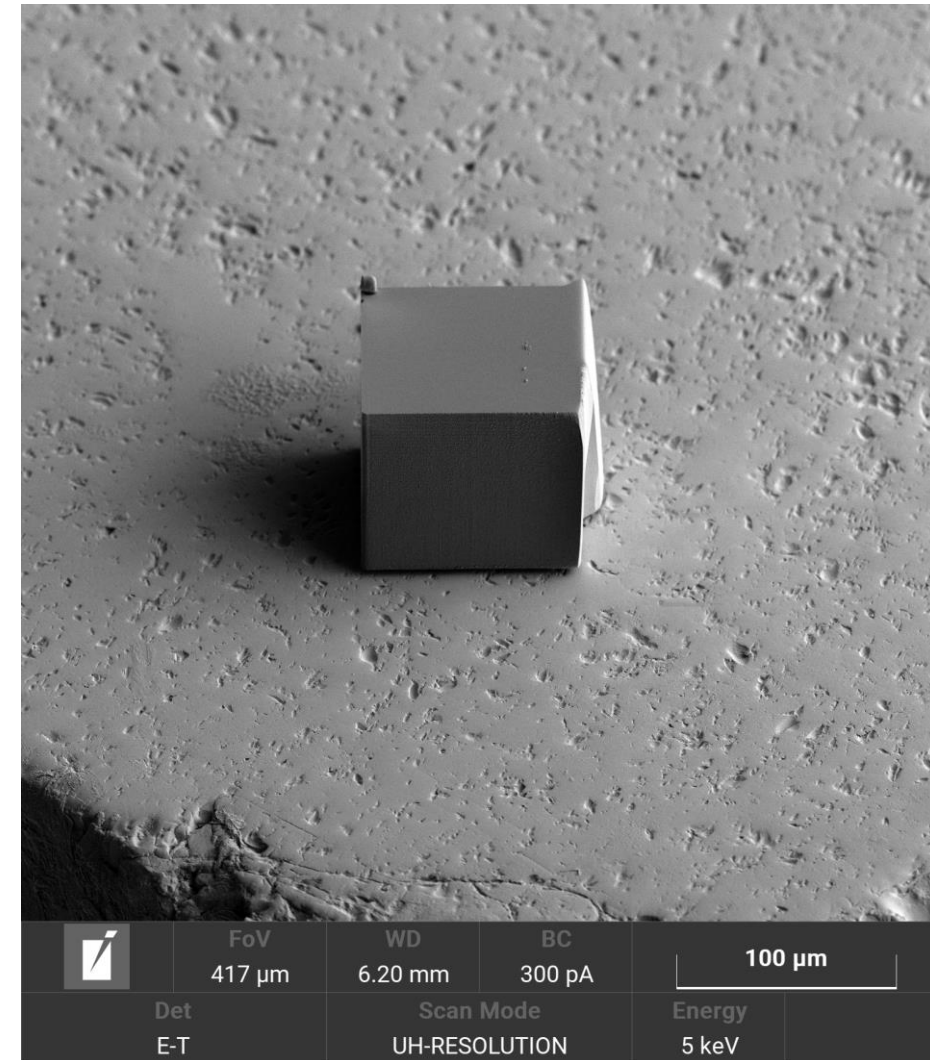
- Positionnement d'un masque protecteur en Si

# Préparation pour la tomographie 3D

# Olivine: Préparation du volume pour la tomographie 3D

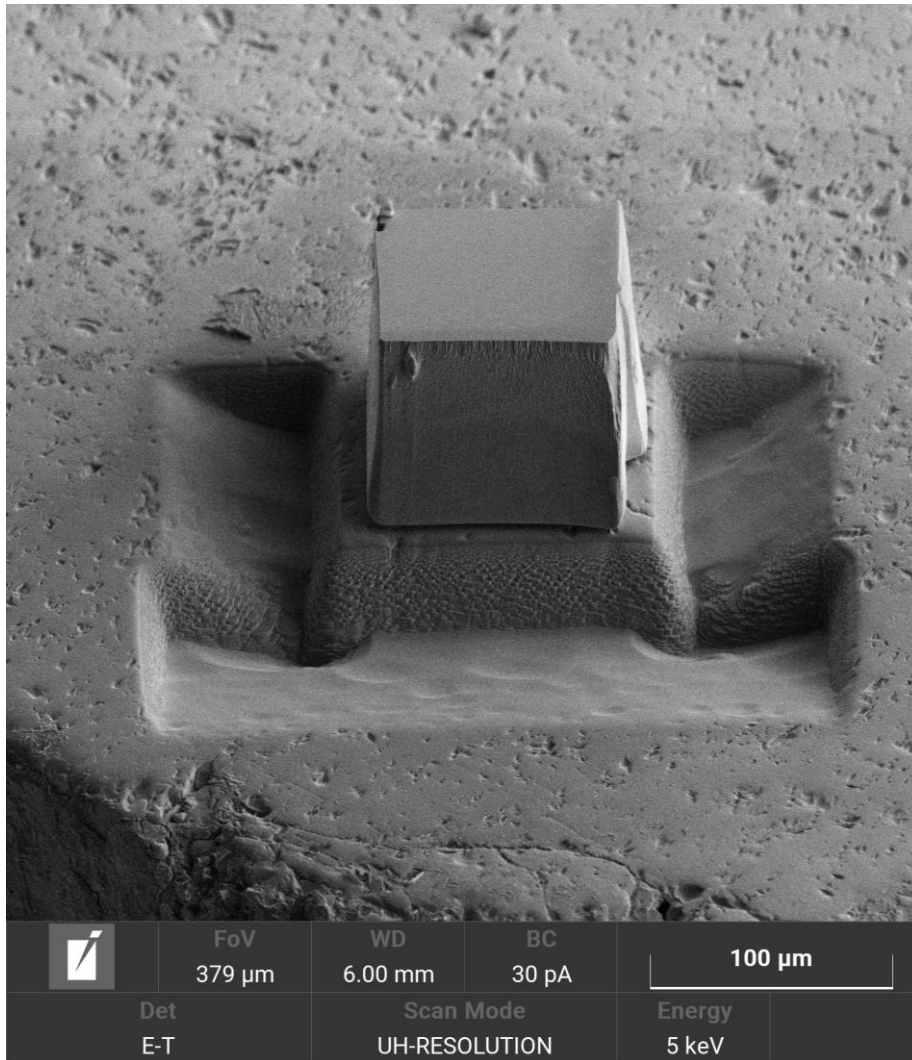


■ Masque à la surface de l'échantillon

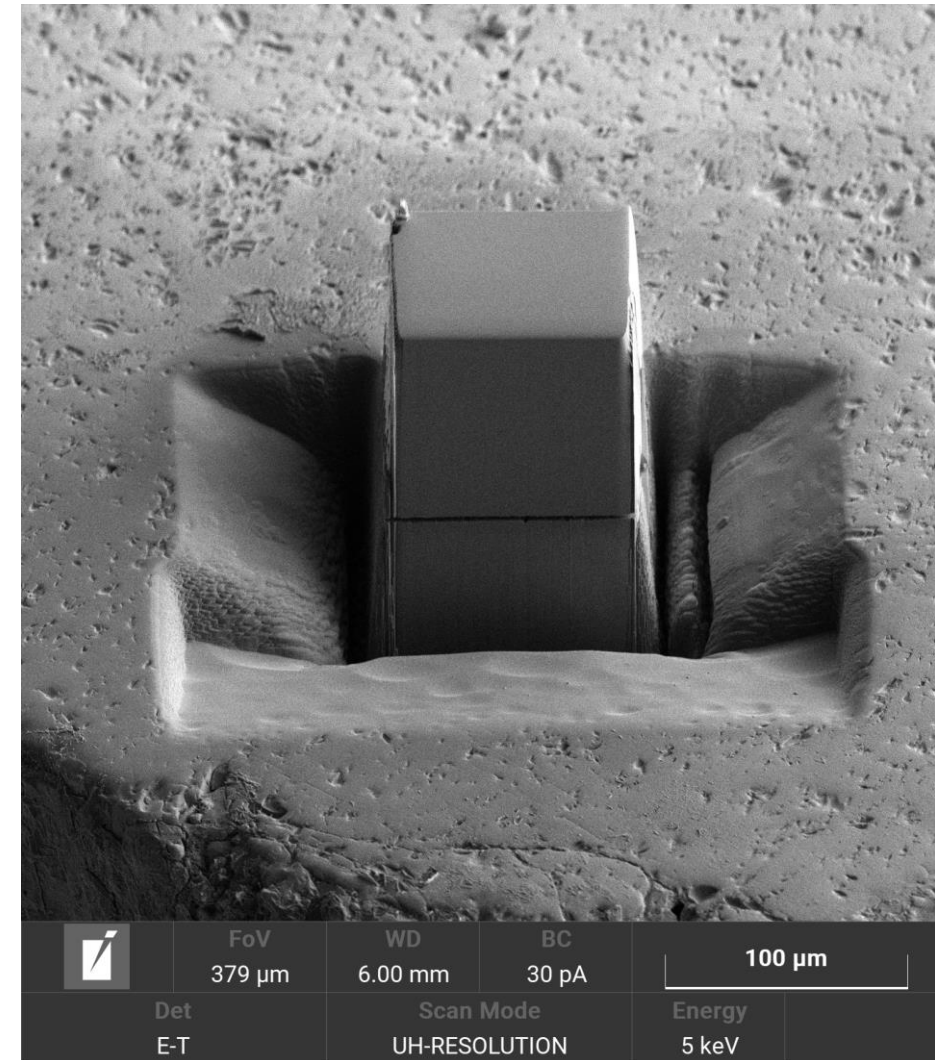


■ Détail

# Olivine: Préparation du volume pour la tomographie 3D

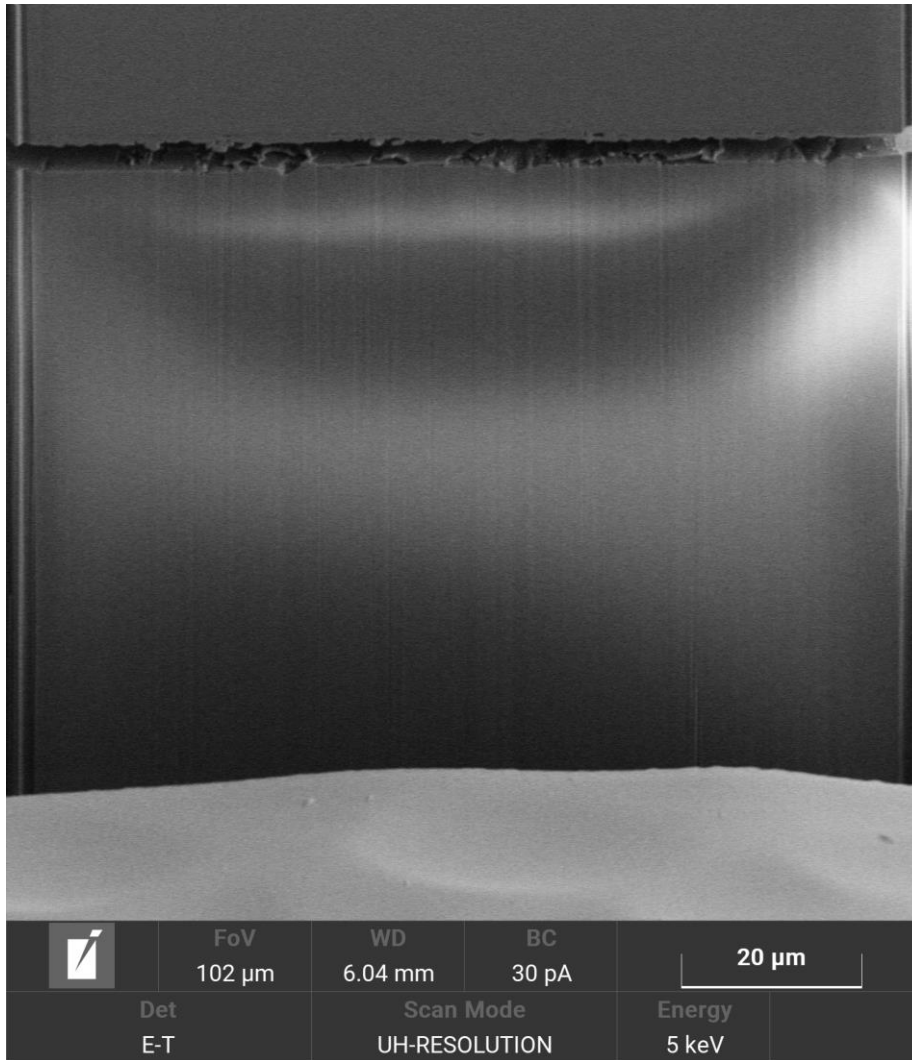


■ Gravure des tranchées

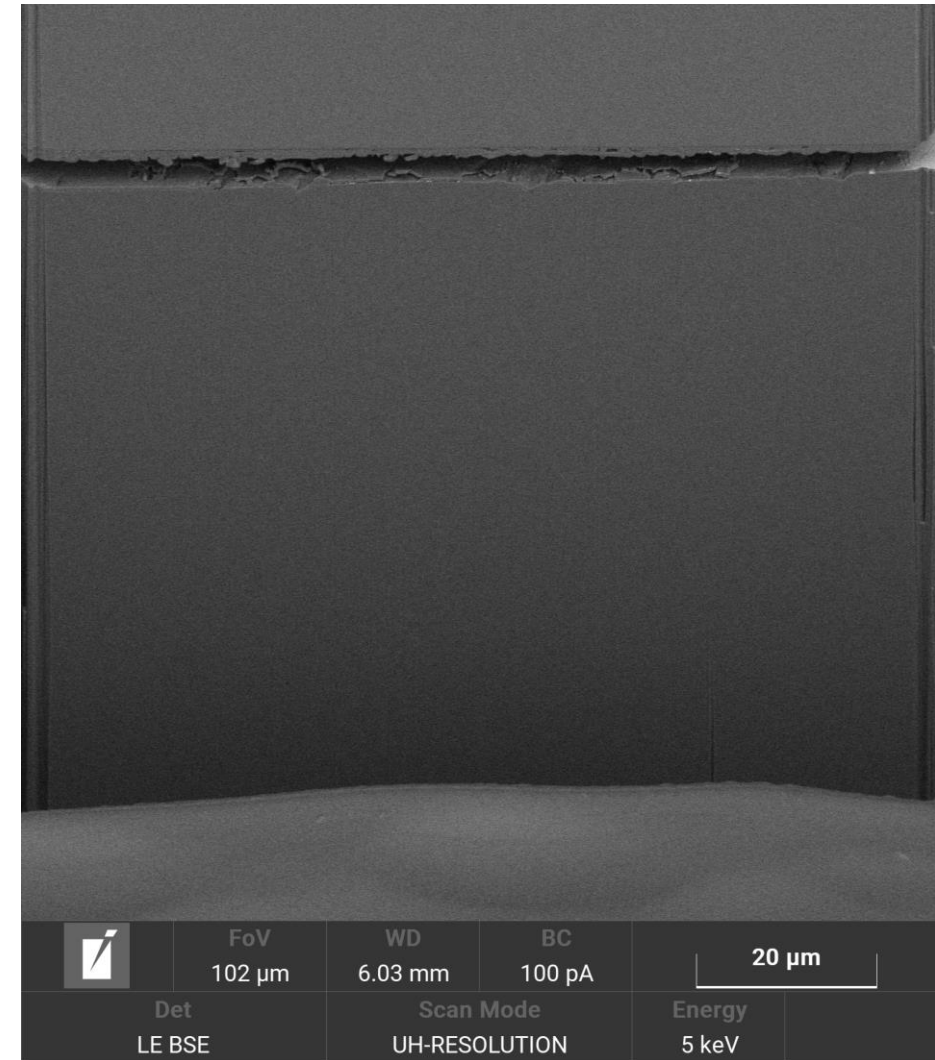


■ Polissage

# Olivine: Préparation du volume pour la tomographie 3D



■ SE image



■ BSE image

# Tomographie 3D EDS

Première partie de l'inclusion

# Olivine: Paramètres d'acquisition de la tomographie 3D

## ■ FIB settings

- FIB current – 100 nA polishing
- Slice thickness – 25 nm
- Number of slices – 106 slices -> total thickness 2.65  $\mu\text{m}$
- Polished width – 115  $\mu\text{m}$
- Polished depth – 100  $\mu\text{m}$

## ■ SEM settings

- SEM conditions – 5 kV, 1 nA
- Pixel size – 20 / 80 nm
- Field of view – 25 x 25  $\mu\text{m}$  / 130 x 130  $\mu\text{m}$
- Acquisition time – 2 min 53 s / 1 min 42 s
- Detector – LE-BSE

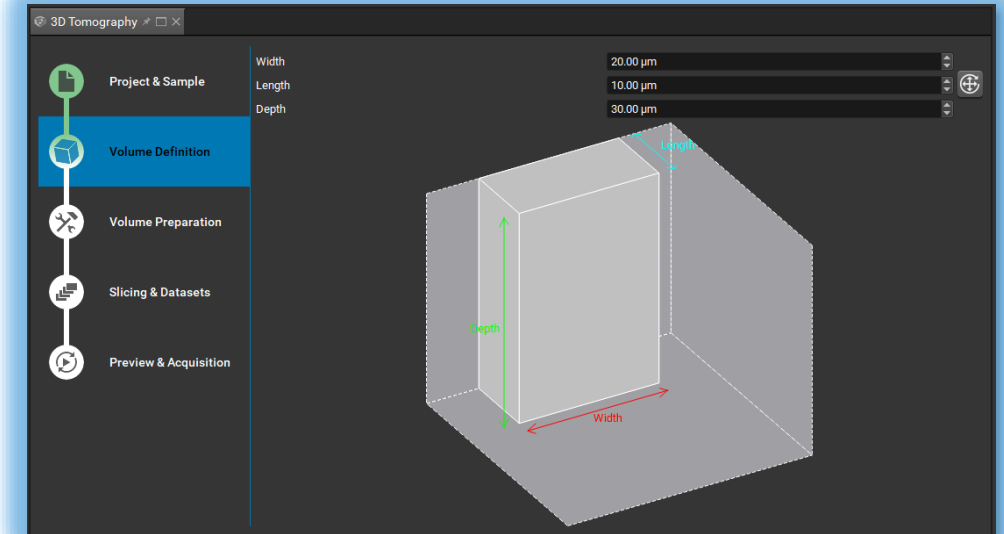
## ■ EDS settings

- 2048 x 2048 pixels
- Field of view – 25 x 25  $\mu\text{m}$
- Detected elements - Si, Ti, Al, Fe, Mg, Ca, Na, K, C, O, S, Cu

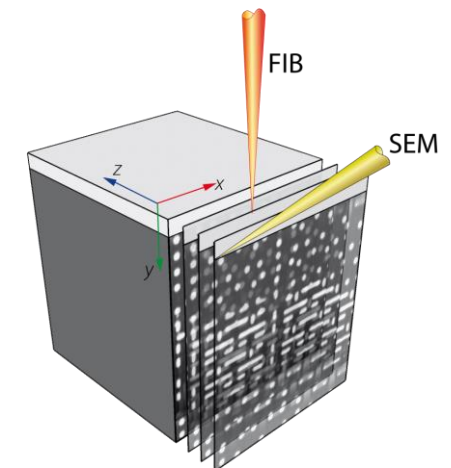
## ■ Total time: 6 hours 55 minutes

## ■ Post-processing + Visualization

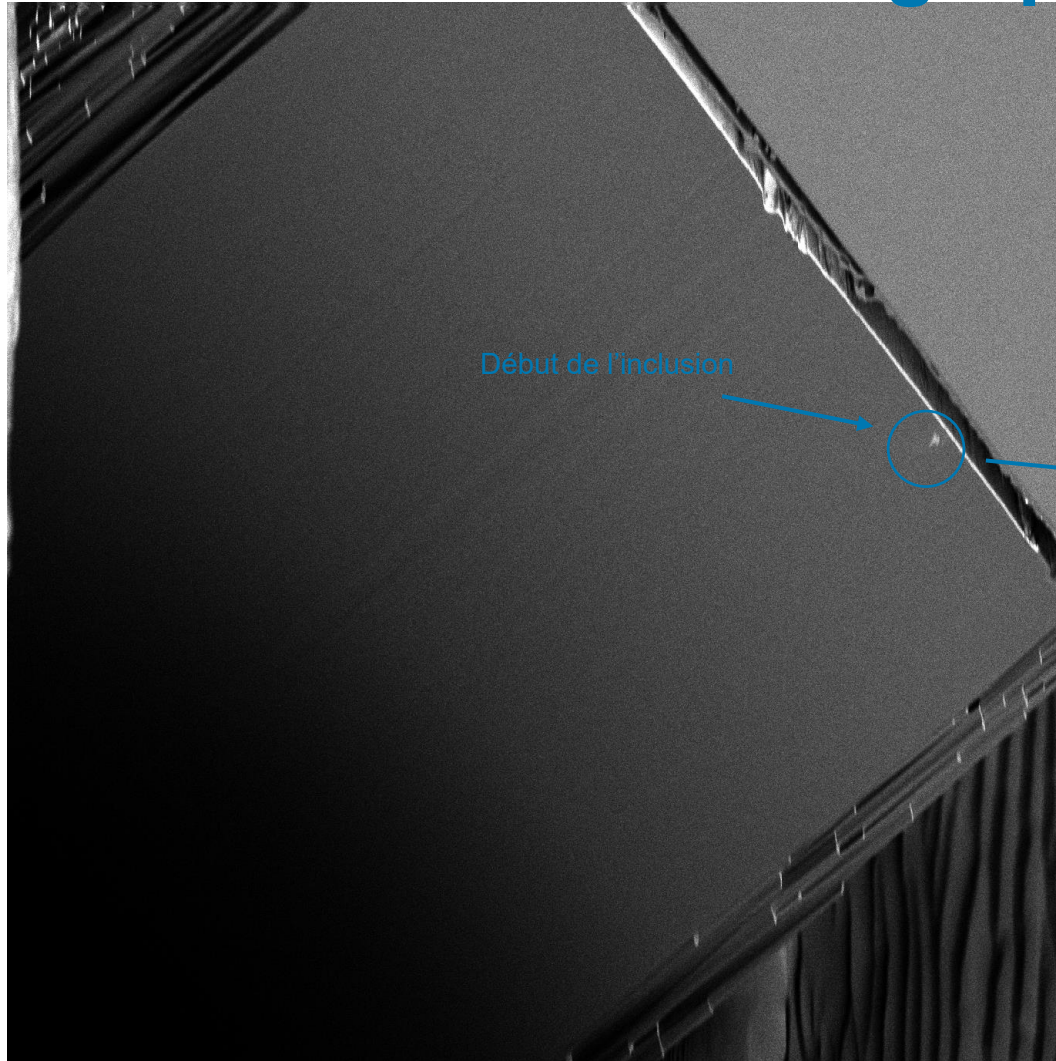
- Dragonfly ORS



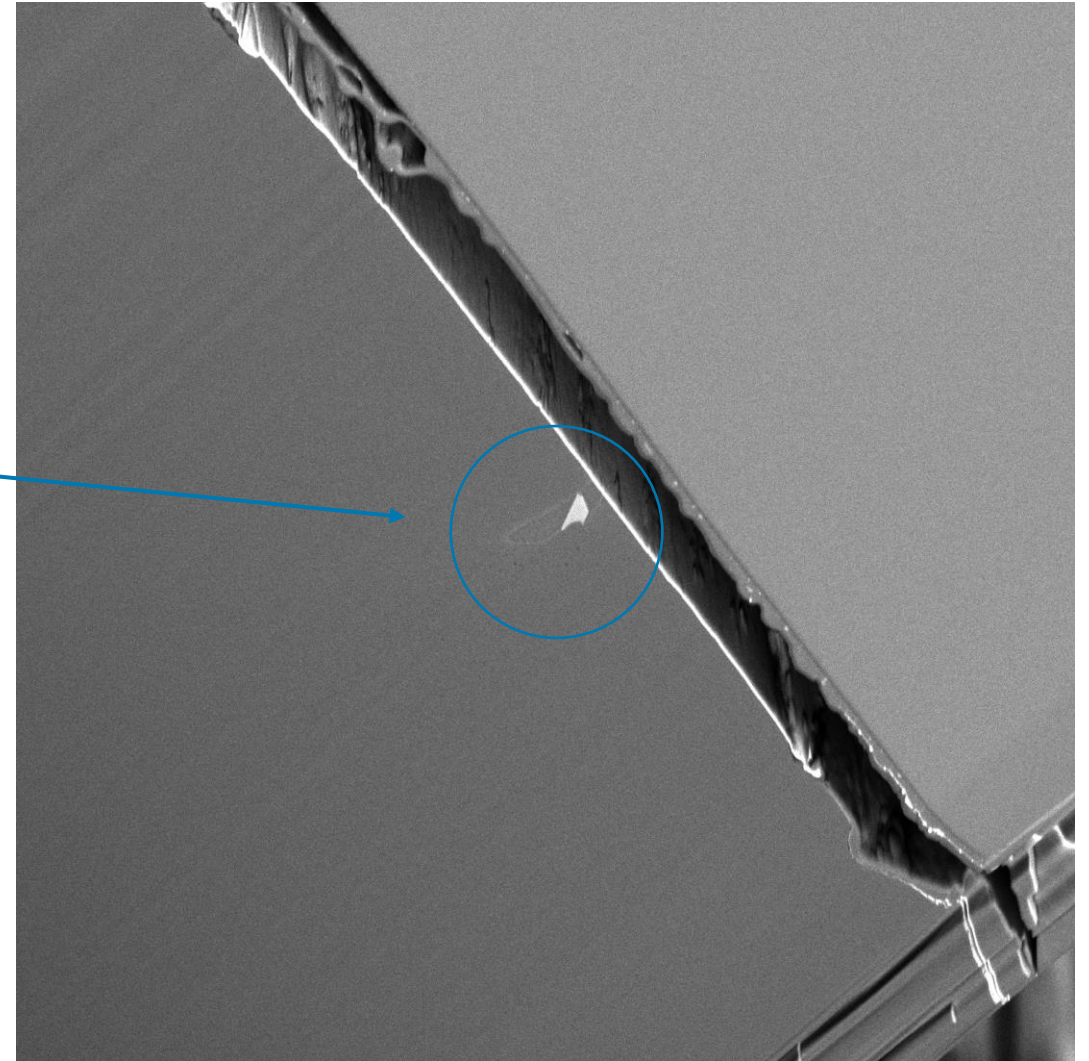
FIB-SEM tomography acquisition guide



# Olivine: Début de la tomographie 3D



■ Début de l'inclusion – Vue générale

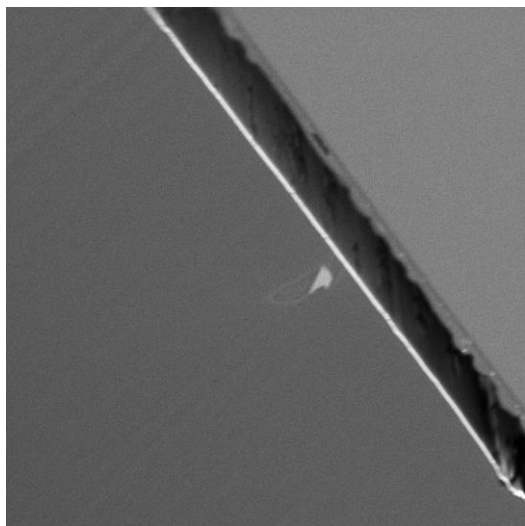


■ Début de l'inclusion - détail

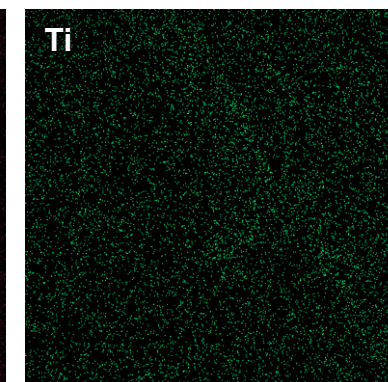
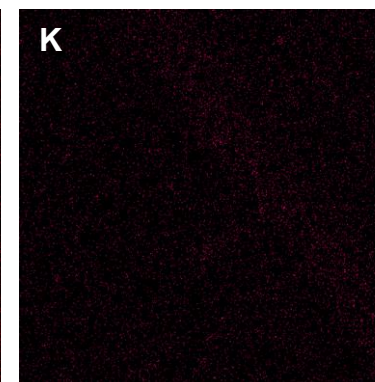
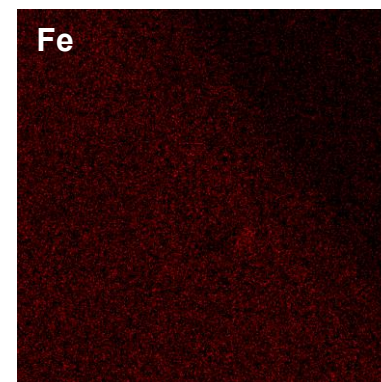
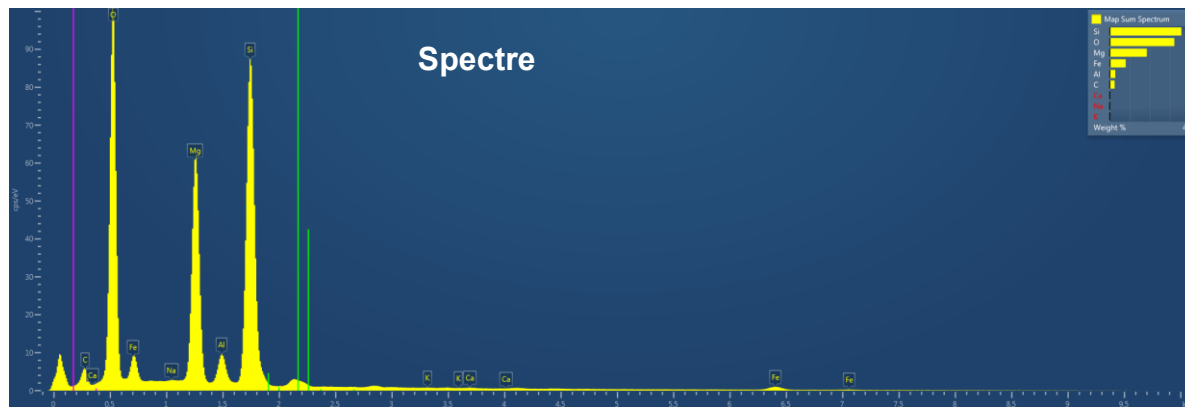
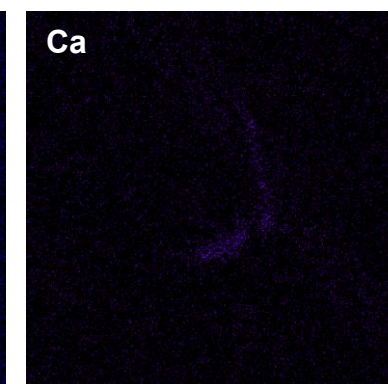
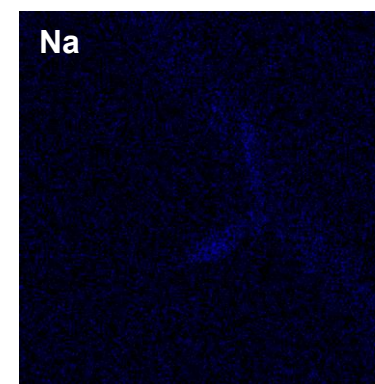
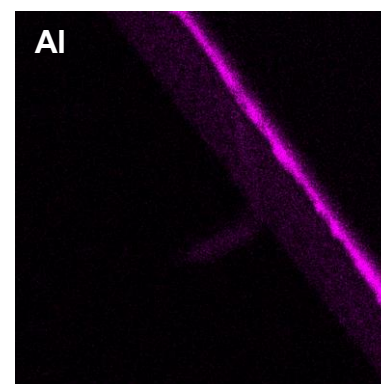
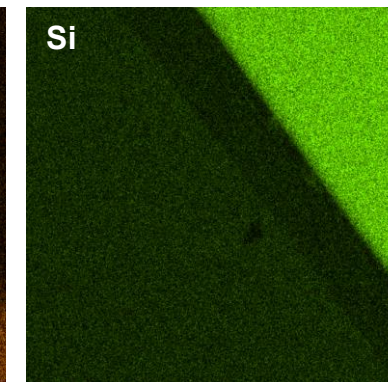
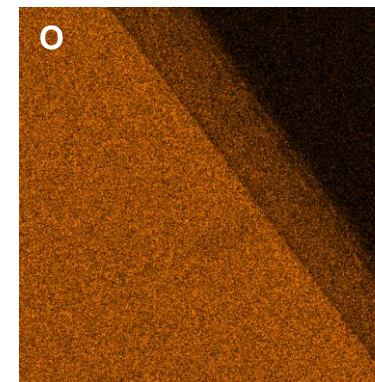
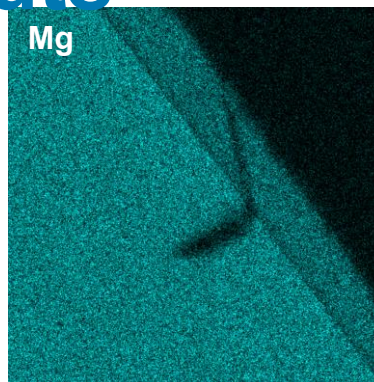
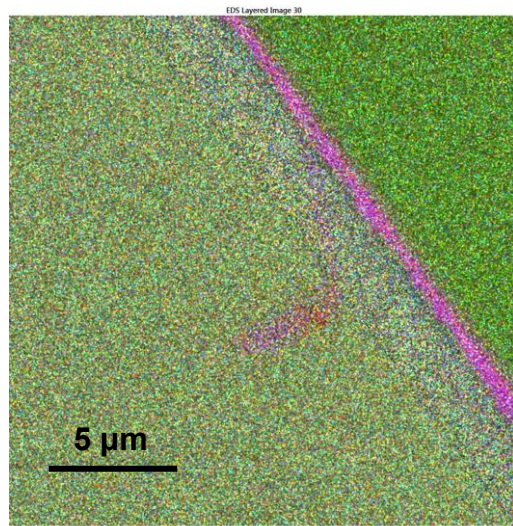
# Olivine: Cartographie EDS- Début

Oxford UltimMax 170 detector, 10 kV, 1 nA

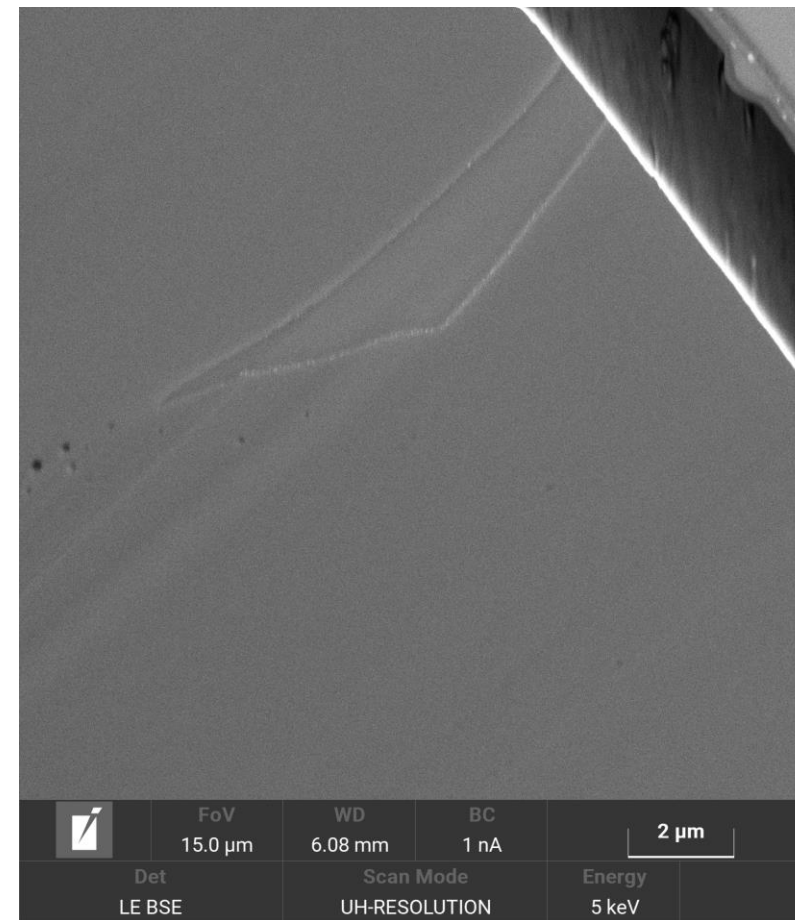
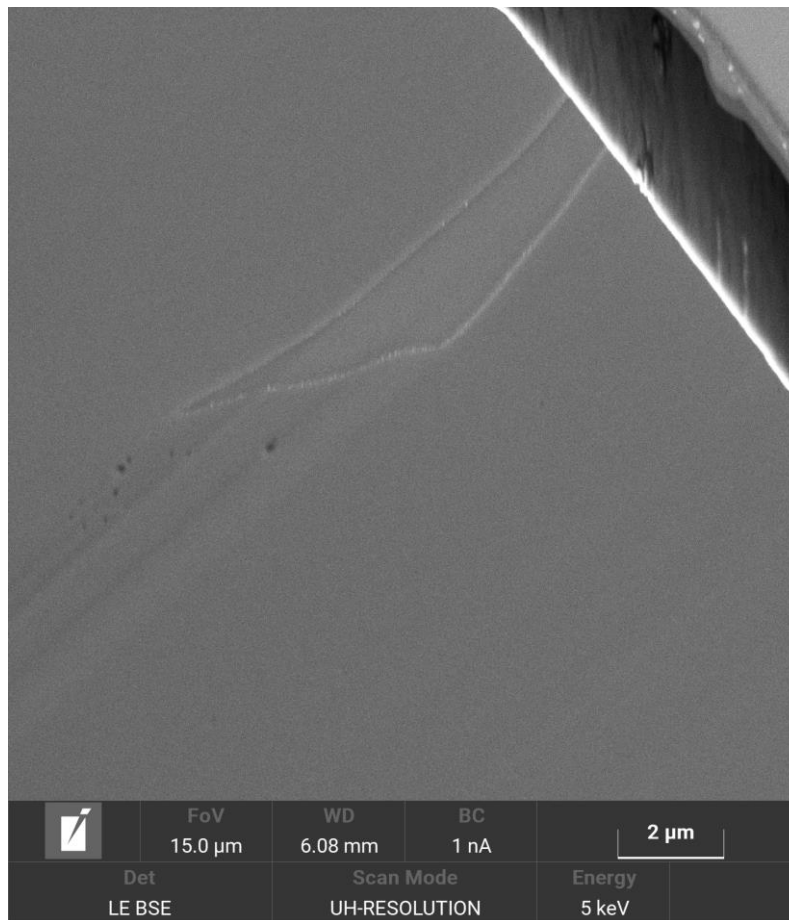
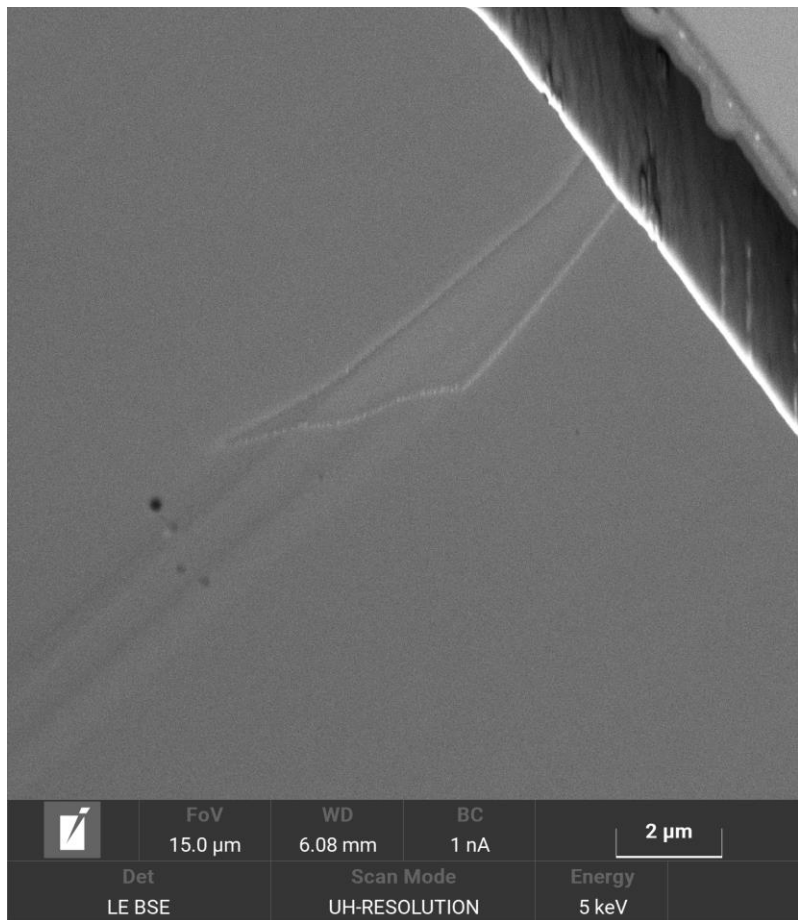
Image électronique



Ensemble des éléments



# Olivine: Tomographie 3D

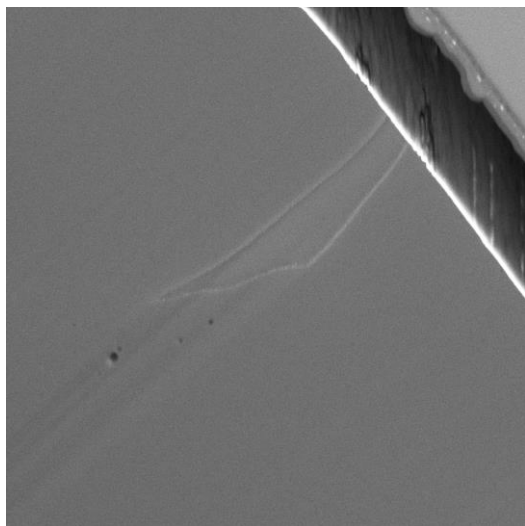


Premières slices

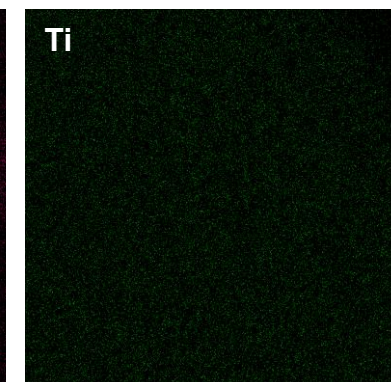
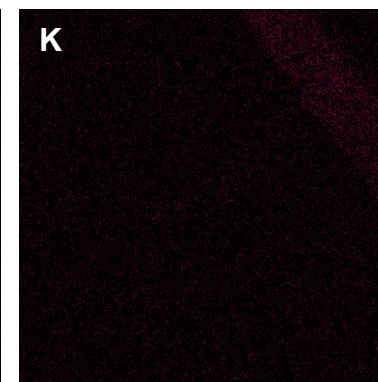
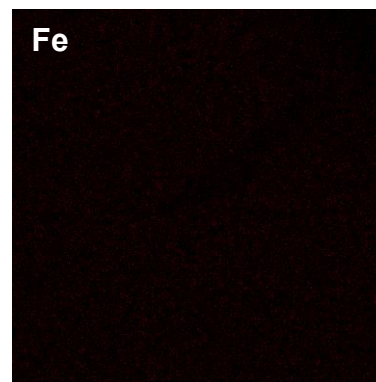
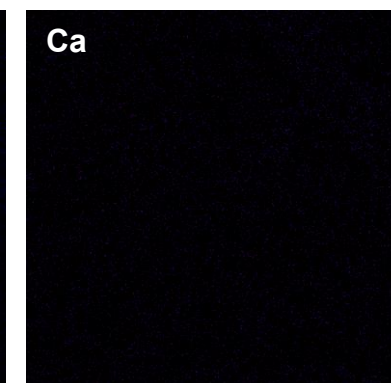
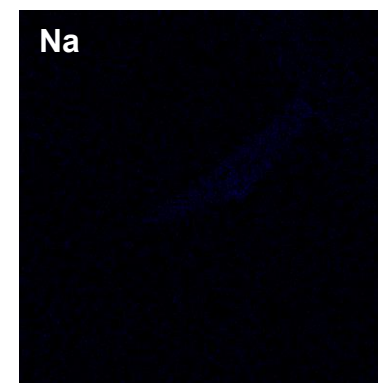
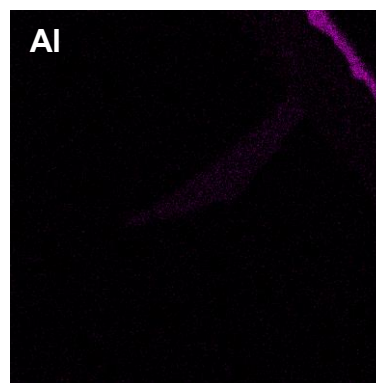
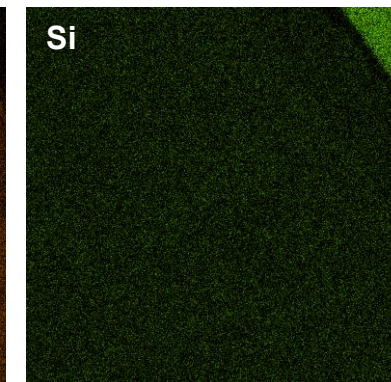
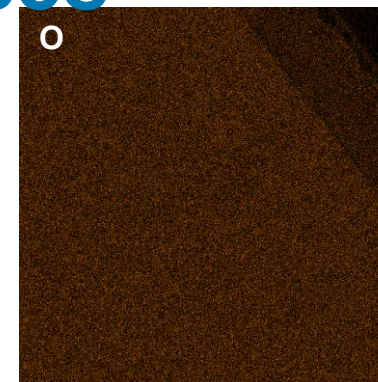
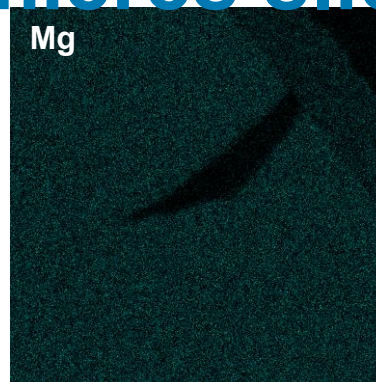
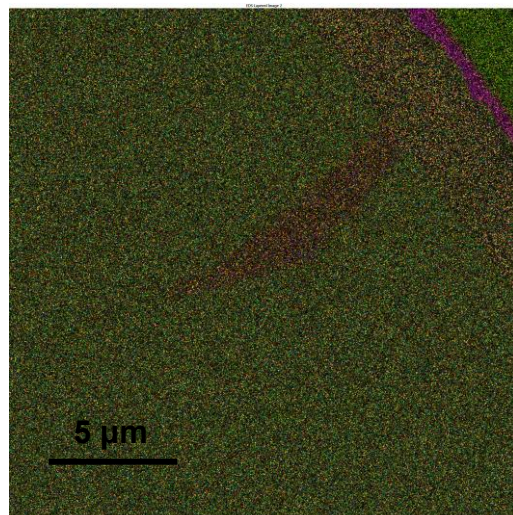
# Olivine: Cartographie EDS- Premières slices

Oxford UltimMax 170 detector, 5 kV, 1nA

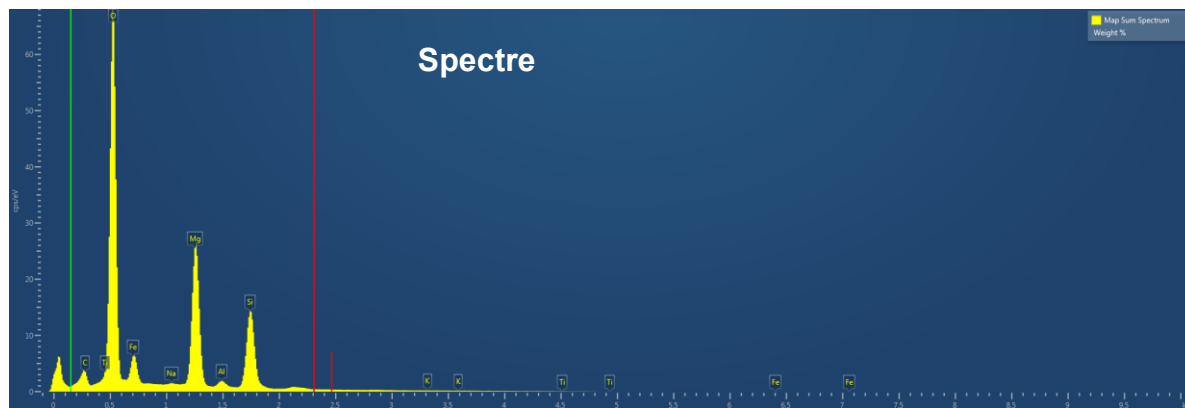
Image électronique



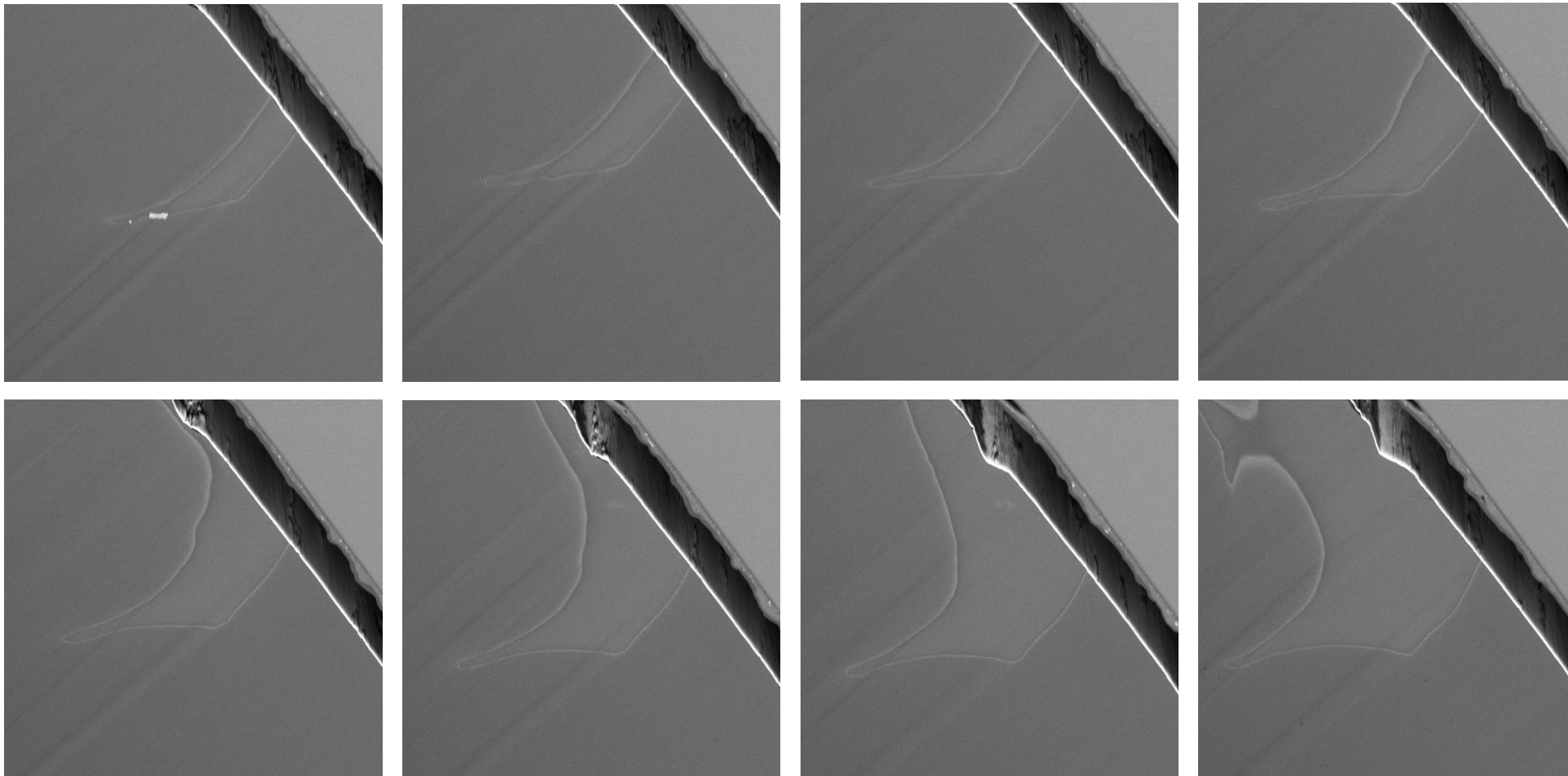
Ensemble des éléments



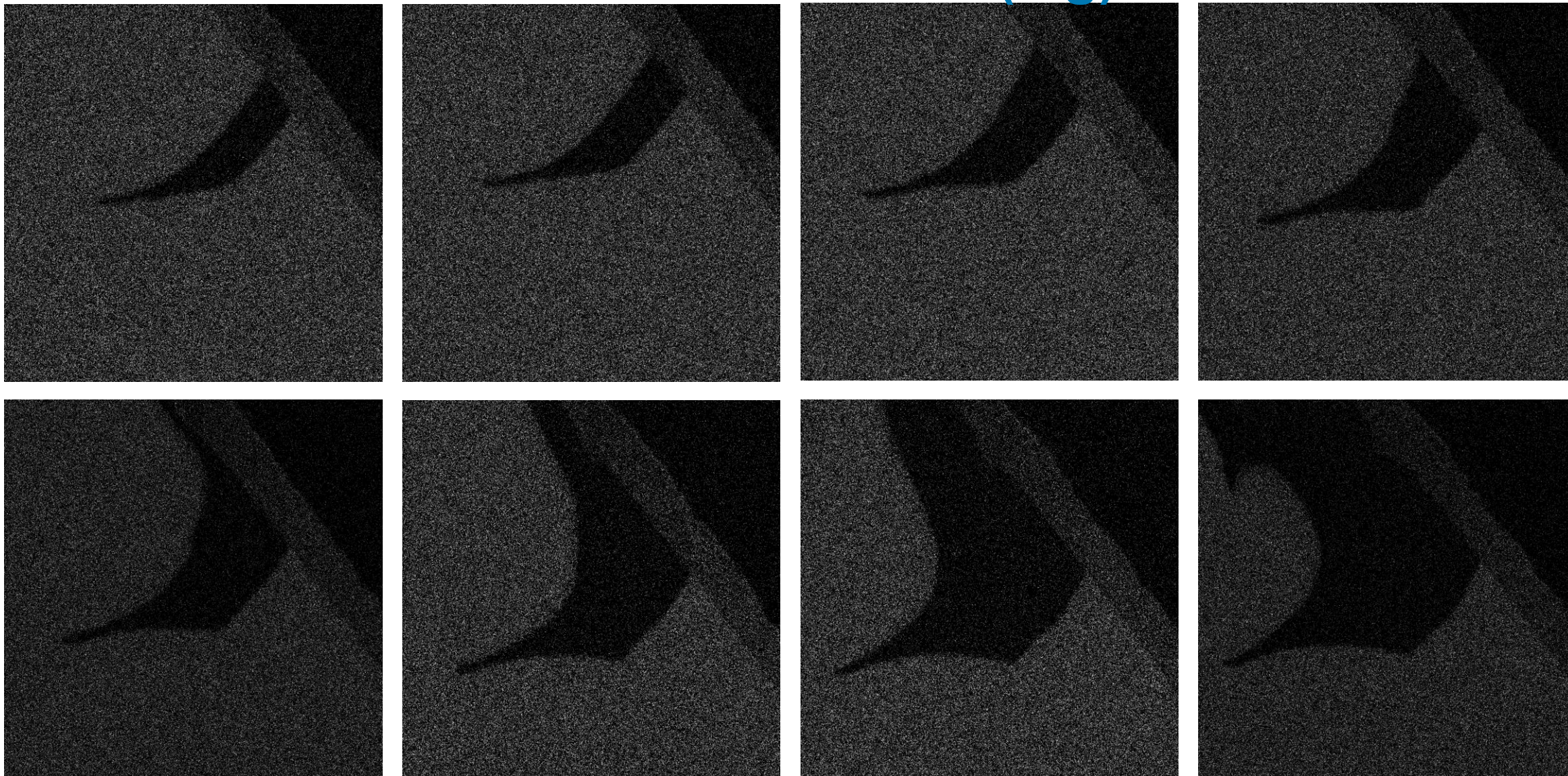
Spectre



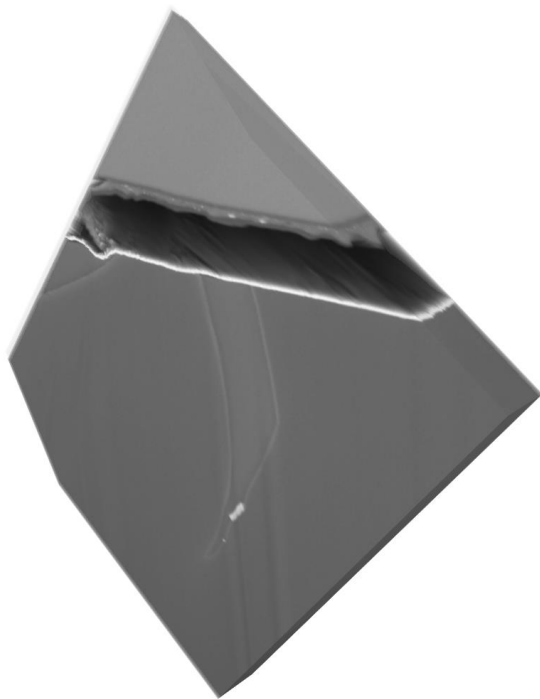
# Olivine: Evolution de l'inclusion -BSE



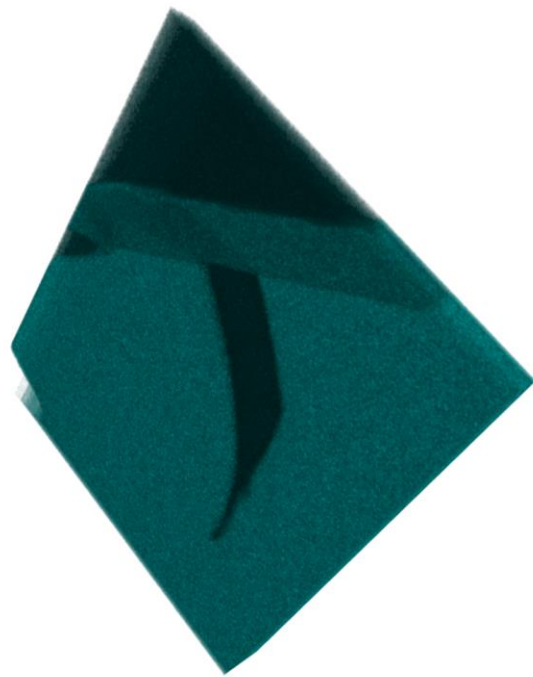
# Olivine: Evolution de l'inclusion –EDS (Mg)



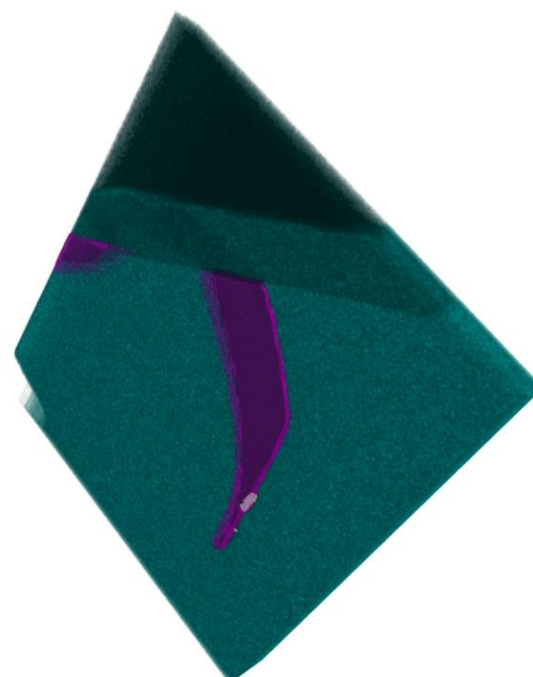
# Olivine: Visualisation 3D avec dragonfly



LE-BSE



EDS data (Mg)

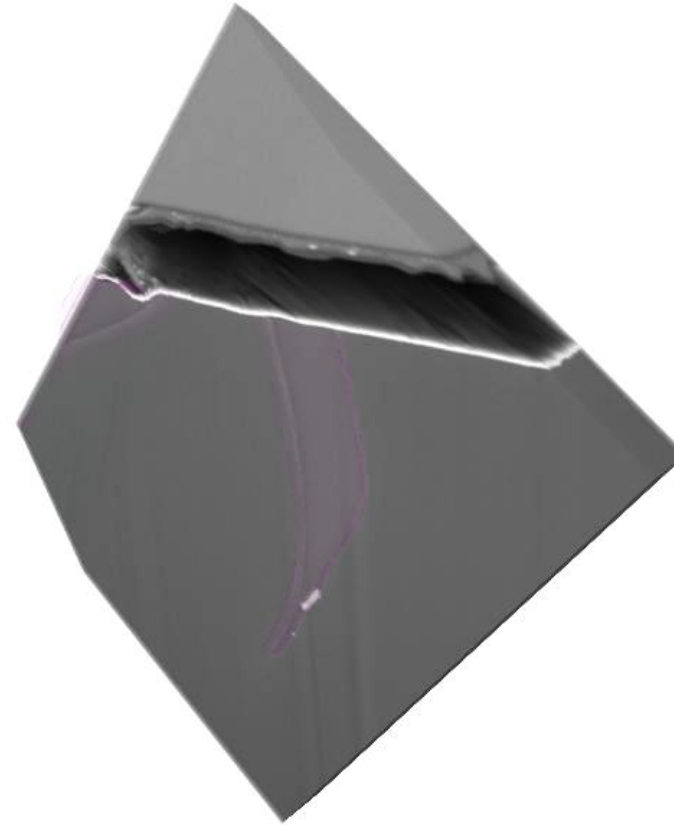


EDS (Mg) + Glass  
inclusion segmentation



Glass inclusion  
segmentation

# Olivine: Visualisation 3D avec dragonfly



Video – LE-BSE + EDS (Mg)

# Tomography 3D Standard

Deuxième partie de l'inclusion avec presence de bulle

# Olivine: Paramètres d'acquisition de la tomographie 3D

## ■ FIB settings

- FIB current – 100 nA polishing
- Slice thickness – 25 nm / 50 nm
- Number of slices – 708 + 180 slices -> total thickness 26.7  $\mu\text{m}$
- Polished width – 120  $\mu\text{m}$
- Polished depth – 100  $\mu\text{m}$

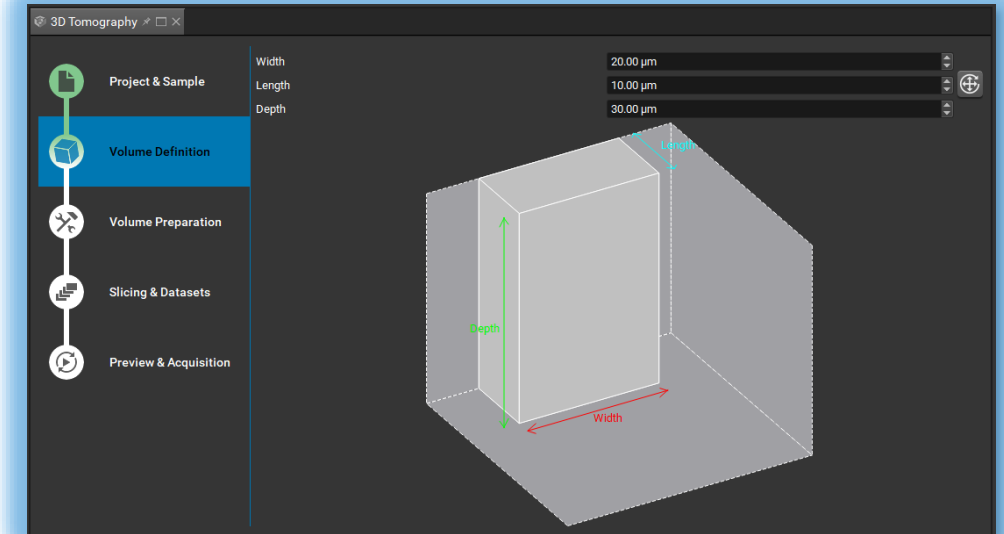
## ■ SEM settings

- SEM conditions – 4 kV, 1 nA
- Pixel size – 20 / 80 nm
- Field of view – 50 x 50  $\mu\text{m}$  / 120 x 120  $\mu\text{m}$  / 90 x 90  $\mu\text{m}$
- Acquisition time – 2 min 40 s / 1 min 49 s / 1 min 8 s
- Detector – LE-BSE

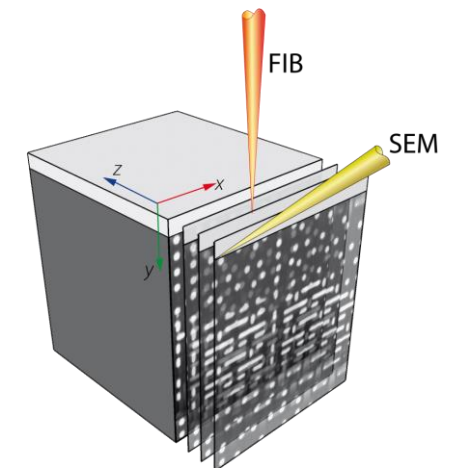
## ■ Total time: 42 hours 33 minutes

## ■ Post-processing + Visualization

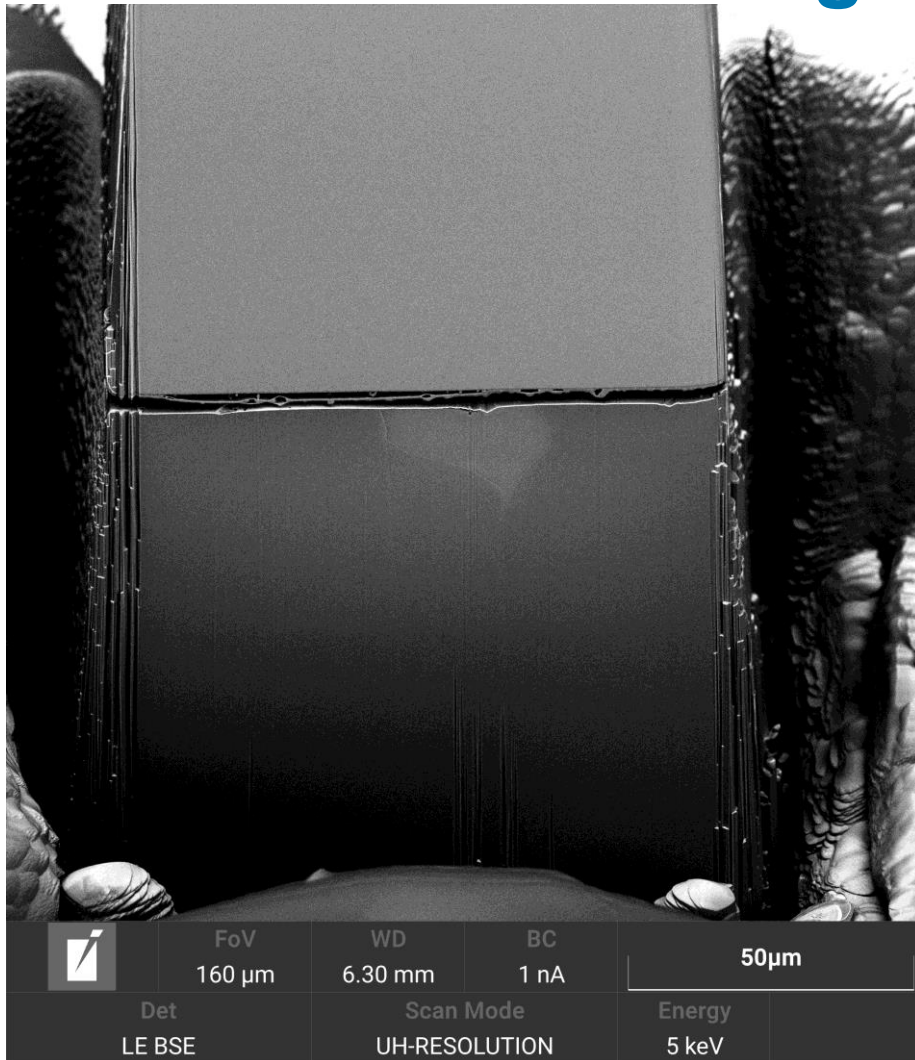
- Dragonfly ORS



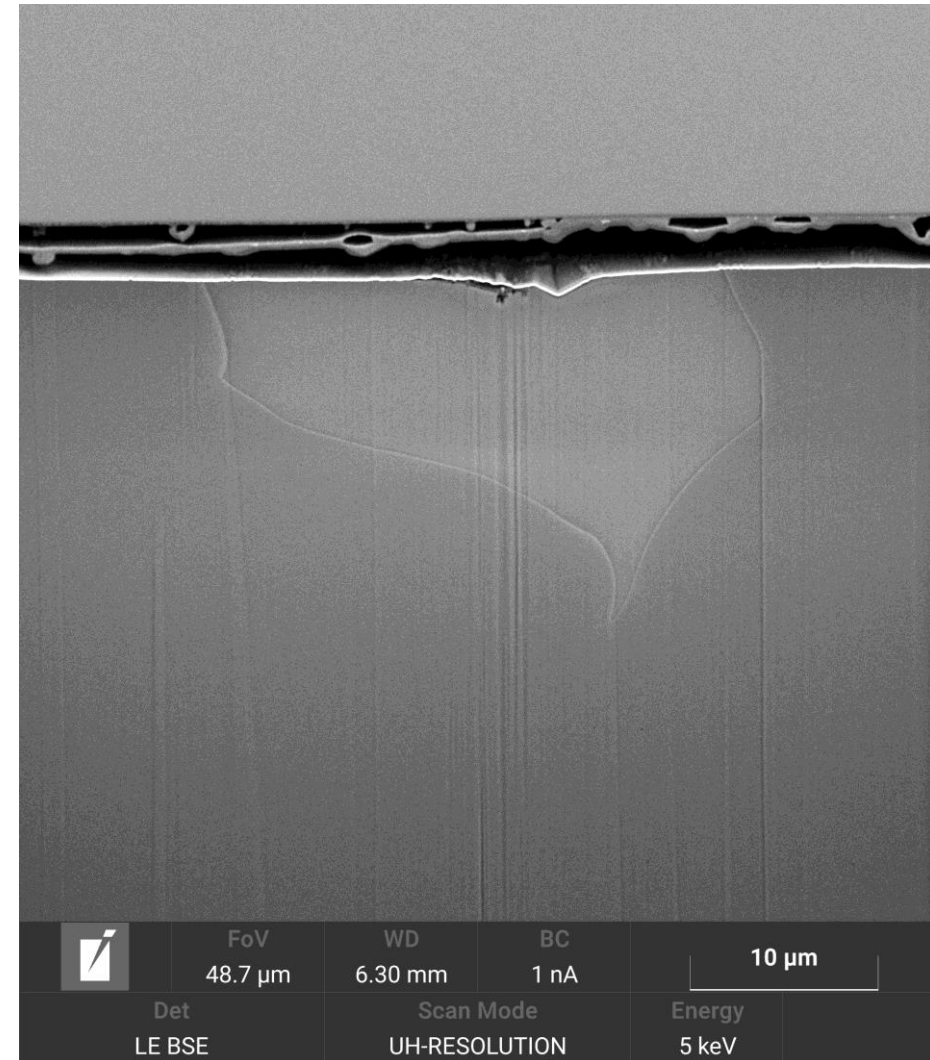
FIB-SEM tomography acquisition guide



# Olivine: Début de la tomographie 3D

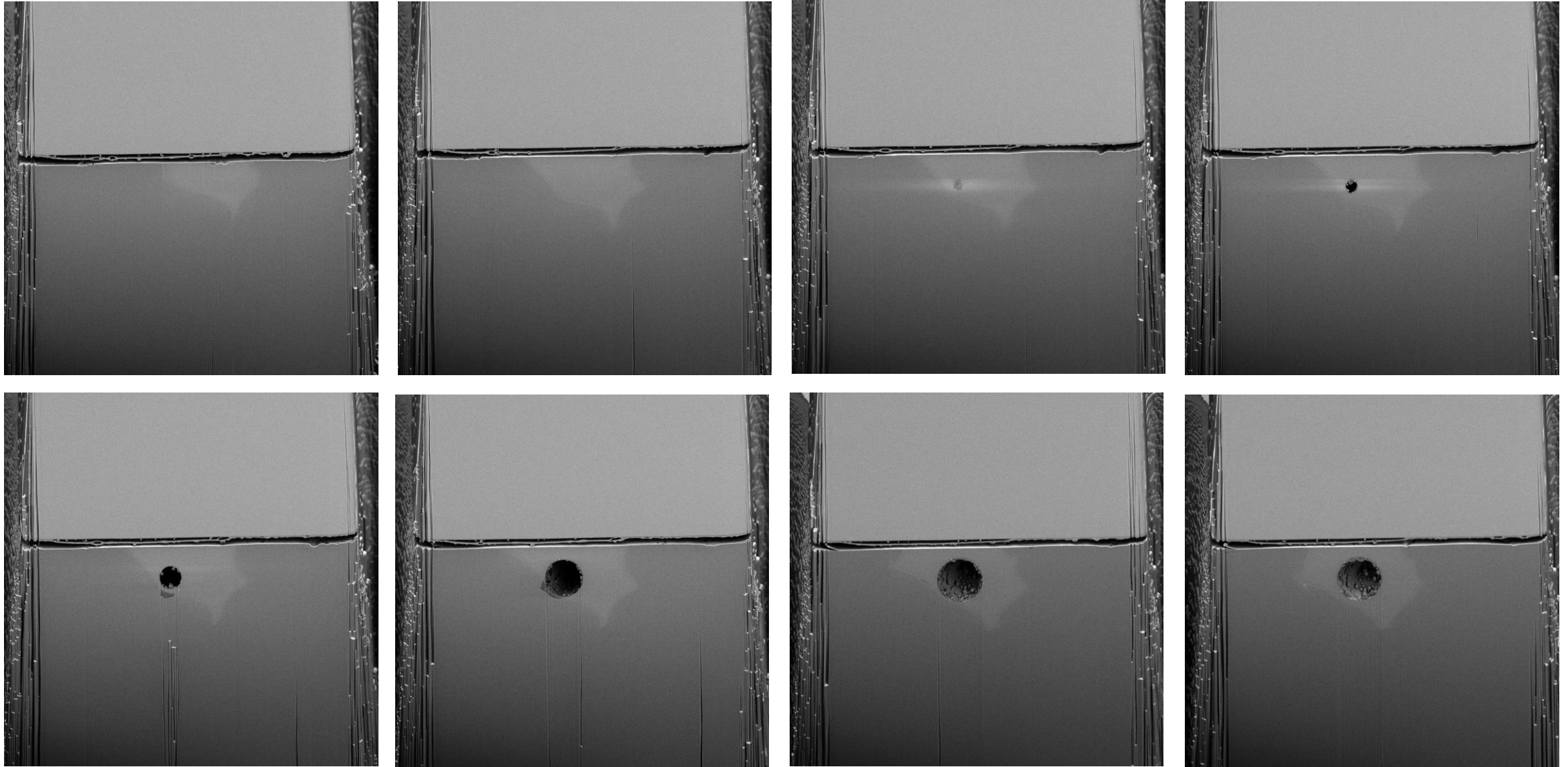


■ Vue générale

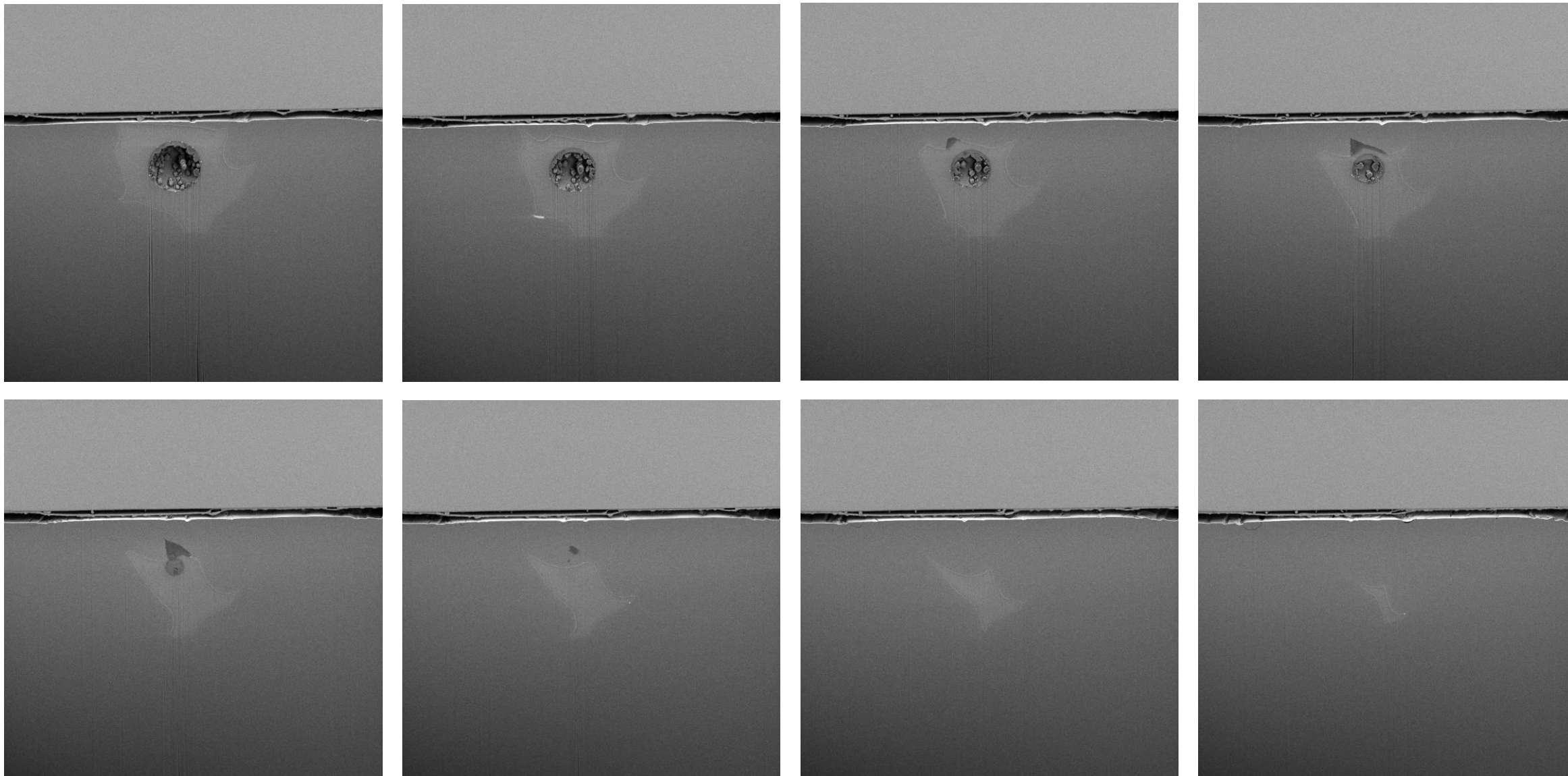


■ Détail

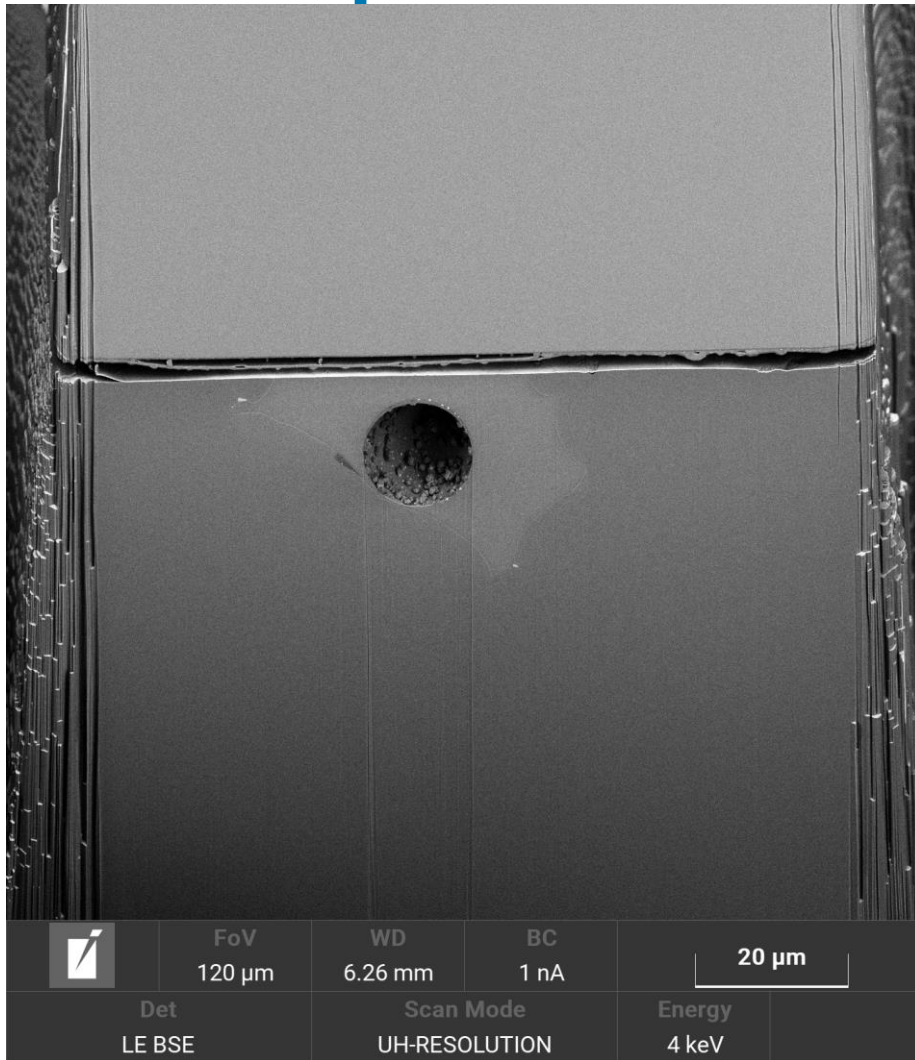
# Olivine: Evolution de l'inclusion - BSE



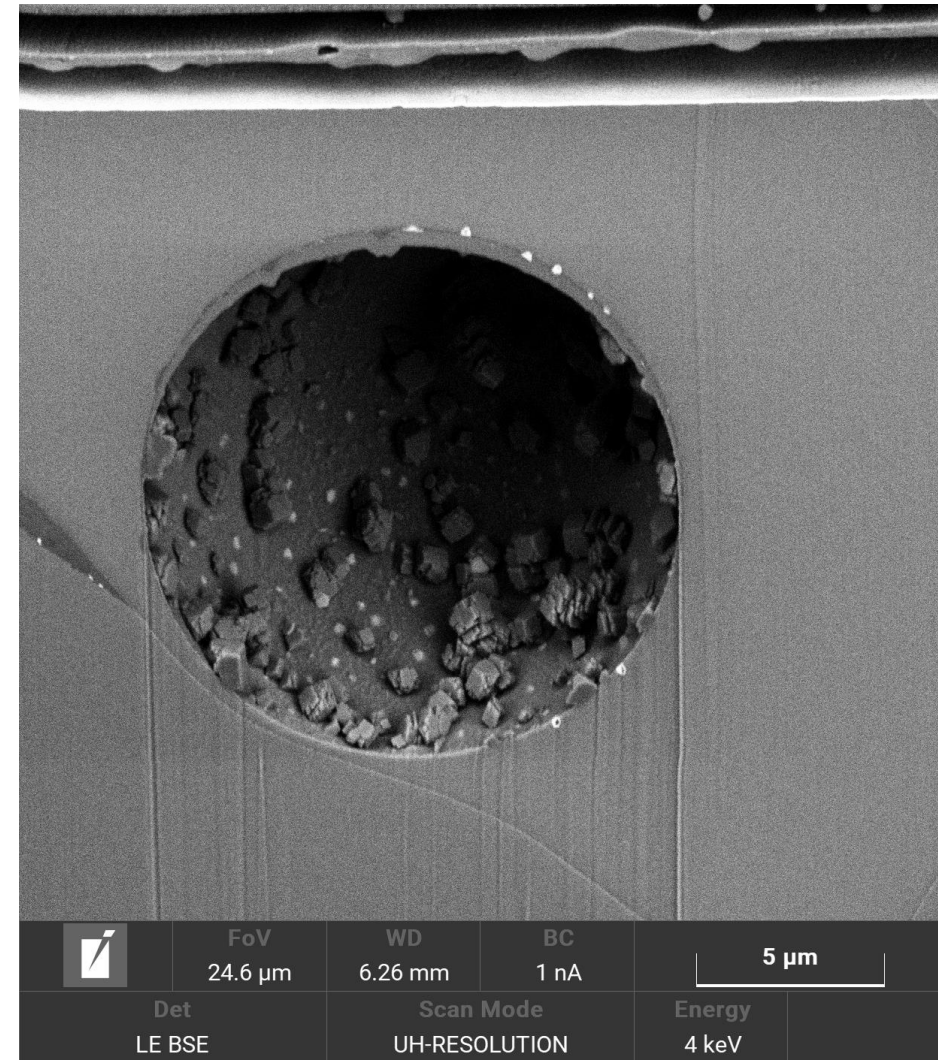
# Olivine: Evolution de l'inclusion - BSE



# Olivine: Exemple de la slice avec la bulle



■ Slice pour analyse EDS

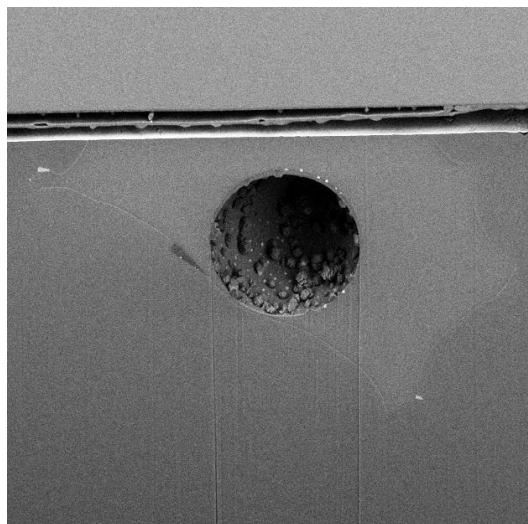


■ Détail

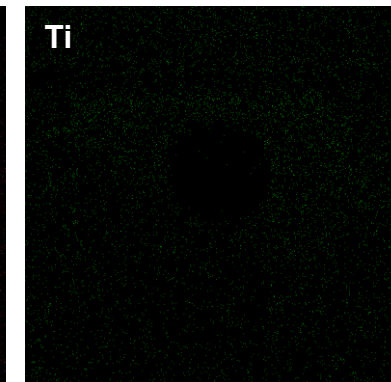
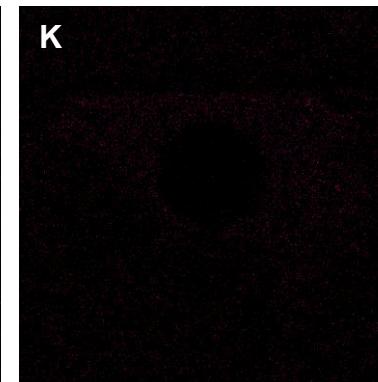
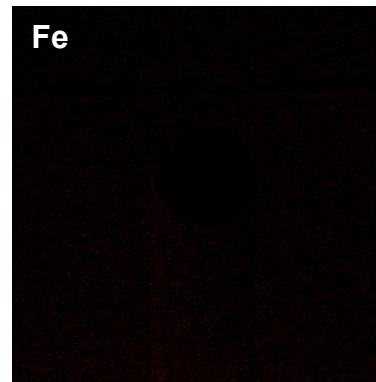
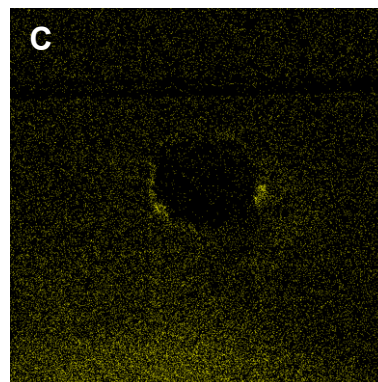
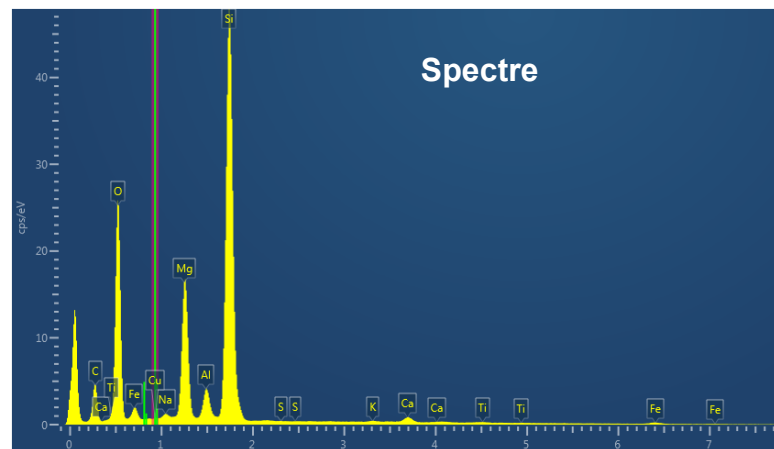
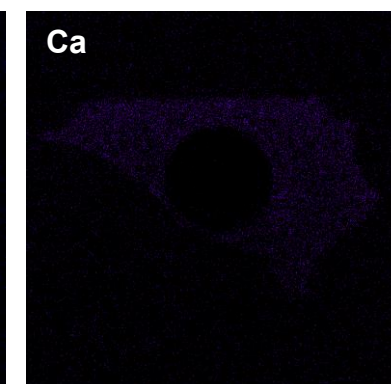
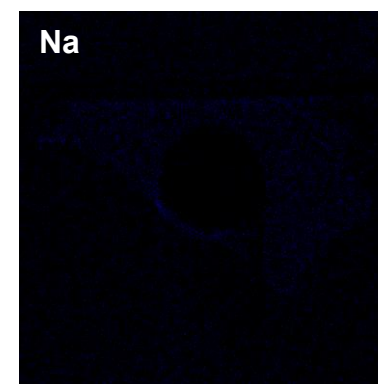
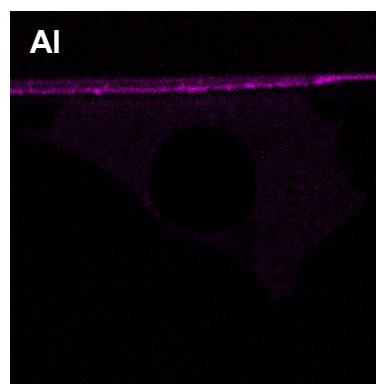
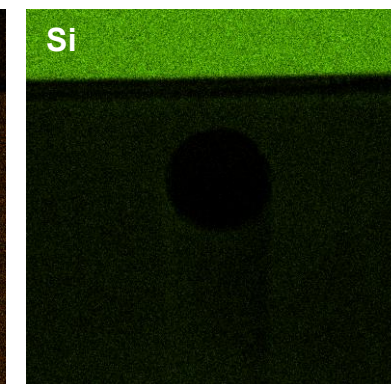
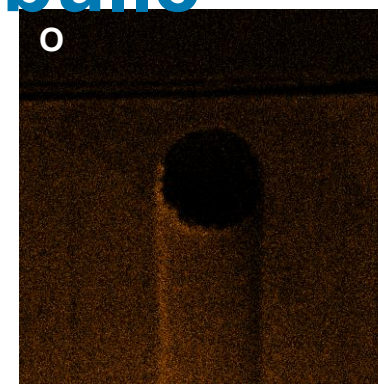
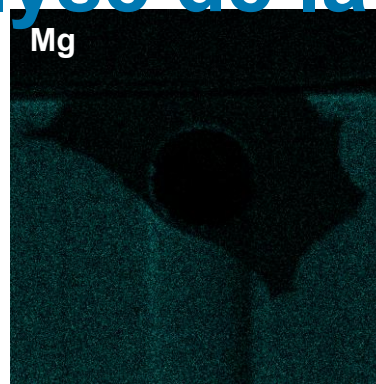
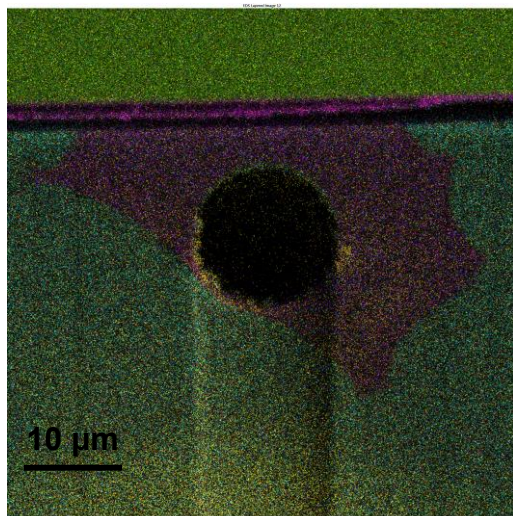
# Olivine: Cartographie EDS- Analyse de la bulle

Oxford UltimMax 170 detector, 10 kV, 3nA

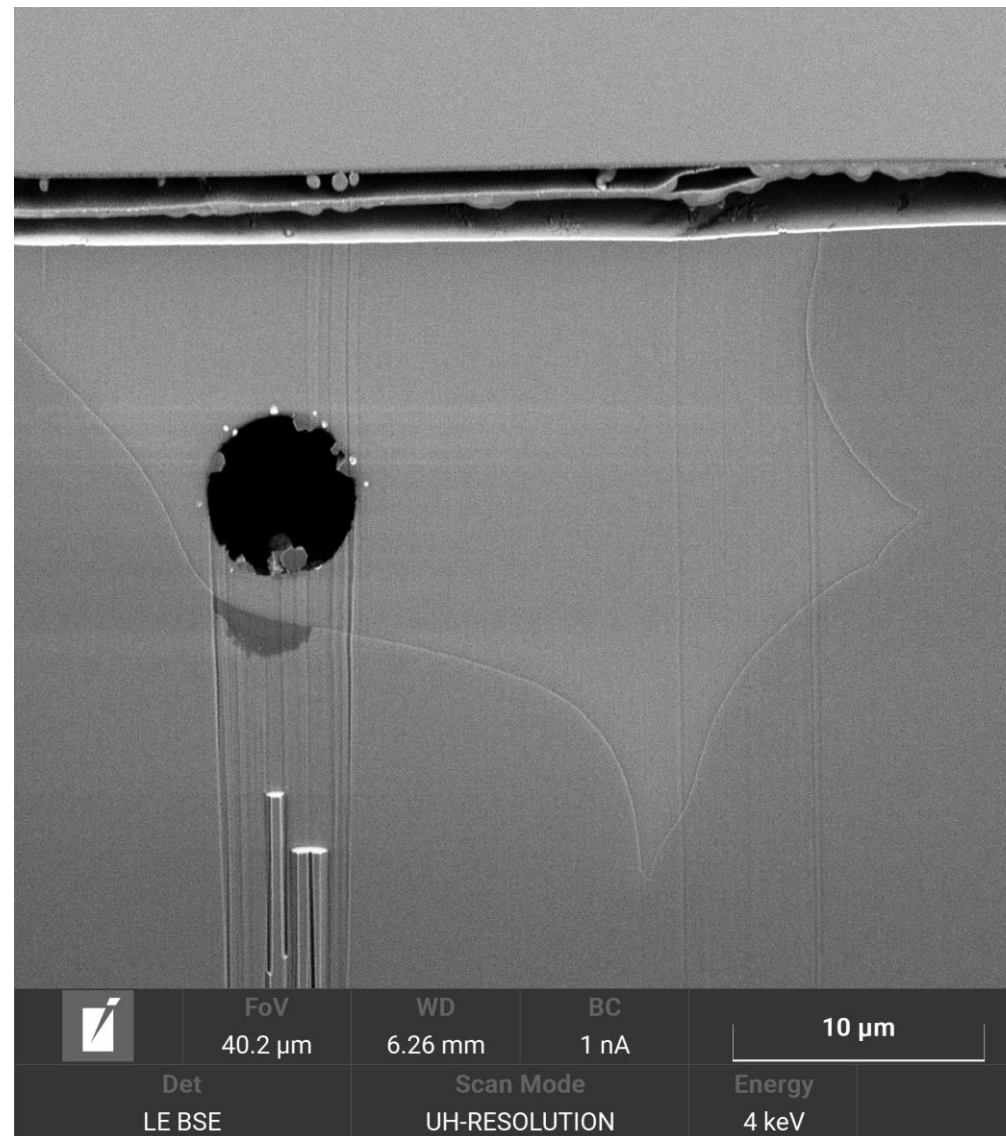
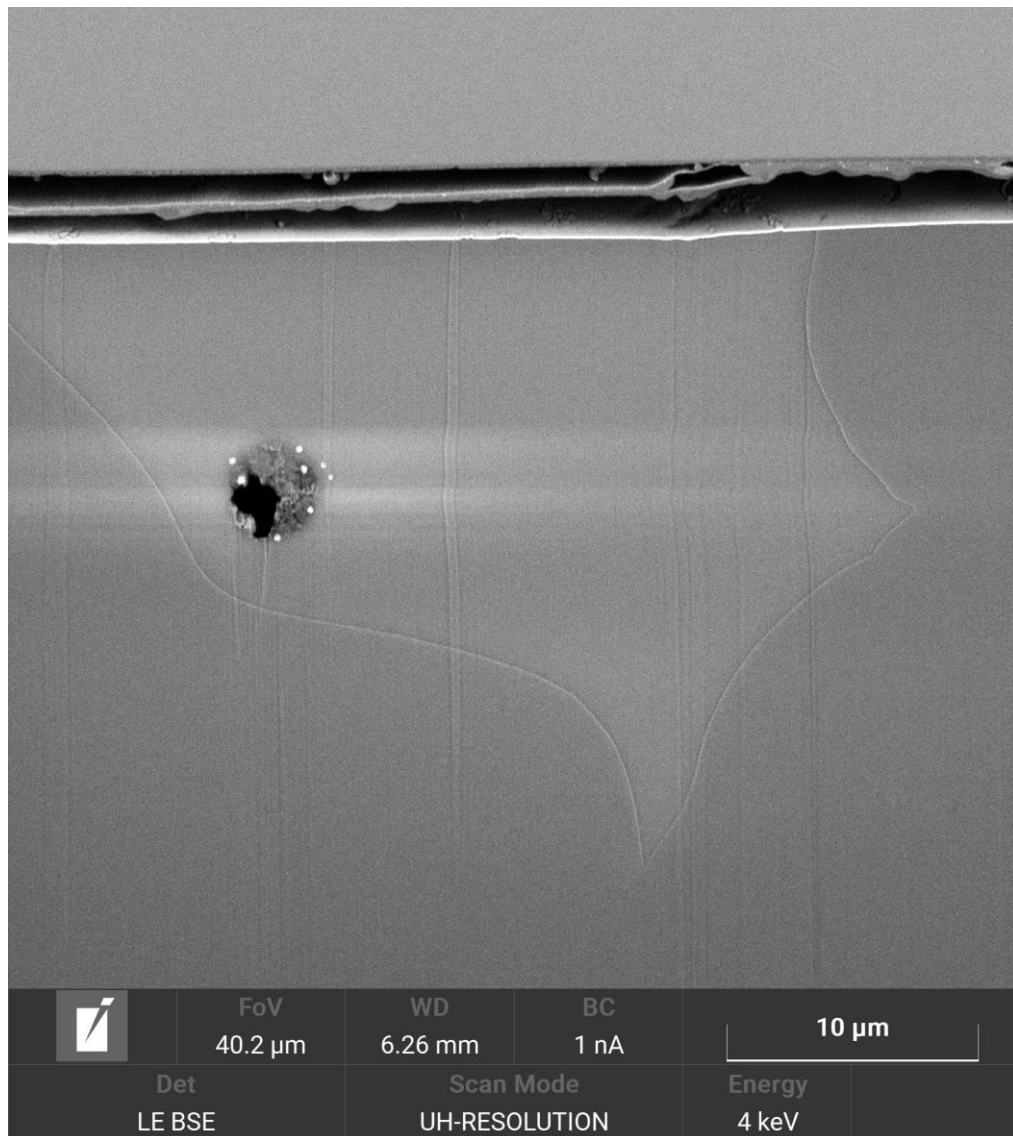
Image électronique



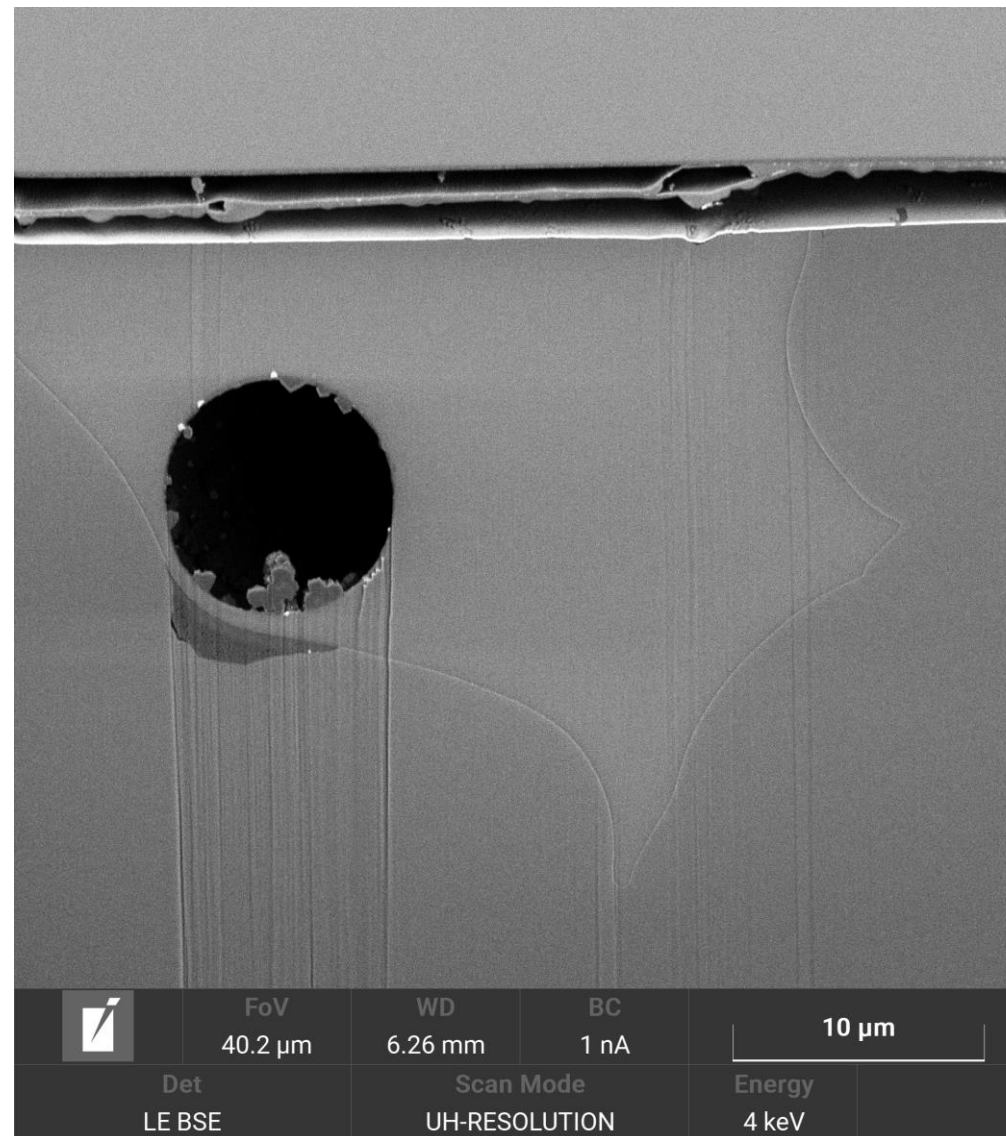
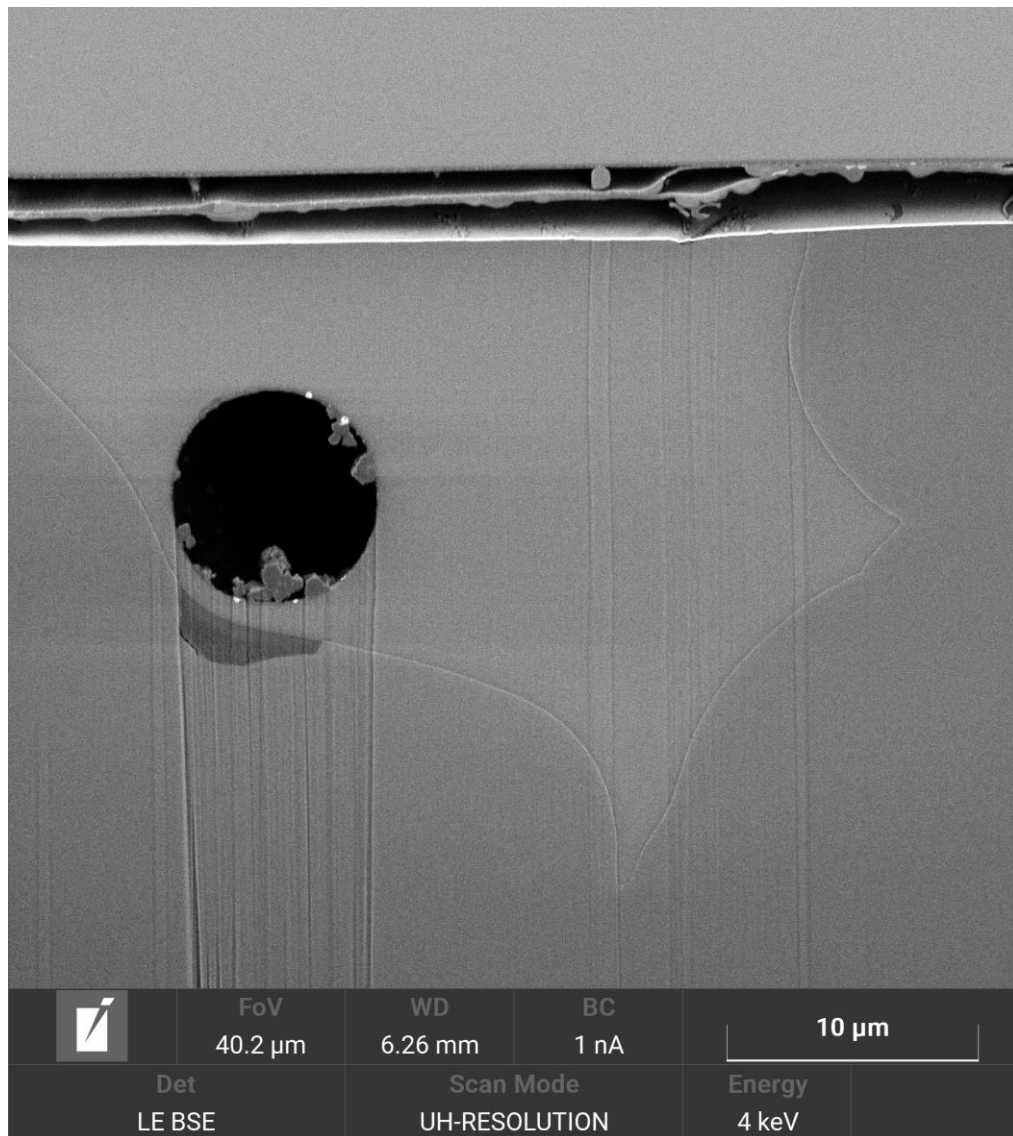
Ensemble des éléments



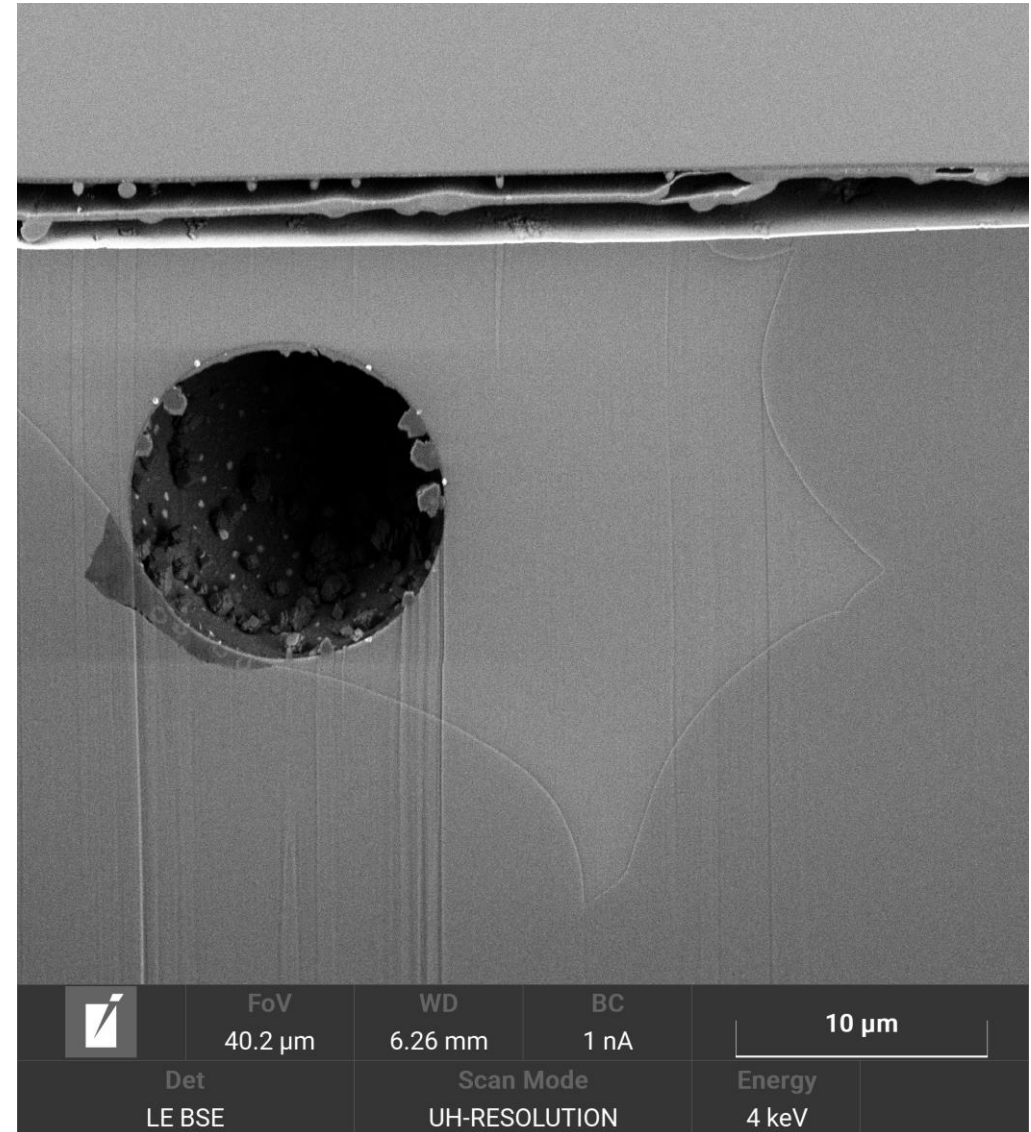
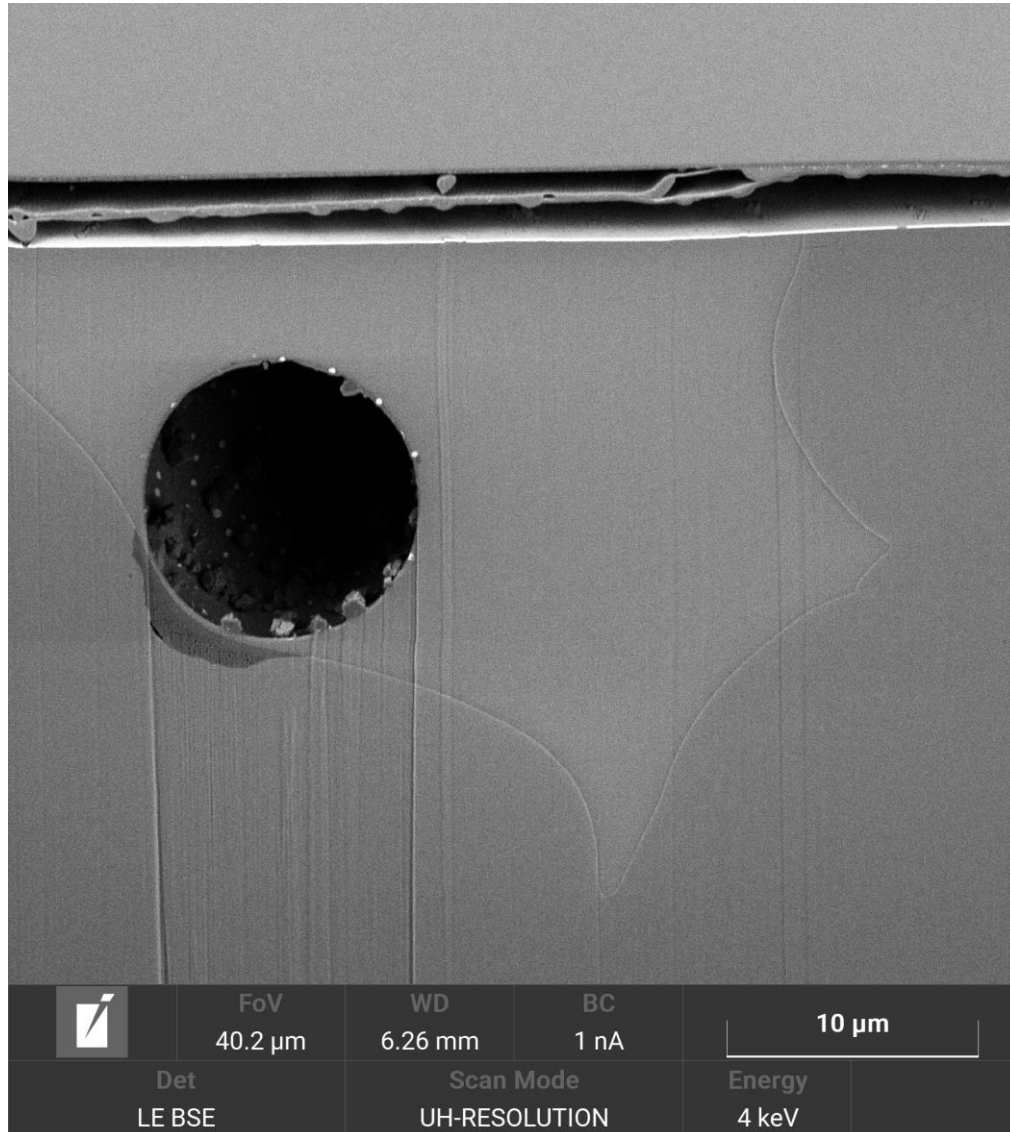
# Olivine: Exemples de détails d'images



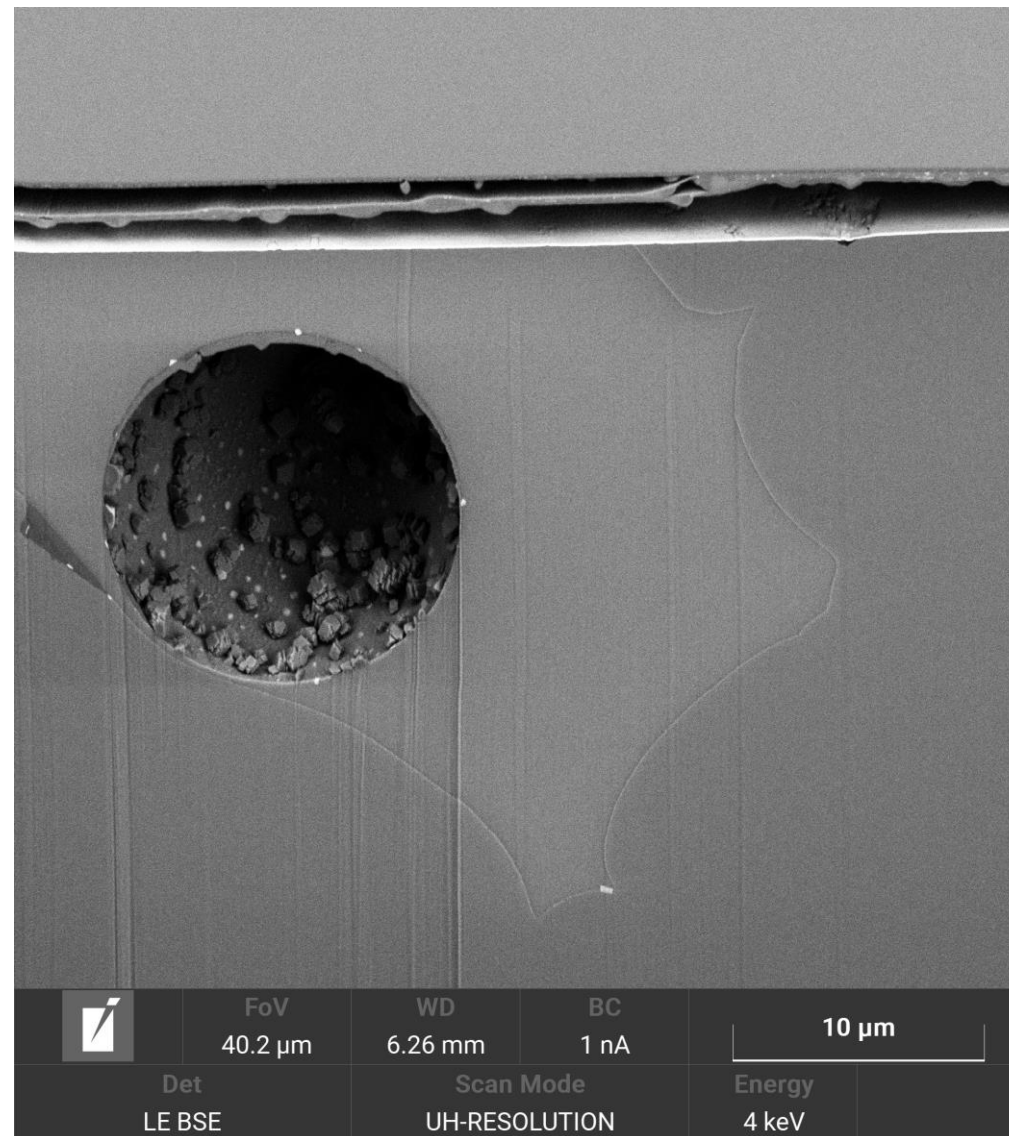
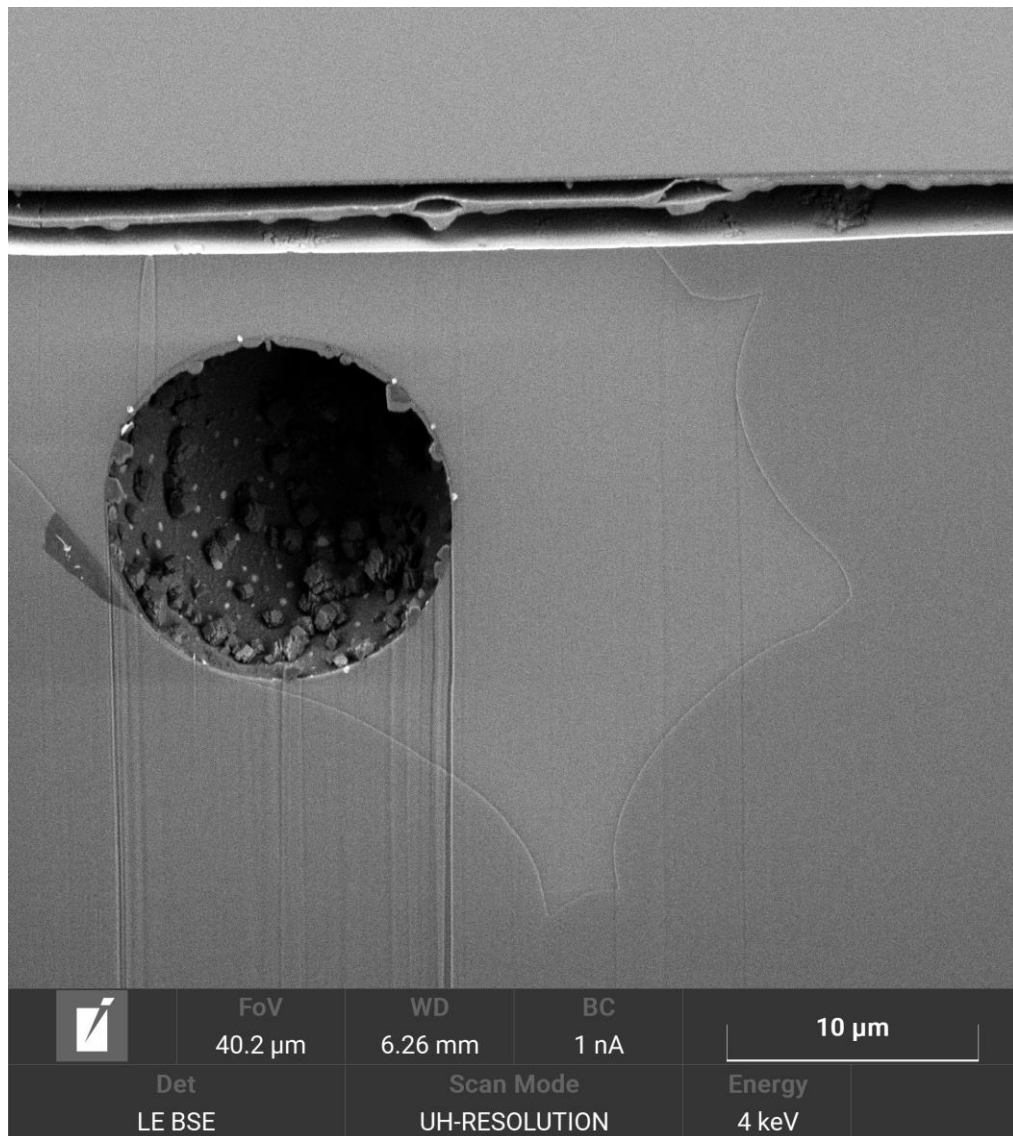
# Olivine: Exemples de détails d'images



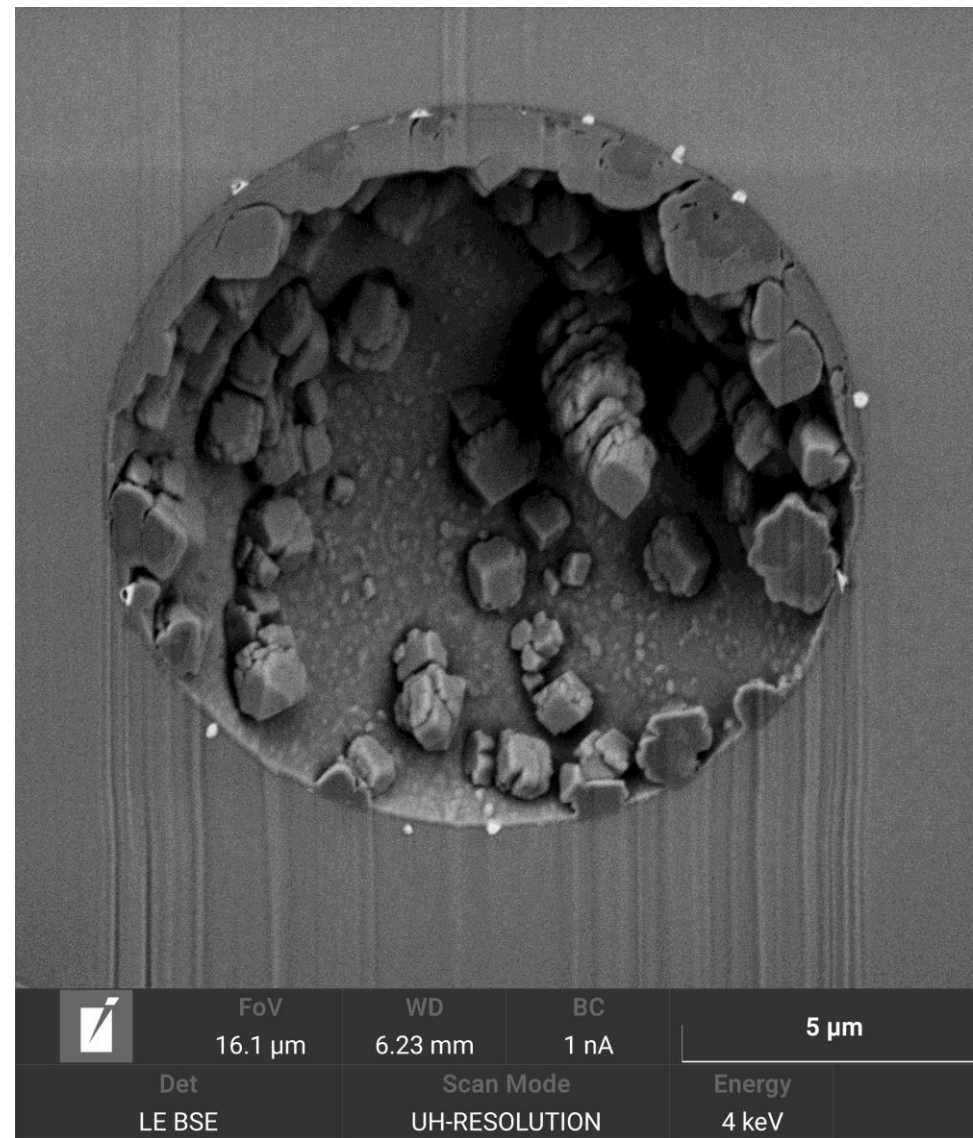
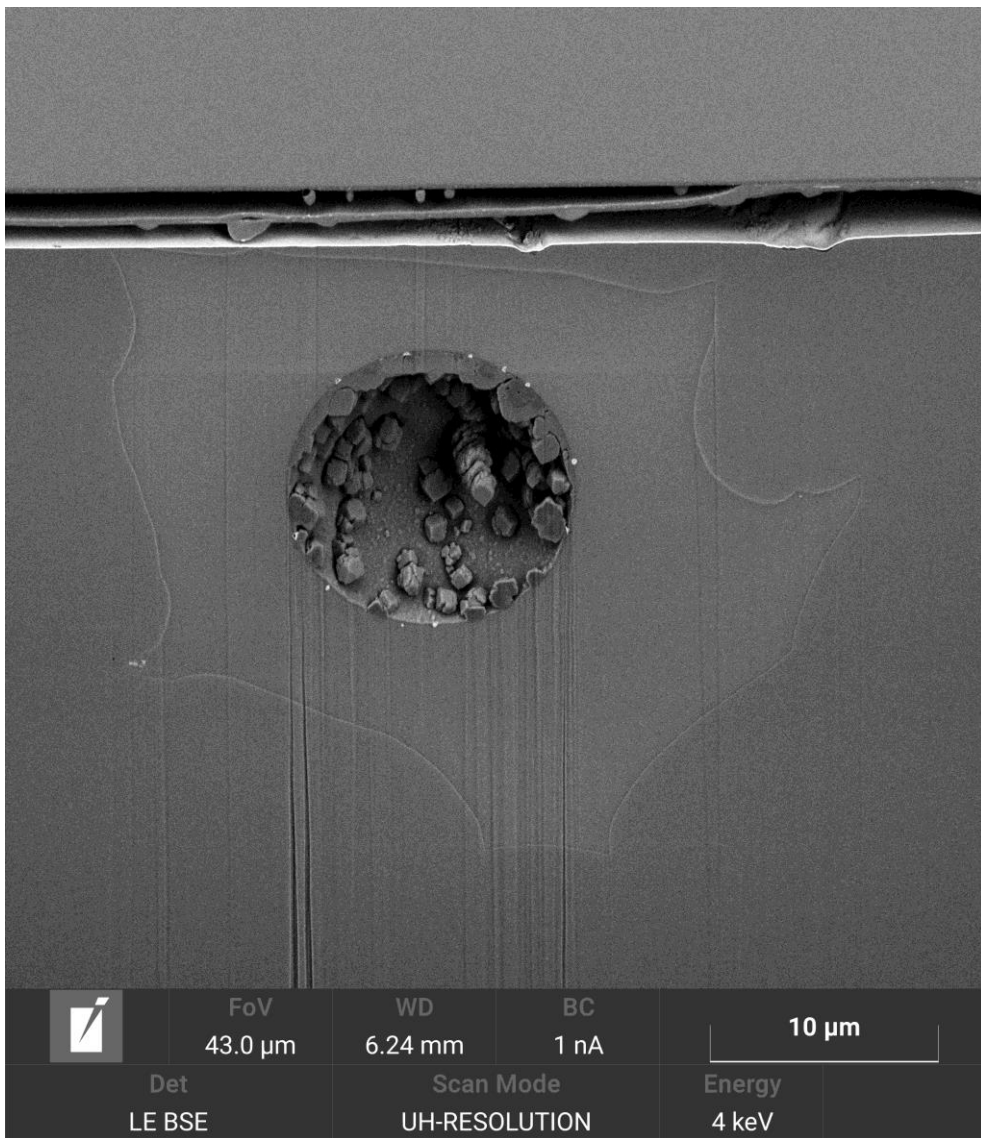
# Olivine: Exemples de détails d'images



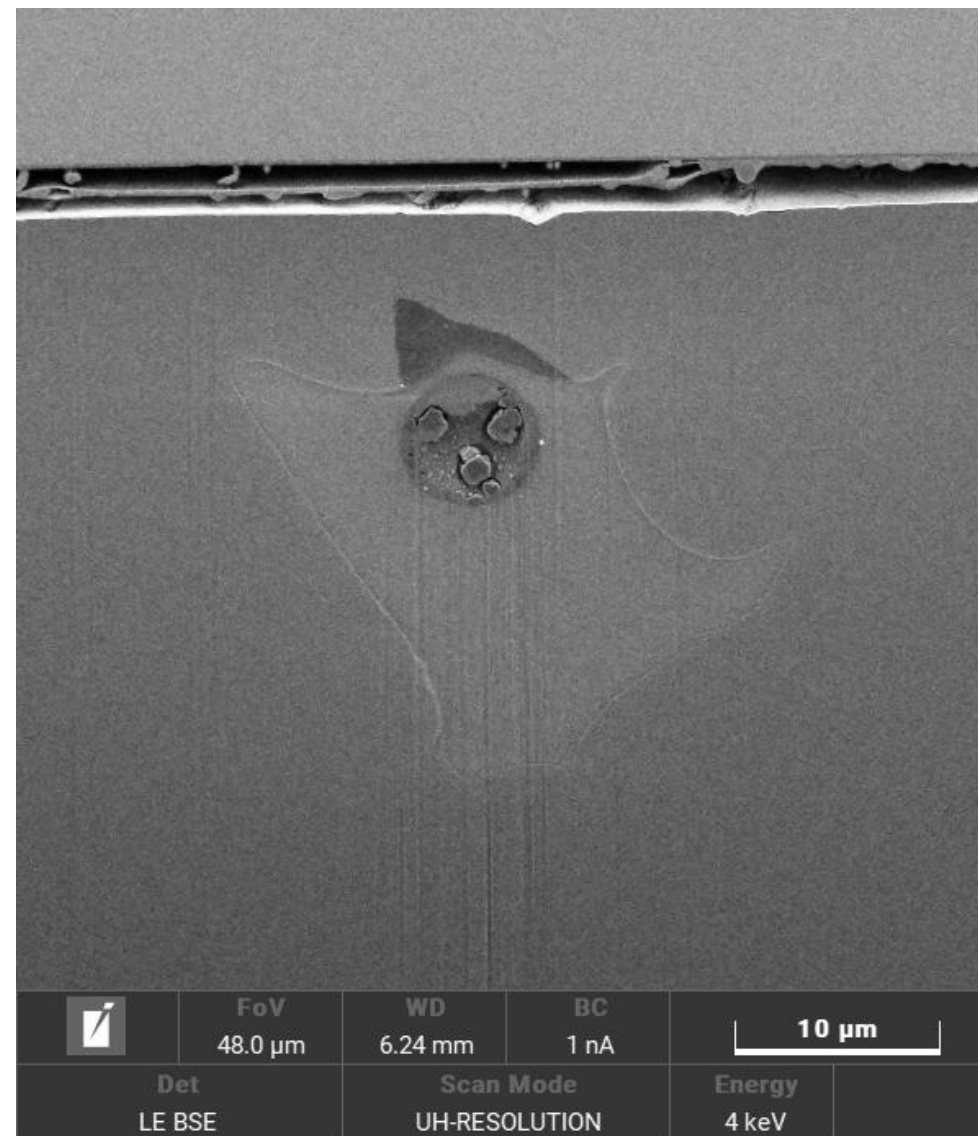
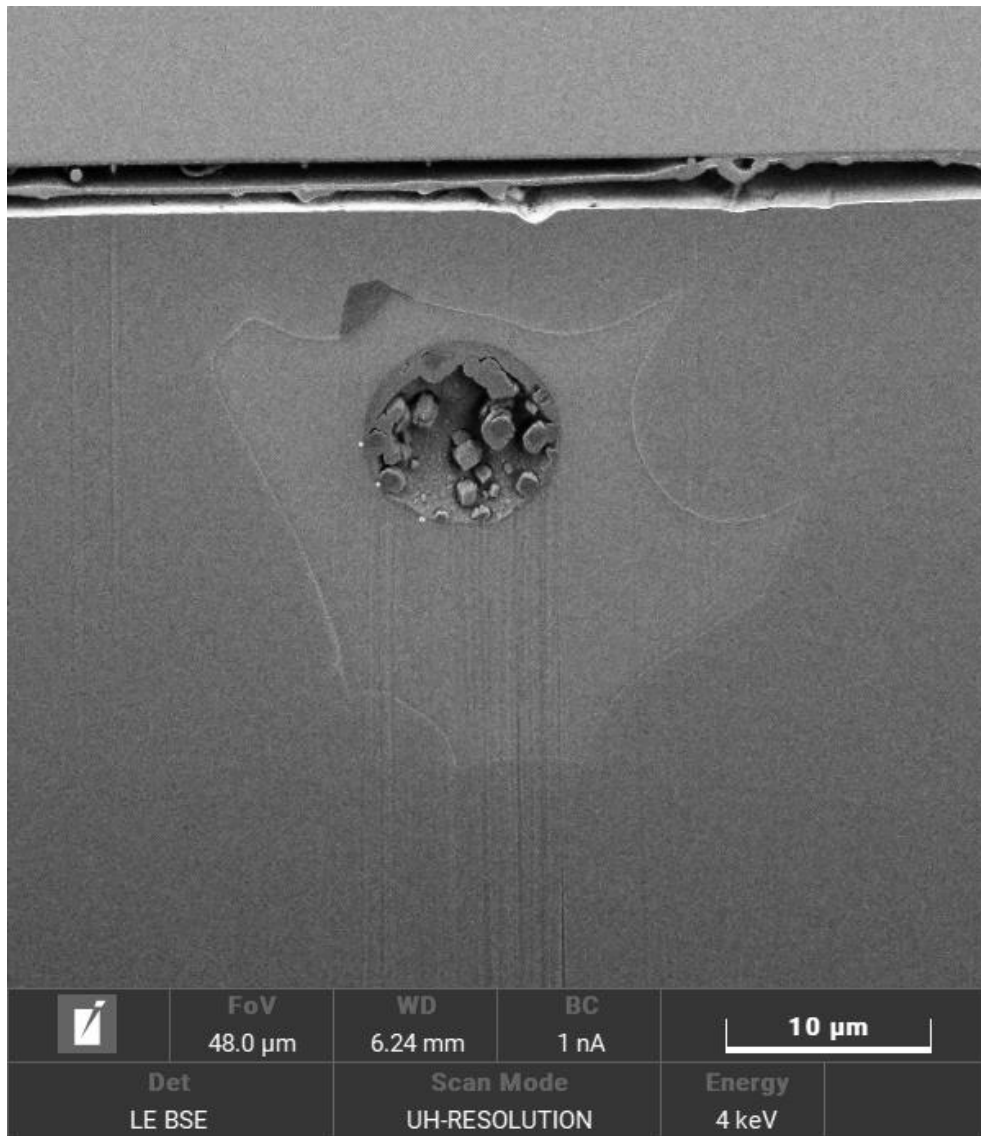
# Olivine: Exemples de détails d'images



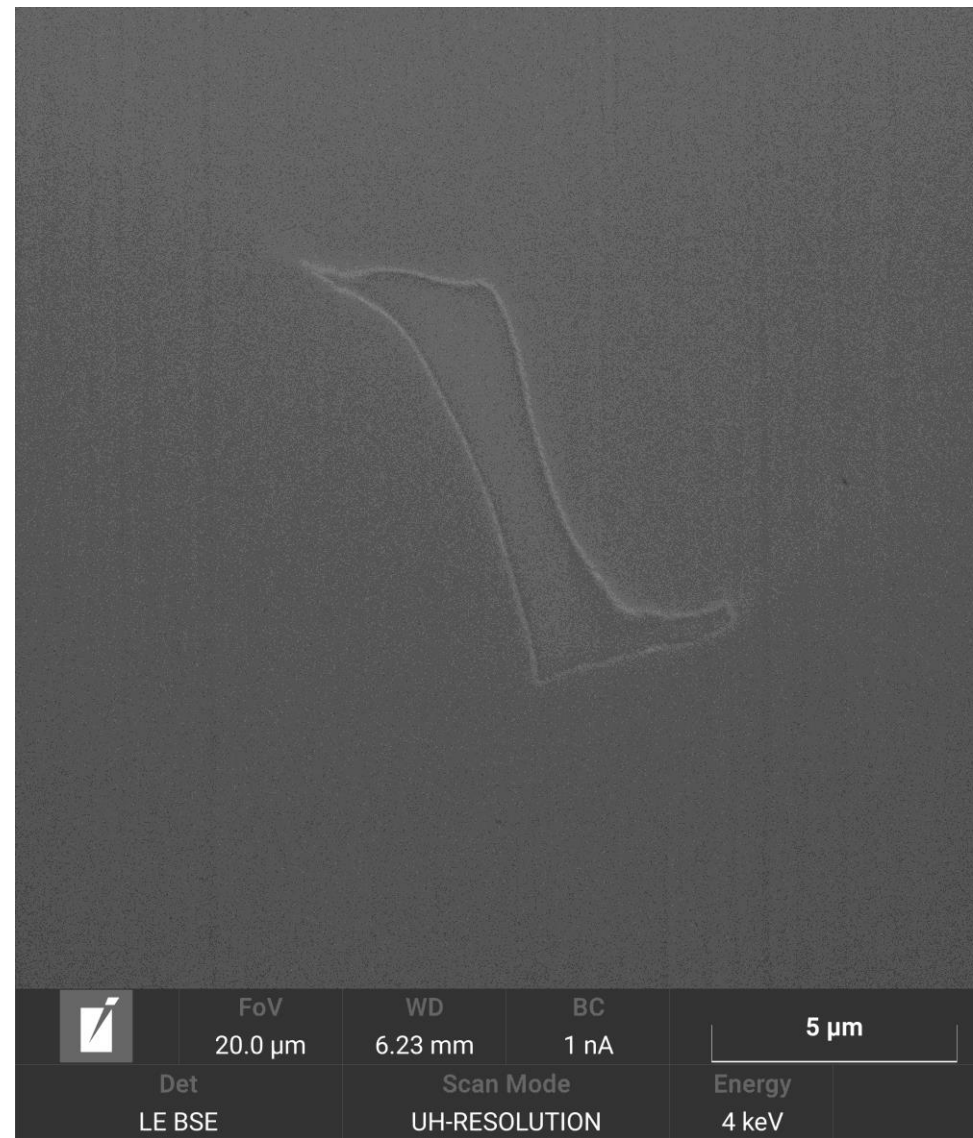
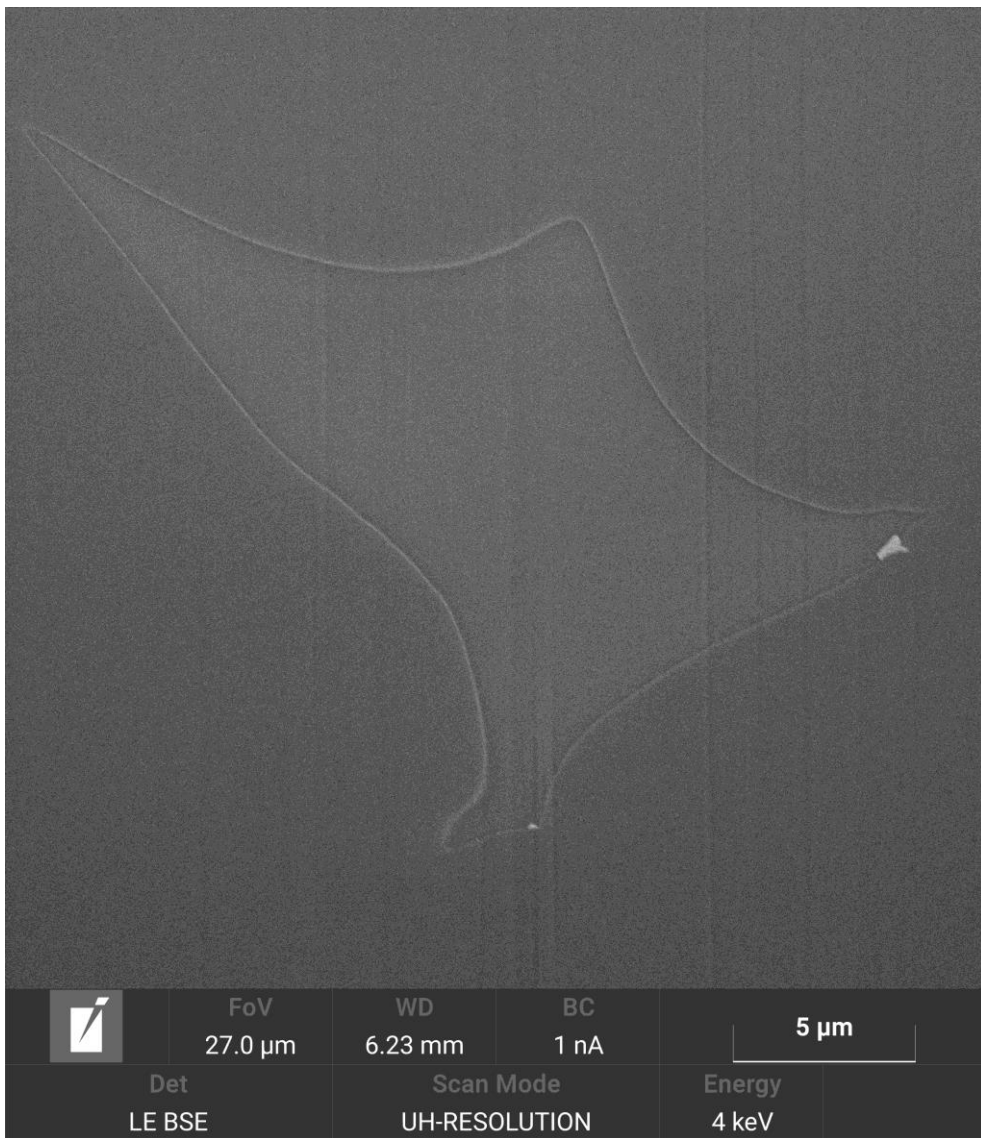
# Olivine: Exemples de détails d'images



# Olivine: Fin de l'inclusion



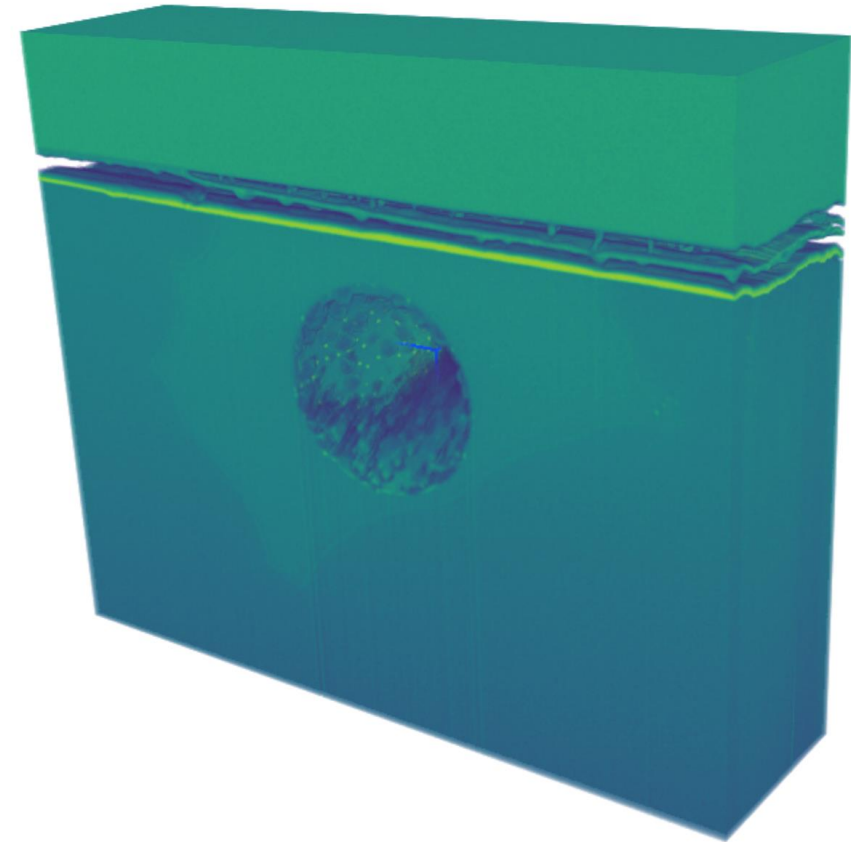
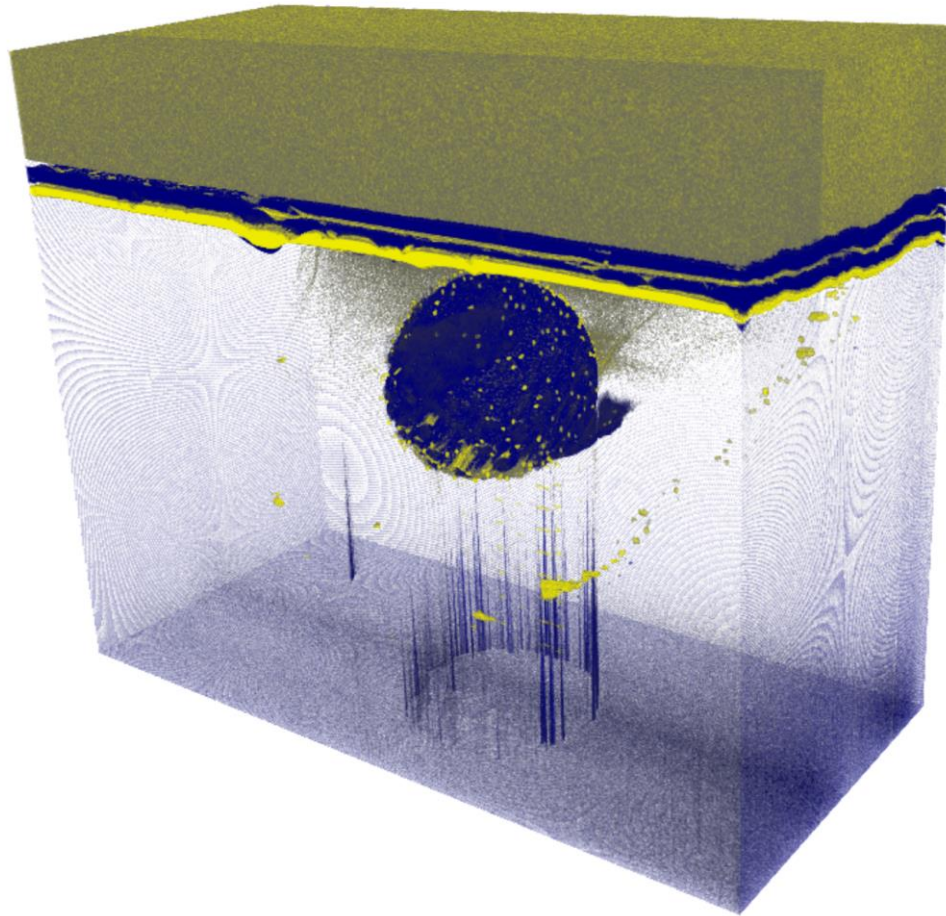
# Olivine: Fin de l'inclusion



# Olivine: Visualisation 3D avec dragonfly



# Olivine: Visualisation 3D avec dragonfly



Exemples de différentes variations de contrastes et  
luminosités, améliorées par coloration

# Olivine: Visualisation 3D avec dragonfly



Video – LE-BSE

## **La FIB-SEM Plasma offre des possibilités importantes pour la compréhension d'une large gamme de matériaux**

- ④ De larges cross-sections et de grands volumes sont possibles
- ④ Les dommages aux échantillons sont minimisés ainsi que la contamination au gallium est éliminée
- ④ L'intégration d'outils de caractérisations supplémentaires fait du plasma FIB SEM un „laboratoire“ versatile pour la caractérisation corrélative.
- ④ Une approches multi échelle et multi modale permet d'obtenir une meilleure compréhension de nos échantillons.

Xe-FIB UHR-SEM  
TESCAN AMBER X  
en LEGO

Merci pour votre  
attention



# Votre partenaire TESCAN en FRANCE

Demo Center



Bureau R&D,  
Application et  
Administration

## Responsable TESCAN FRANCE

**David Barresi**

+33 6 33 58 64 51

david.barresi@tescan.com

## TESCAN ORSAY FRANCE

13710 Fuveau, France

<https://www.tescan.com/fr/>

+33 442 538 466

contact-france@tescan.com

## Responsable Application

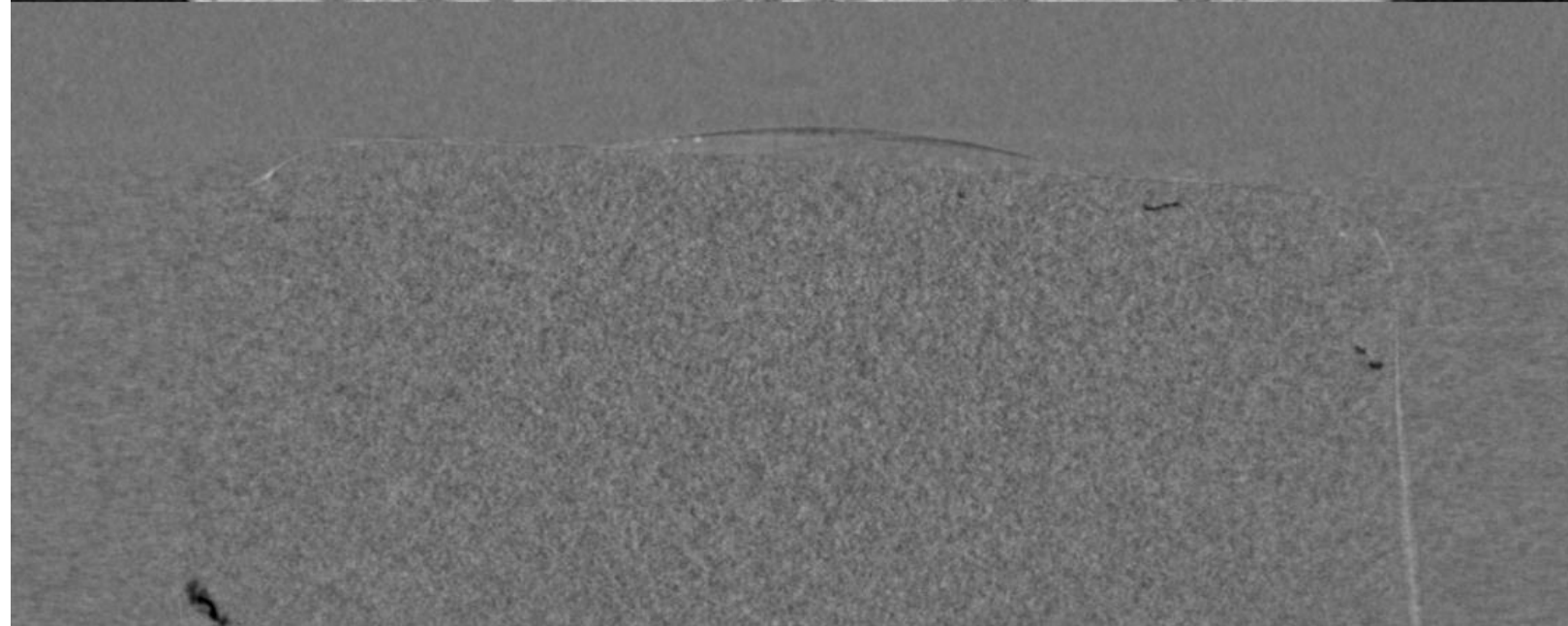
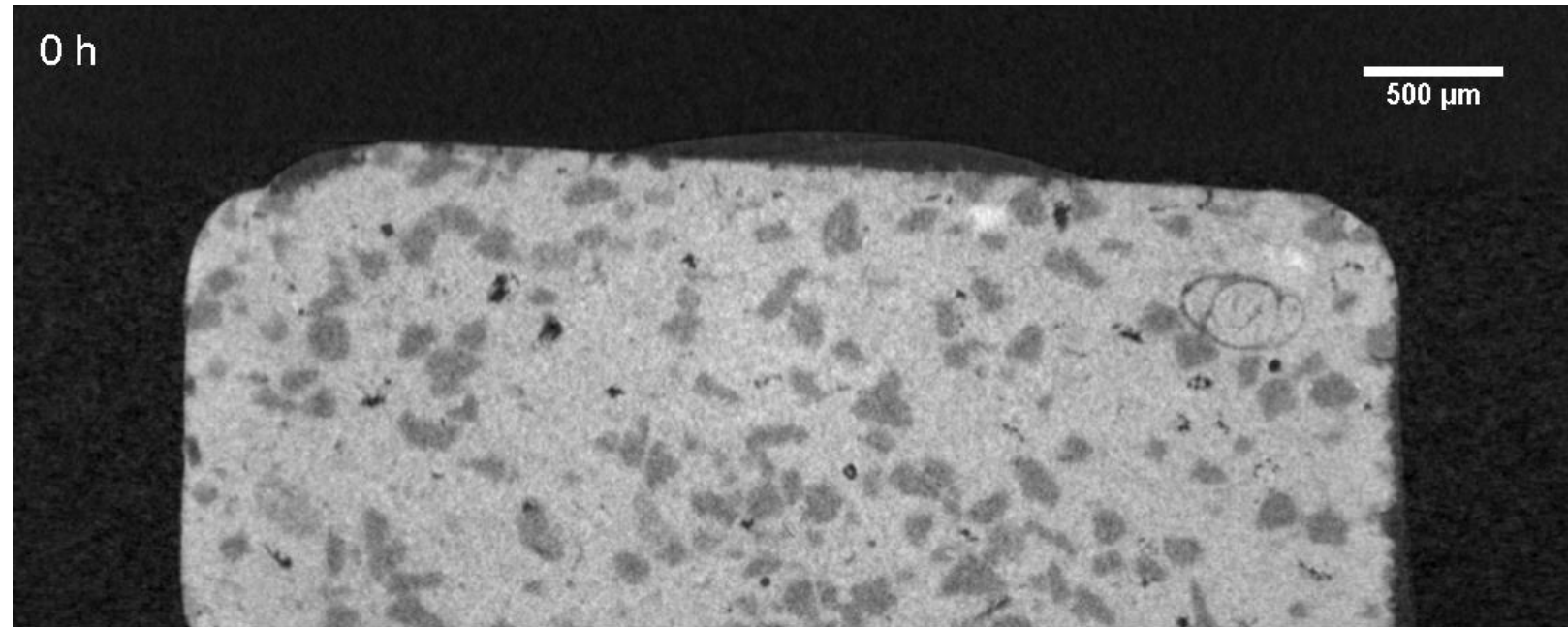
**Dr. Jérémie Silvent**

+33 7 64 17 54 24

jeremie.silvent@tescan.com

## Workflow outline

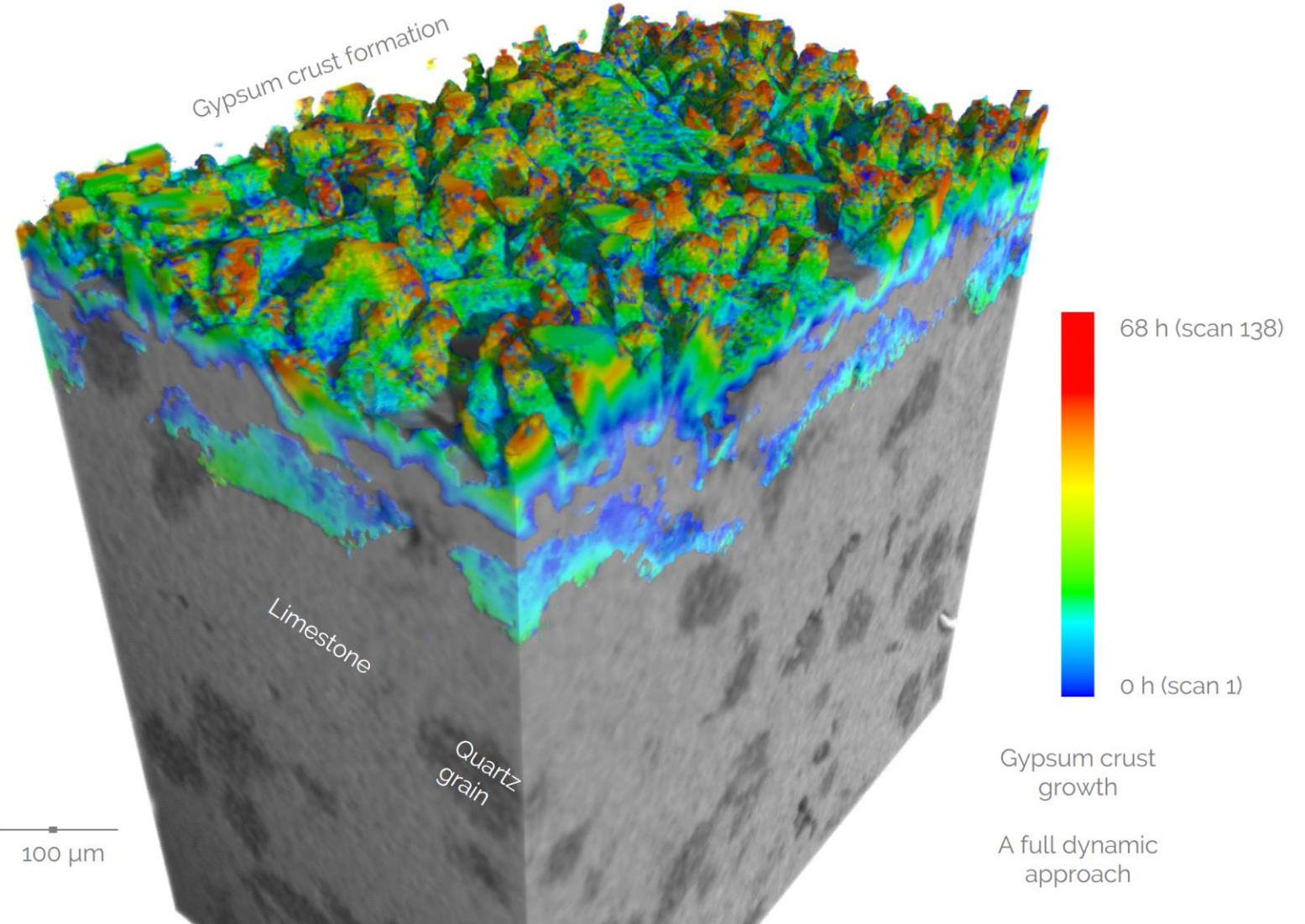
- Niveau de gris dans l'image du bas indique :
- Blanc – Nouveau matériel
- Noir – Reduction du matériel



En collaboration avec

# 4D Evolution Visualized

- Color represents time axis evolution
- Calcite → Gypsum + Porosity
- 1.5 Tb of data in 1 image!



En collaboration avec

