



JOURNEES PEDAGOGIQUES GN-MEBA
4 et 5 décembre 2023



Imagerie 3D par tomographie MEB FIB

Développements récents MEB-FIB SIMS

Claudie JOSSE – Teresa HUNGRIA

Centre de Microcaractérisation R. Castaing - UAR 3623 - Espace Clément Ader - 3 rue Caroline Aigle - 31400 Toulouse - <http://centre-castaing.fr>





Présentation générale du Centre CASTAING

Ensemble d'outils de caractérisation de haut niveau et des personnels experts

Accessible à l'ensemble des chercheurs (labos, industriels) de la région et au-delà

Tous domaines ayant des besoins en caractérisation multi-échelle d'objets solides
(physique, chimie, matériaux, ingénierie & systèmes, sciences de l'univers, ...)

⇒ Plateforme mutualisée indispensable au développement des recherches relatives aux nano-objets, nanoparticules, nanomatériaux ou matériaux nanostructurés, ainsi qu'aux minéraux et nano-phases.

Tutelles



Création en 2014 (UMS – UAR en 2021)



© Cyril Fréillon / CNRS Photothèque

Laboratoires fondateurs

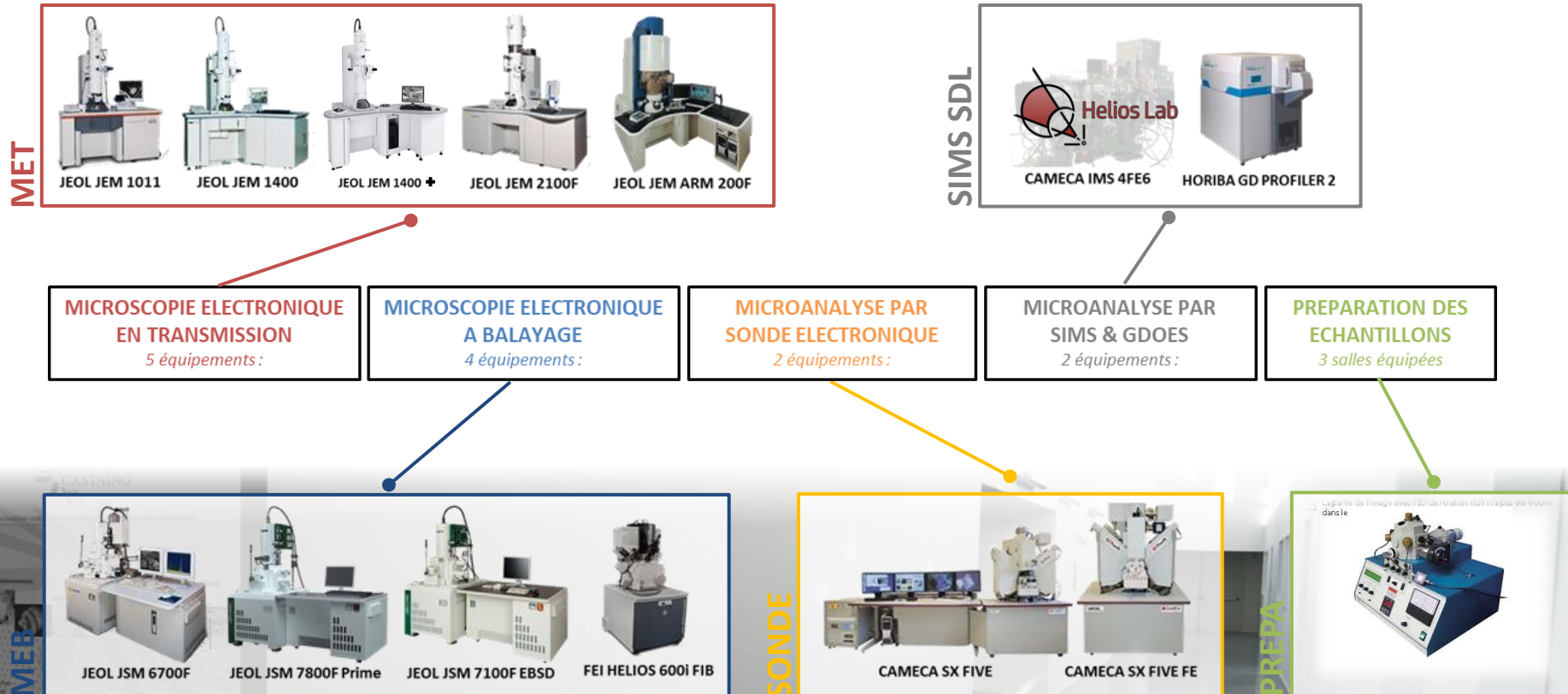




Moyens humains et techniques

10 personnels technique & scientifique + DU/DUA

13 grands équipements, 4 techniques de caractérisation + préparation des échantillons

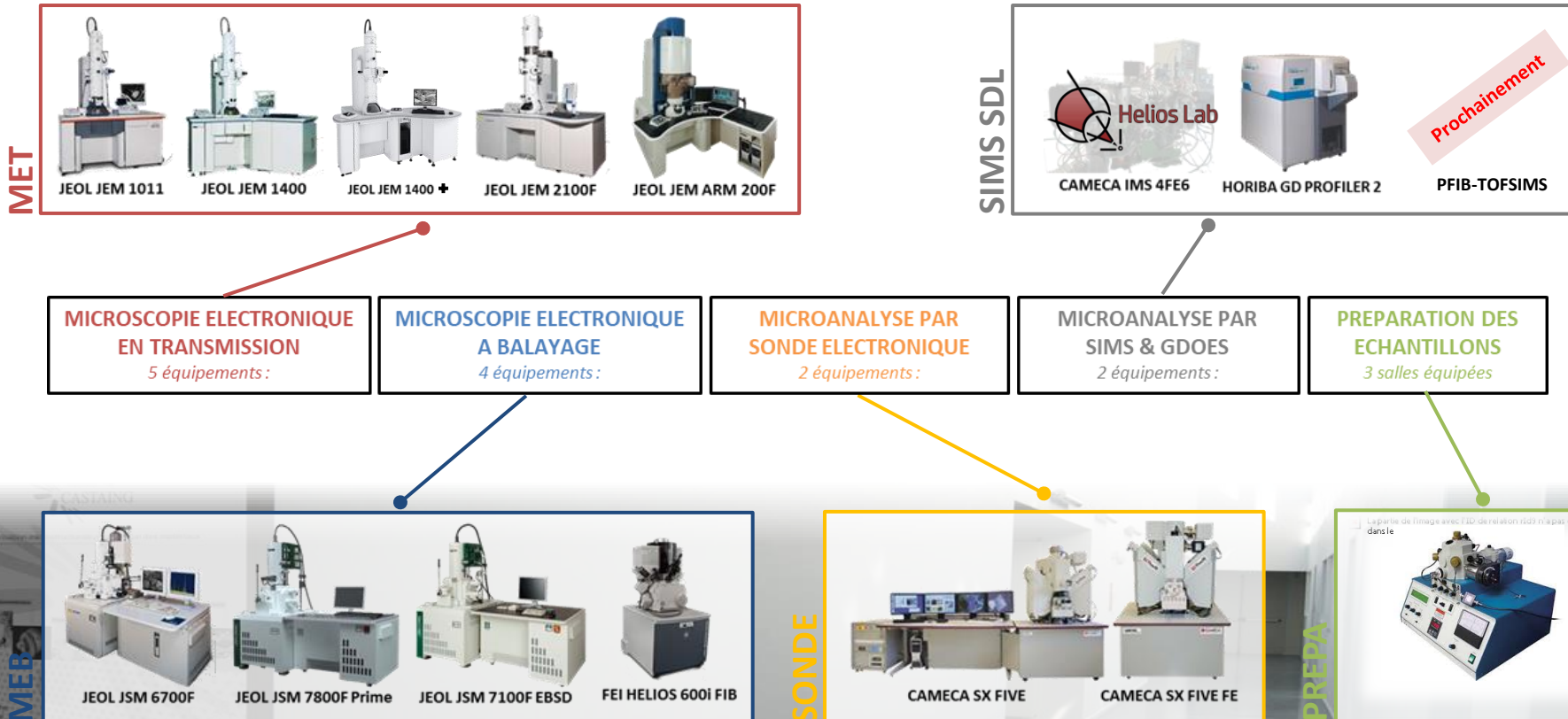




Moyens humains et techniques

10 personnels technique & scientifique + DU/DUA

13 grands équipements, 4 techniques de caractérisation + préparation des échantillons



Microscopie à double colonne FIB-SEM

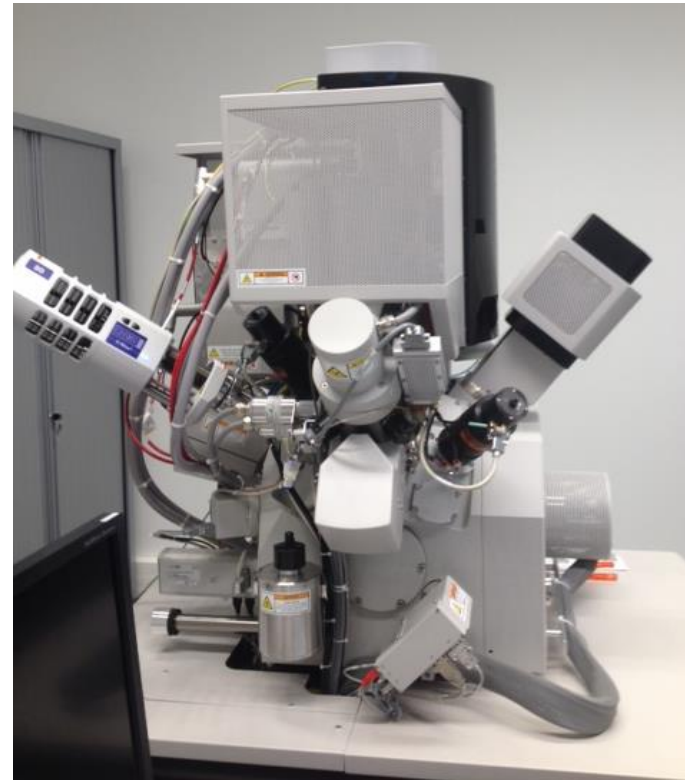


MEB/FIB THERMOFISHER HELIOS NanoLab 600i

*MEB : Colonne électronique
Canon à émission de champs*



*FIB : Colonne ionique
Source Ga LMIS
(Liquid Metal Ion
Source)*



Injecteurs de gaz GIS :

- Pt déposition
- C déposition

Micromanipulateur EasyLift

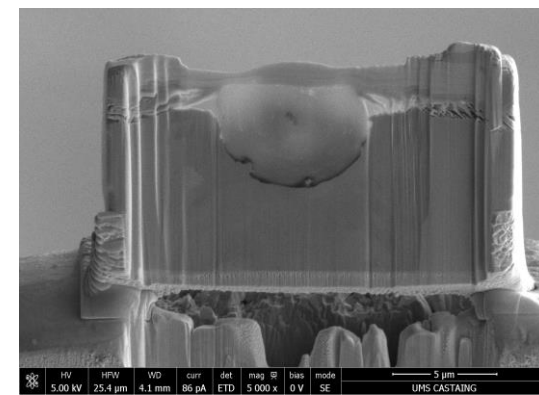
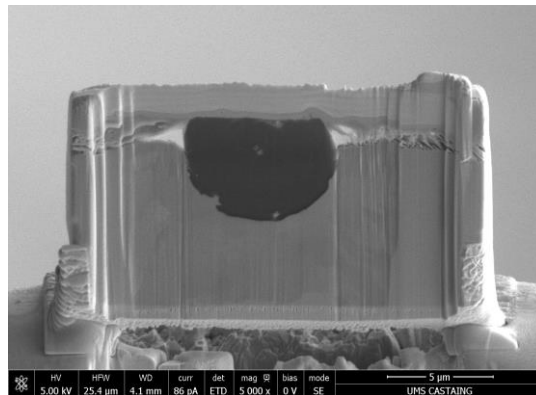
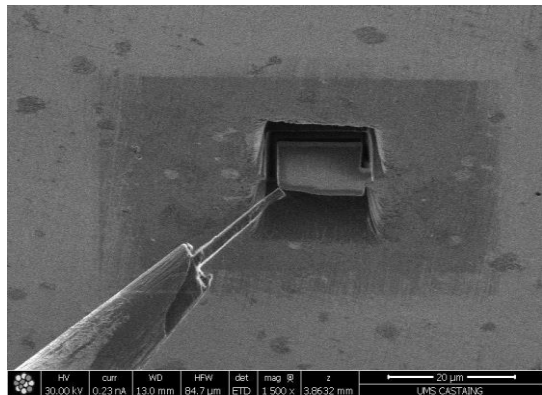
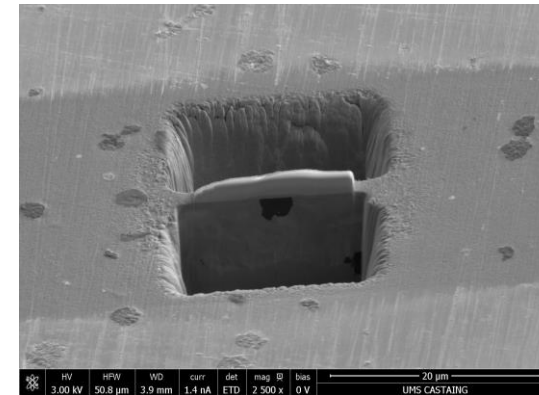
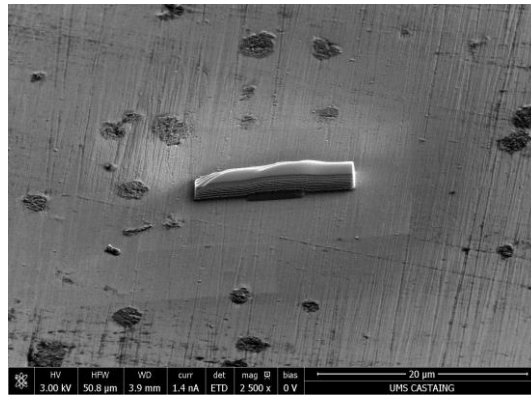
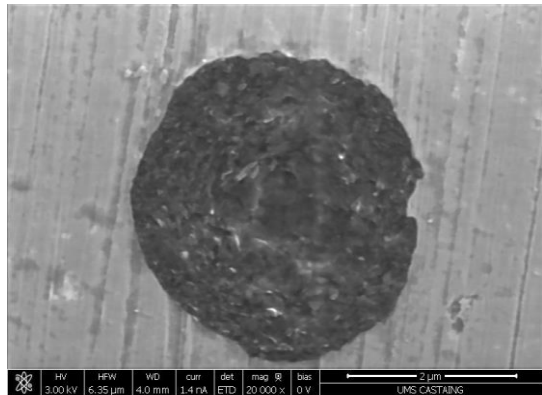
Plasma cleaner

Détecteurs SE, BSE, ICE...

Neutraliseur de charges

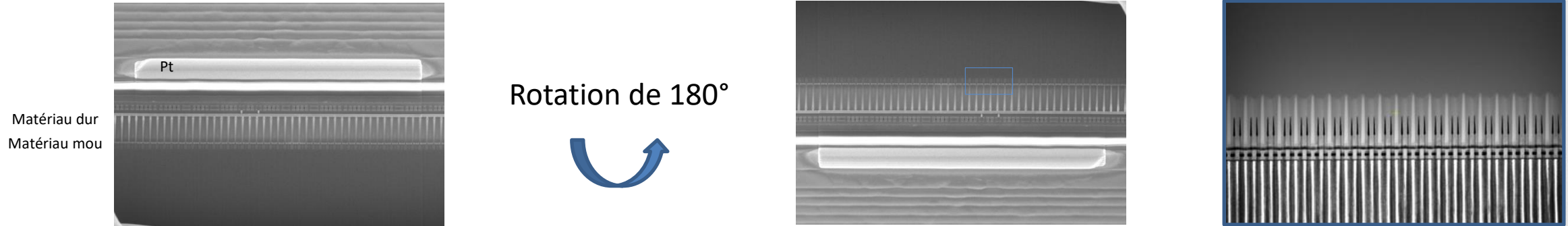
EDS-3D SDD Oxford Instruments

- Préparation de lames MET (section transversale, plane, inversée)

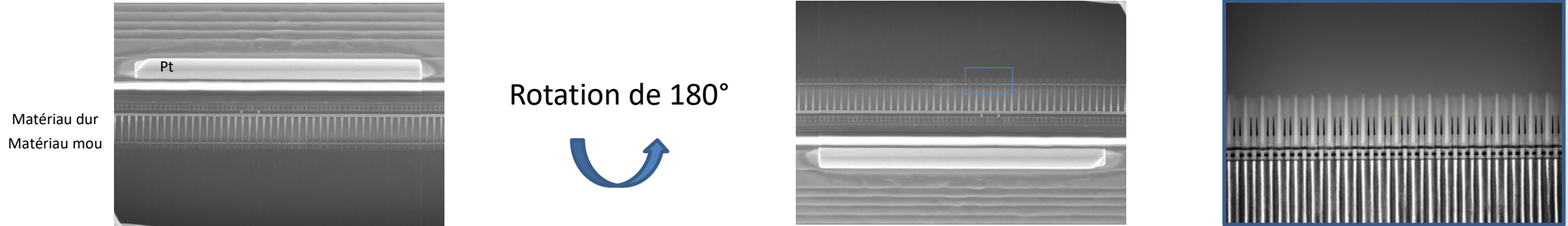


Nodule de graphite dans une fonte – prélèvement en section transversale

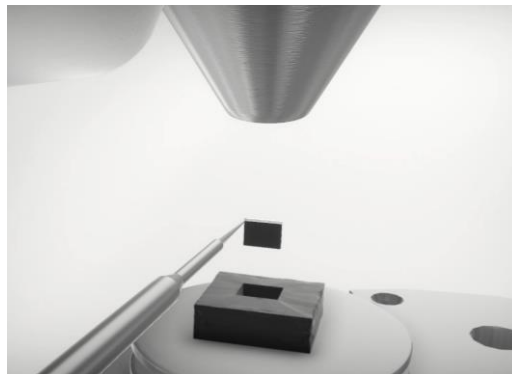
- Préparation de lames TEM (section transversale, plane, **inversée**)



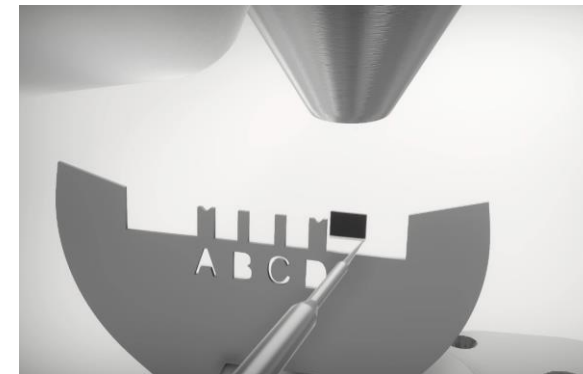
- Préparation de lames TEM (section transversale, plane, **inversée**)



TESCAN OptiLift™

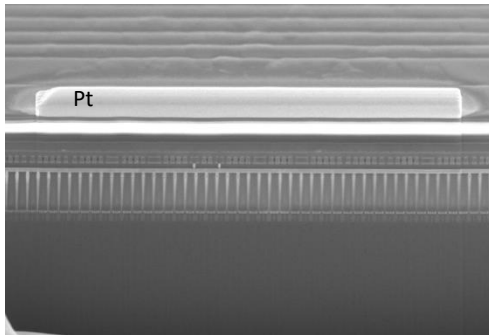


Rotation de 180°

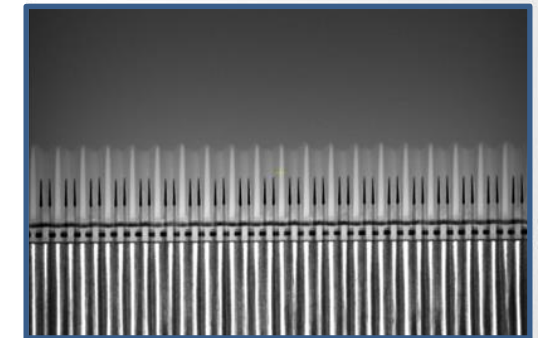
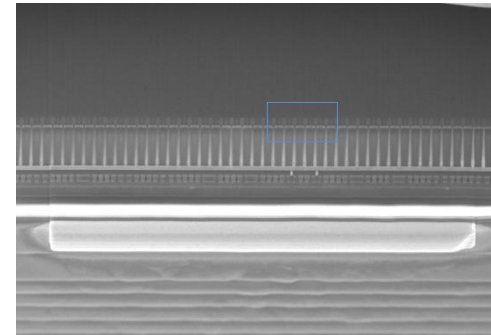


- Préparation de lames TEM (section transversale, plane, **inversée**)

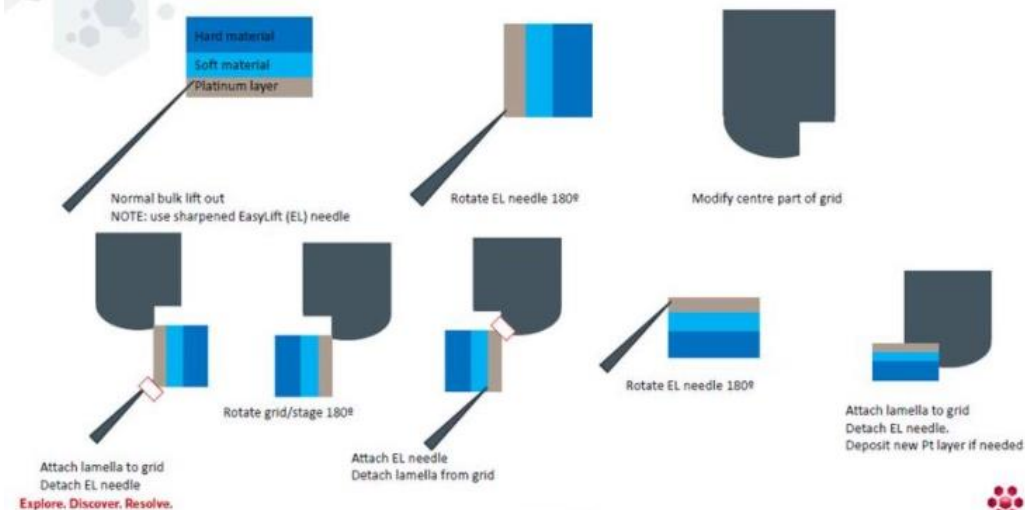
Matériau dur
Matériau mou



Rotation de 180°



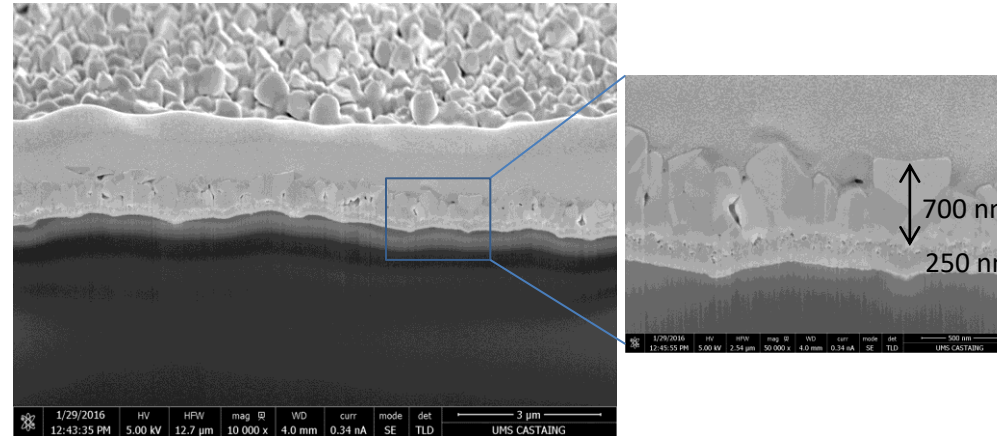
Double attachment with needle rotation



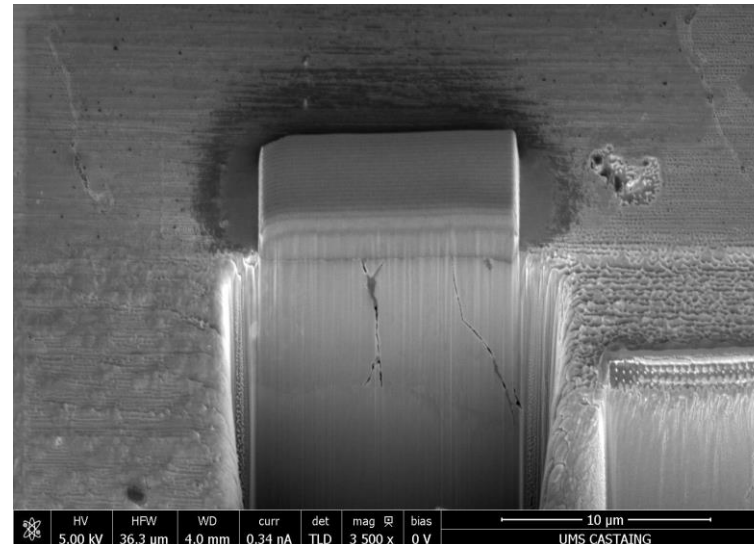
Explore. Discover. Resolve.

© 2015 FEI Company

- Préparation de lames TEM
- Coupes transversales
Couplage avec EDS

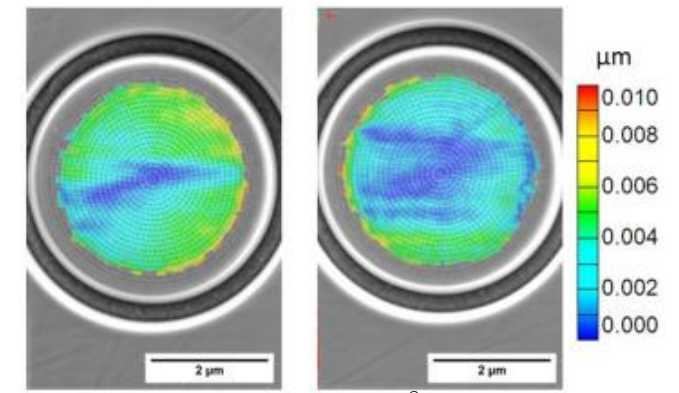
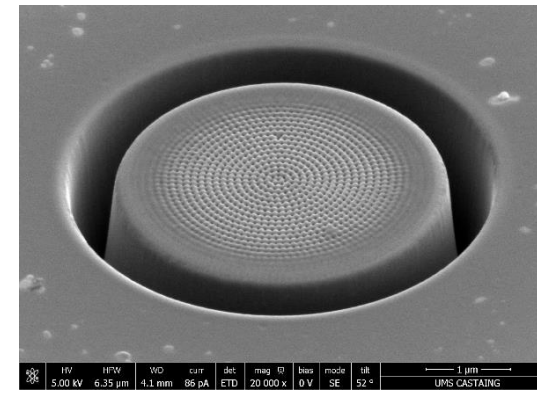
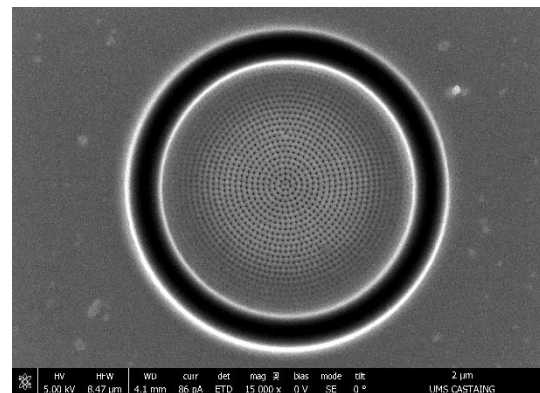
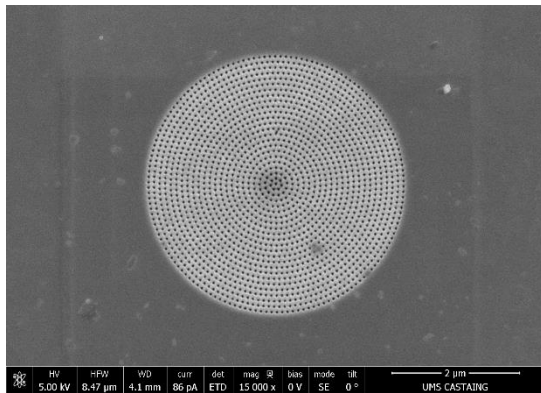
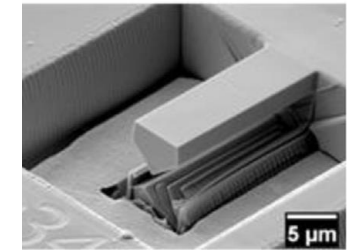
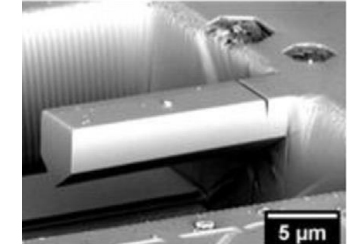
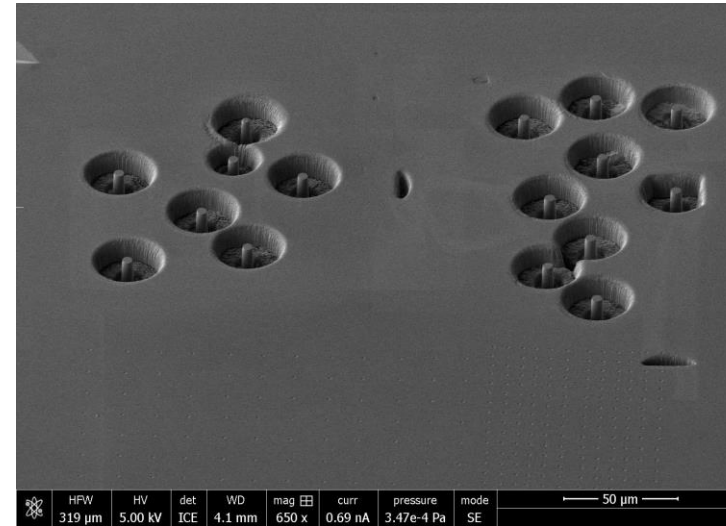


Couches Cu/Co



Corrosion sous contrainte de laiton biphase

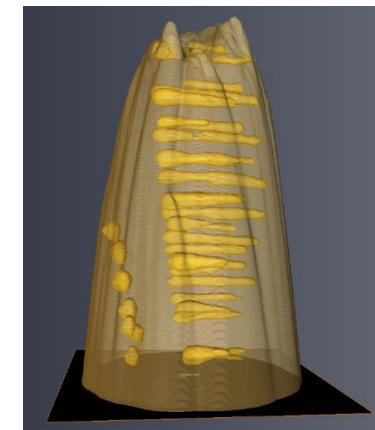
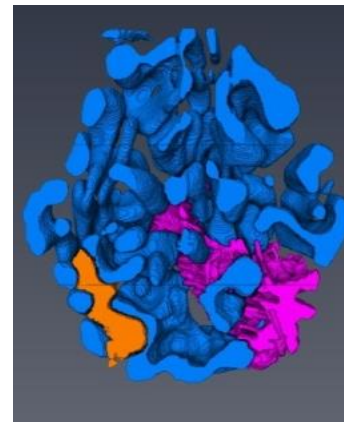
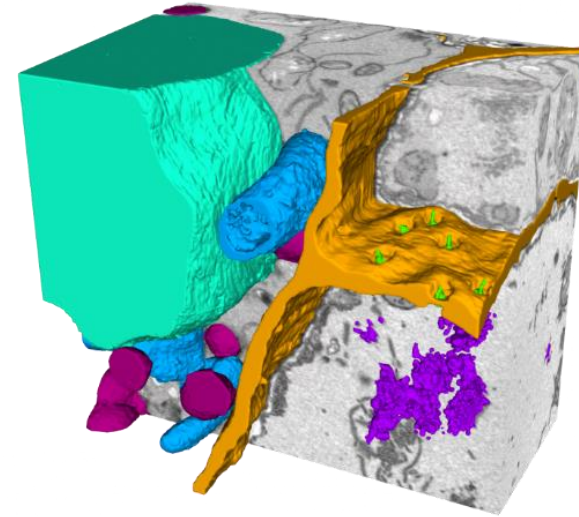
- Préparation de lames TEM
- Coupes transversales
- Usinages de pointes, micro-piliers, poutres...



GOM Aramis®

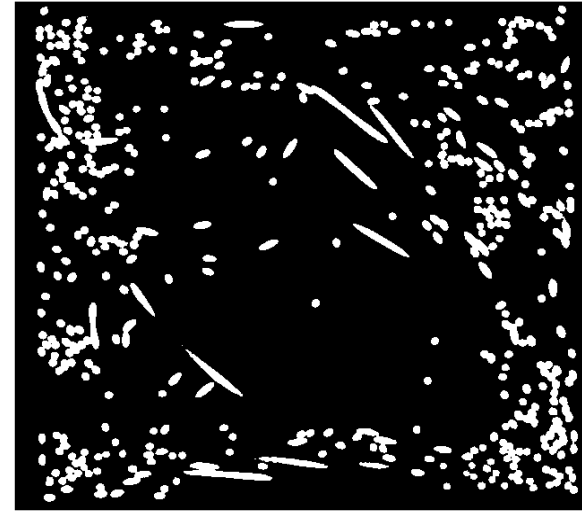
Détermination des contraintes résiduelles par FIB-DIC (Digital Image Correlation) : Méthode basée sur la mesure des champs de déplacements induits par la relaxation après une ablation de matériaux à une échelle très locale.

- Préparation de lames TEM
- Coupes transversales
- Usinages de pointes, micro-piliers, poutres...
- Tomographie MEB/FIB 3D





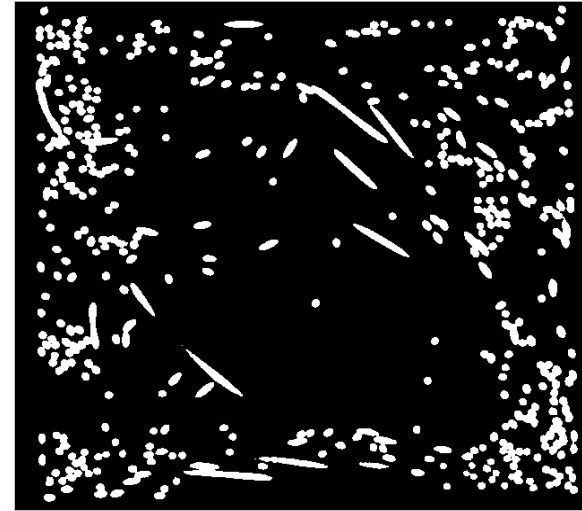
Pourquoi faire de la 3D-FIB ?



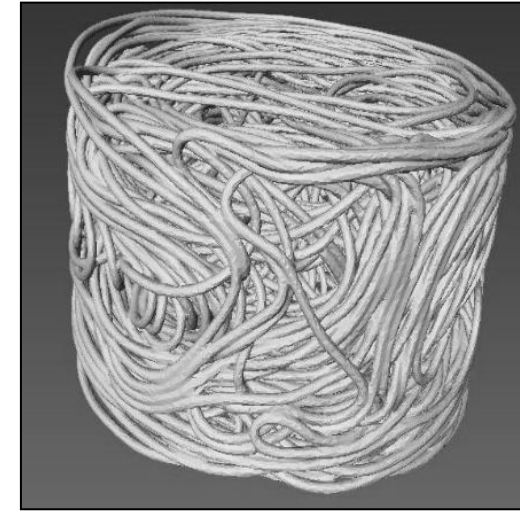
Combien de fils ?



Pourquoi faire de la 3D-FIB ?



Combien de fils ?



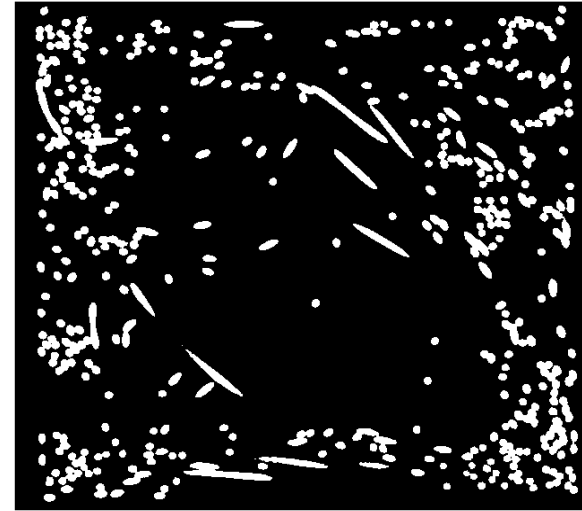
Seulement un !!!

@ Loïc Courtois Thèse : "Monofilament entangled materials : relationship between microstructural properties and macroscopic behaviour" - fils d'acier

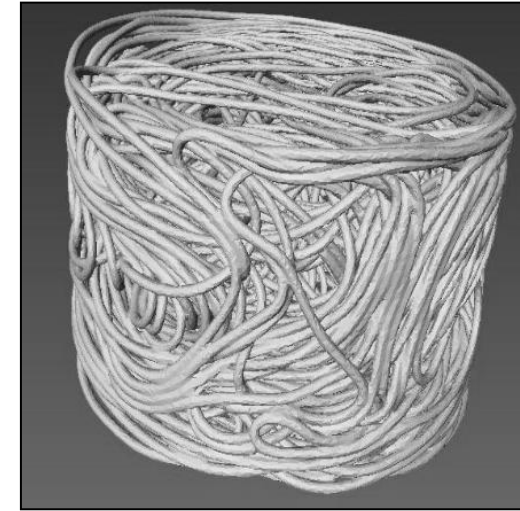
Thierry Douillard, 2023 ECerS Summer Schools: **Advanced Characterization Techniques** - XVIIIth Conference of the European Ceramic Society, 29-30 June 2023, Lyon, France

Pourquoi faire de la 3D-FIB ?

- Observation de structures 3D complexes pour lesquelles la 2D ne peut décrire de manière satisfaisante les formes et les relations entre les objets
- Mesure quantitative de paramètres inaccessibles à partir de cadres 2D : nombre d'objets, contacts, connectivité, volume...
- Études d'interfaces



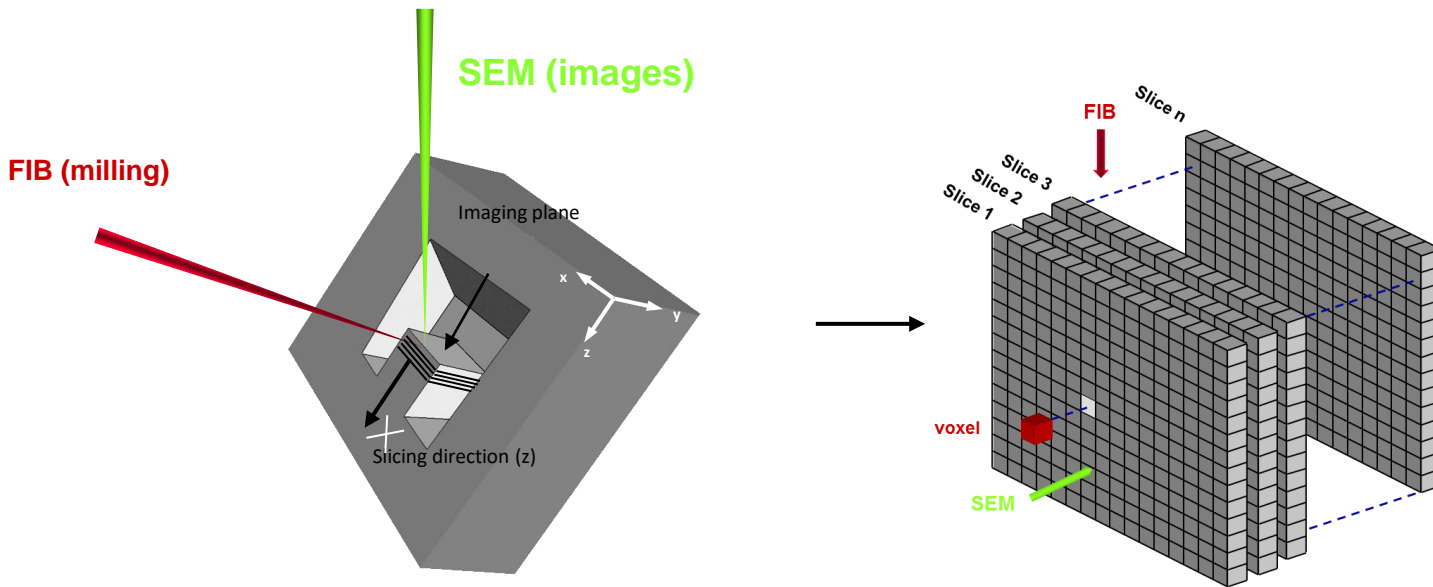
Combien de fils ?



Seulement un !!!

@ Loïc Courtois Thèse : "Monofilament entangled materials : relationship between microstructural properties and macroscopic behaviour" - fils d'acier

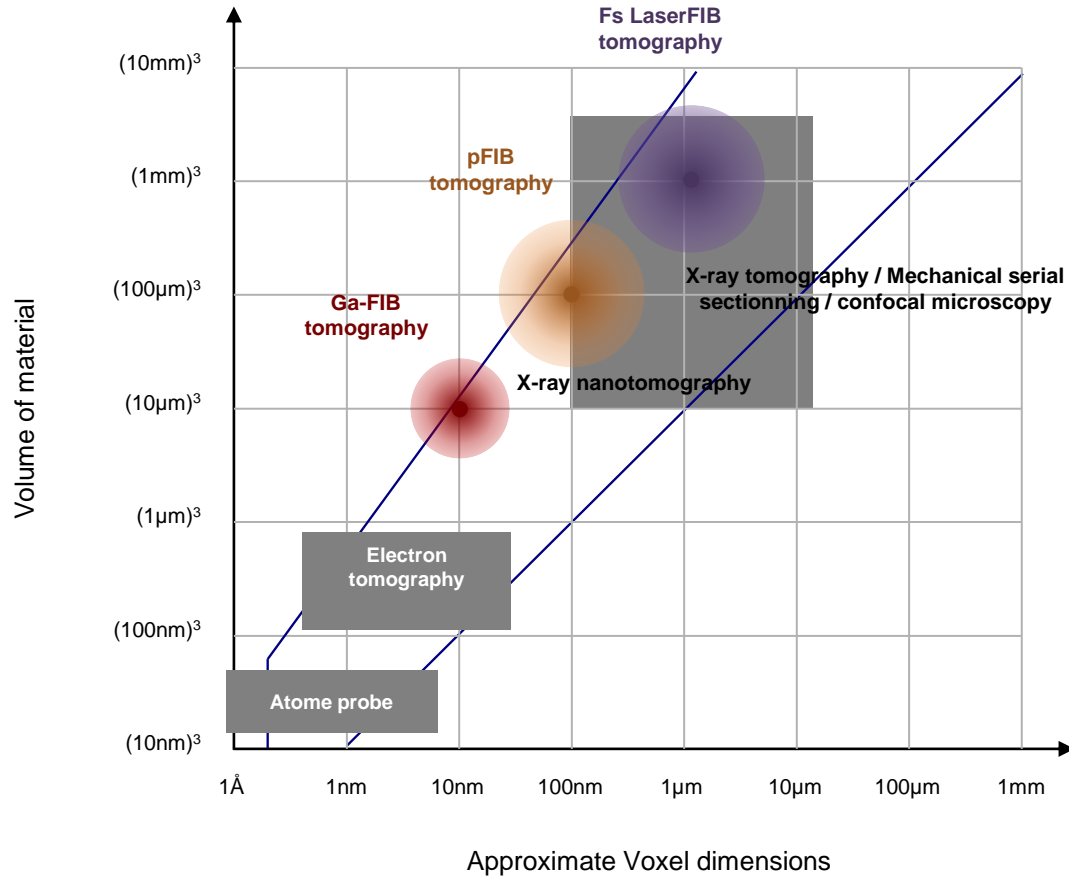
Thierry Douillard, 2023 ECerS Summer Schools: **Advanced Characterization Techniques** - XVIIIth Conference of the European Ceramic Society, 29-30 June 2023, Lyon, France



Voxel est la version 3D du Pixel.

- X et Y : Taille du pixel de l'image
⇒ grandissement, résolution de l'image
- Z : épaisseur de la coupe

Voxel isométrique : $X=Y=Z$



Ga-FIB :

- Volume typique : 20x20x20 (μm)³
- Résolution typique : 10 (nm)³
- 0,23nA < Courant FIB < 2,5nA

Temps d'acquisition

5h < Temps d'acquisition < 100h

Chauffage de la source Ga avant de lancer l'acquisition

Applications : Tomographie FIB/SEM

Choix des paramètres d'acquisition :

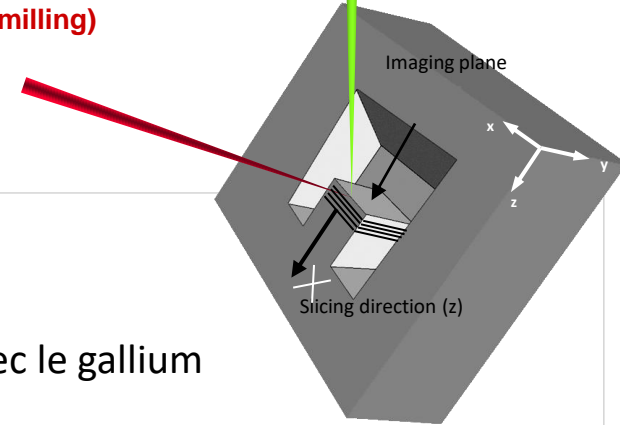
Préparation des échantillons

Pour les échantillons isolants, réduction des dimensions (en particulier la hauteur de l'échantillon)

Bonne fixation : laque d'argent sur stub en Al – métallisation au carbone (10nm) - éviter l'or qui réagit avec le gallium

FIB (milling)

SEM (images)



Applications : Tomographie FIB/SEM

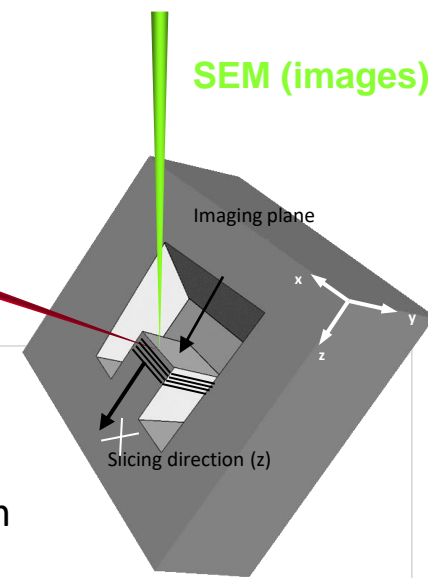
Choix des paramètres d'acquisition :

Préparation des échantillons

Pour les échantillons isolants, réduction des dimensions (en particulier la hauteur de l'échantillon)
Bonne fixation : laque d'argent sur stub en Al – métallisation au carbone (10nm) - éviter l'or qui réagit avec le gallium

FIB (milling)

SEM (images)



Ionique

Tension : 30kV

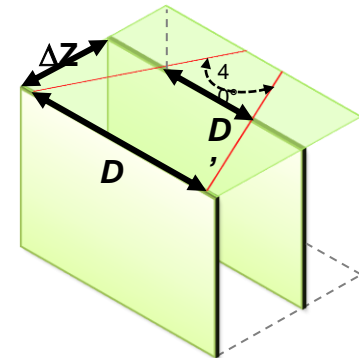
Courant : 0,23nA – 2,5nA

Épaisseur des tranches (10nm à 50nm)

Contrôle de l'épaisseur de chaque tranche

Lignes de repère *

Echantillonnage sur une zone plus petite



Applications : Tomographie FIB/SEM

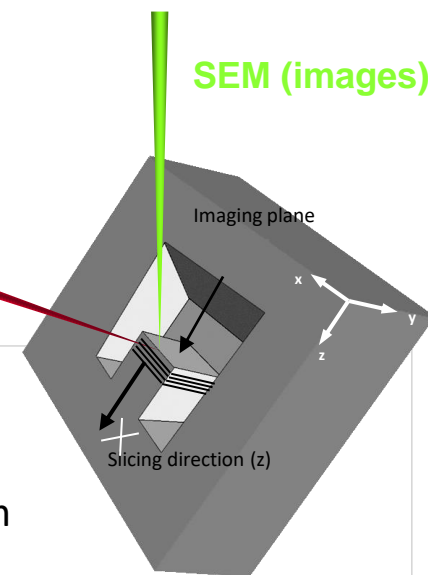
Choix des paramètres d'acquisition :

Préparation des échantillons

Pour les échantillons isolants, réduction des dimensions (en particulier la hauteur de l'échantillon)
Bonne fixation : laque d'argent sur stub en Al – métallisation au carbone (10nm) - éviter l'or qui réagit avec le gallium

FIB (milling)

SEM (images)



Electronique

Tension : favoriser la basse tension

→ charges, augmenter la résolution X, Y, Z

Courant

Detecteur : SE BSE

Grandissement

Résolution de l'images

Dwell time, Nombre de frame...

Ionique

Tension : 30kV

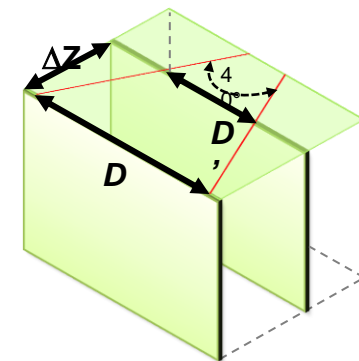
Courant : 0,23nA – 2,5nA

Epaisseur des tranches (10nm à 50nm)

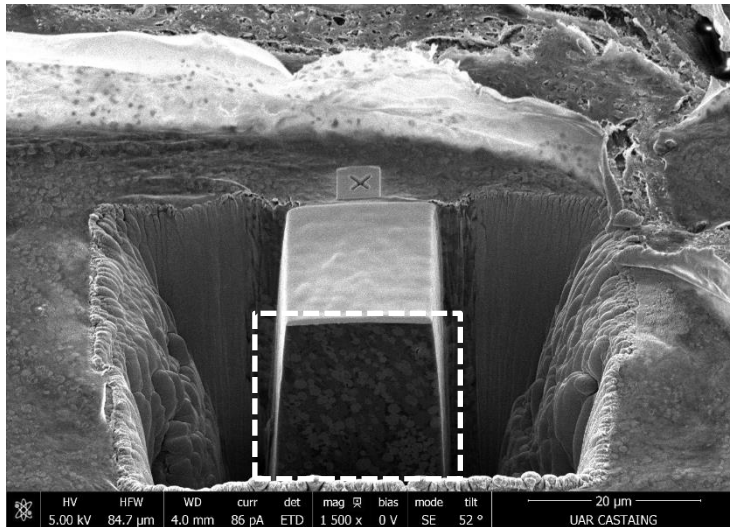
Contrôle de l'épaisseur de chaque tranche

Lignes de repère *

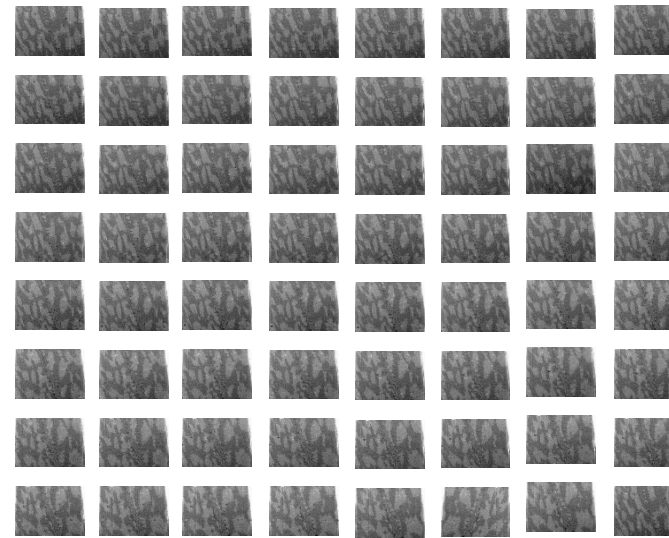
Echantillonnage sur une zone plus petite



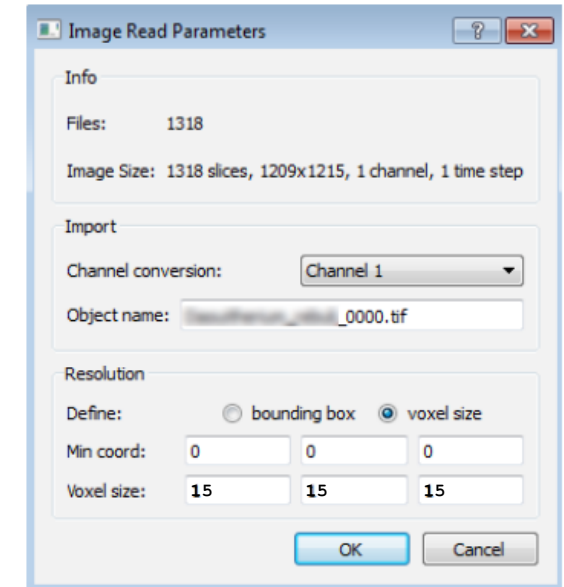
Echantillon biologique



Auto Slice and View - Série d'images tiff



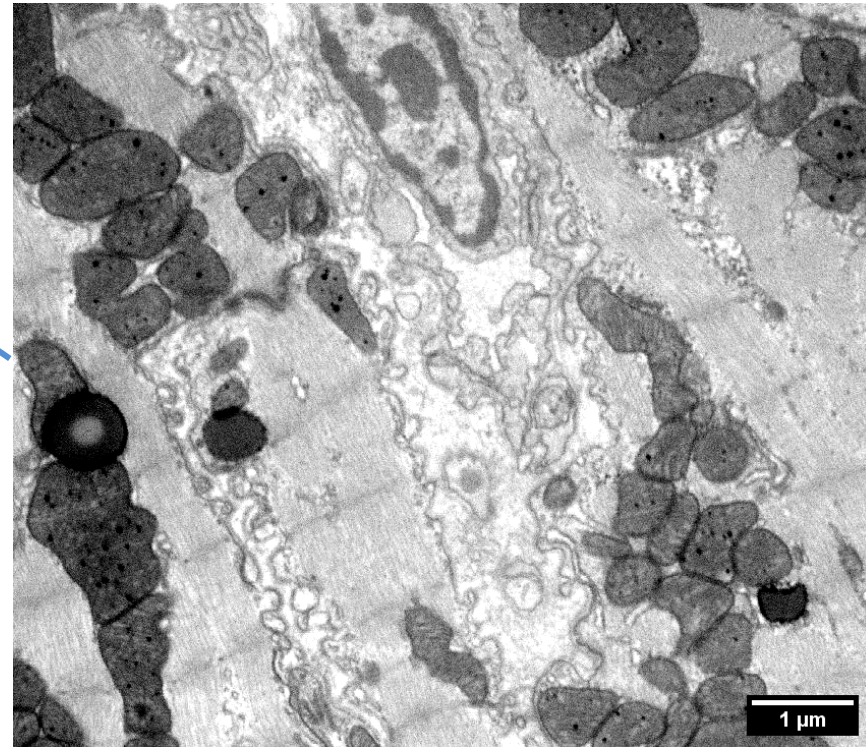
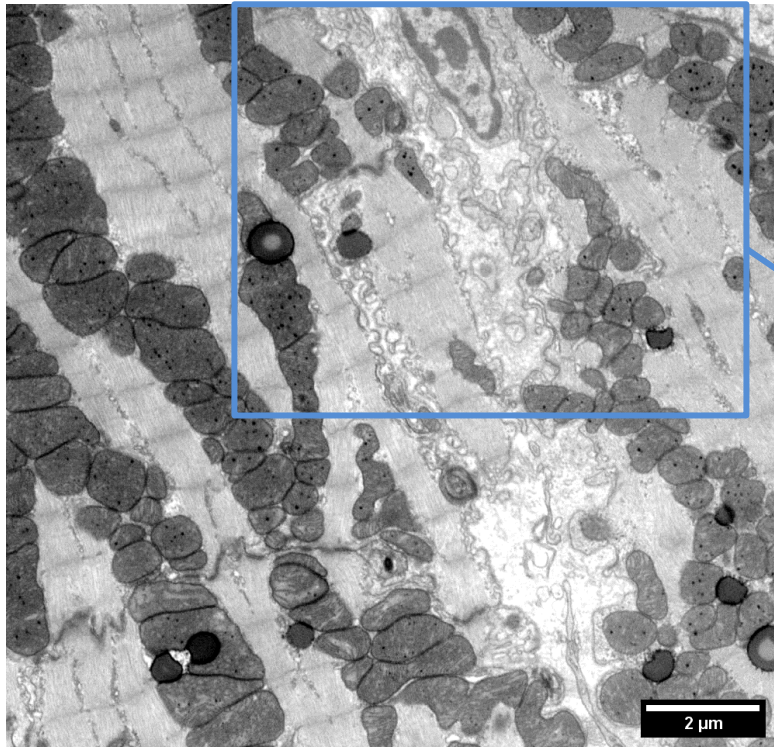
pixel



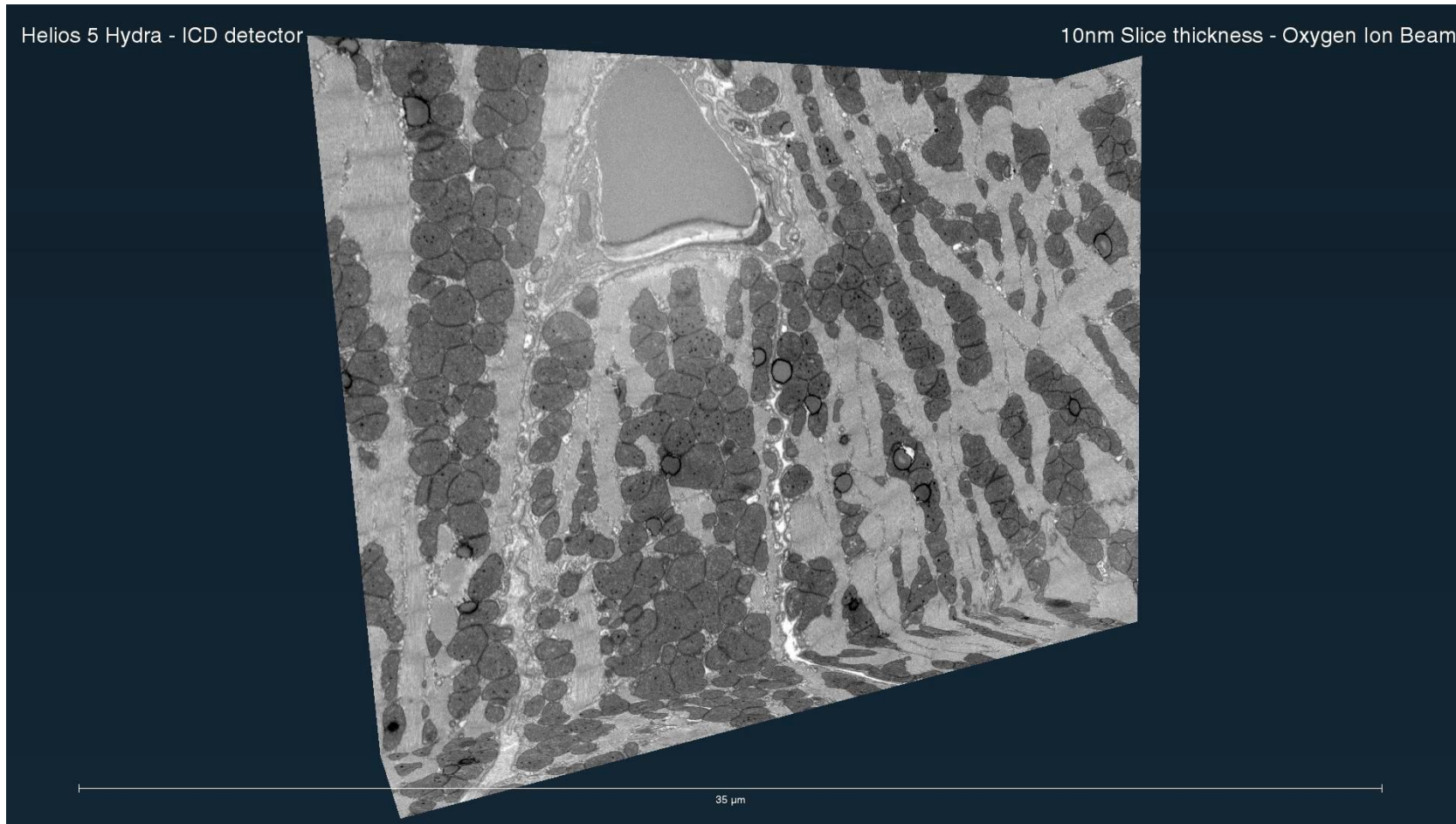
voxel

- *Alignement*
- *Crop, Background, Seuillage, Filtres*
- *Segmentation*
- *Reconstruction du volume*
- *Analyse : % volumique, mesure de la taille, forme...*

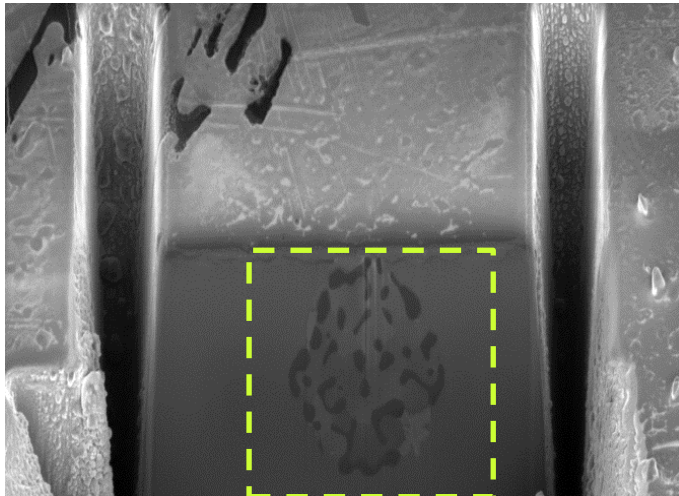
□ Echantillon biologique



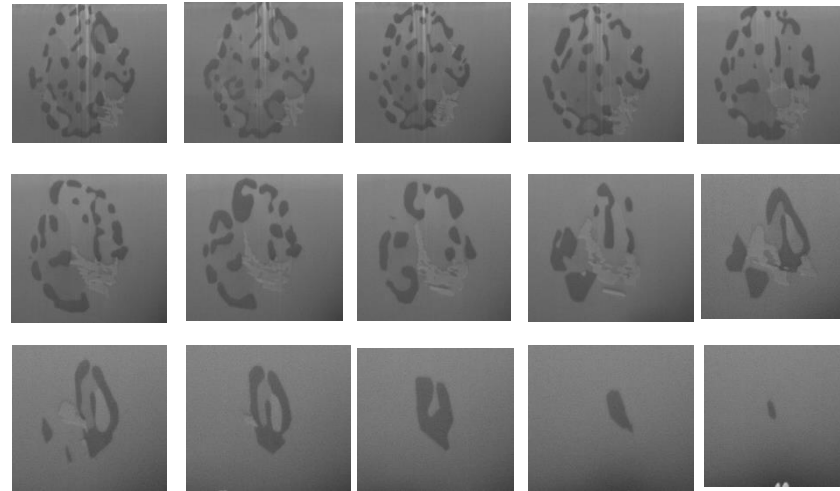
- Tissus cardiaques de mammifères adultes – organisation de la membrane latérales des cardiomyocytes



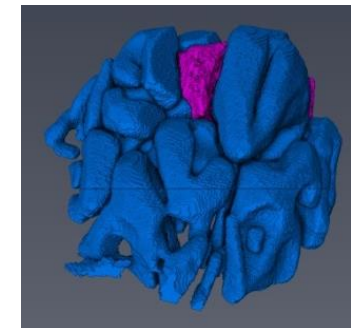
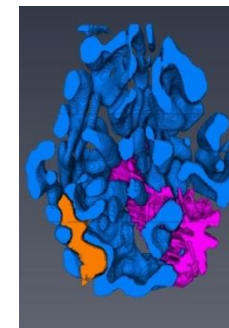
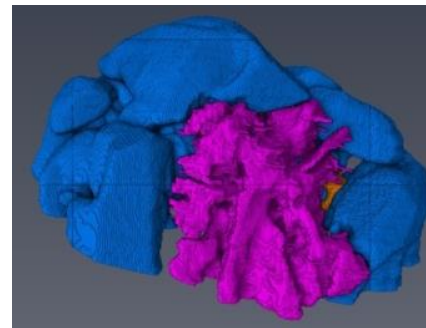
❑ Précipitation d'intermétalliques dans un alliage Al-Si



Auto Slice and View - Série d'images tiff



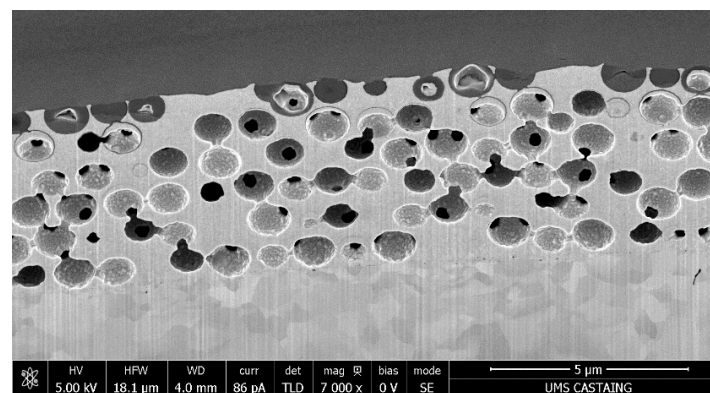
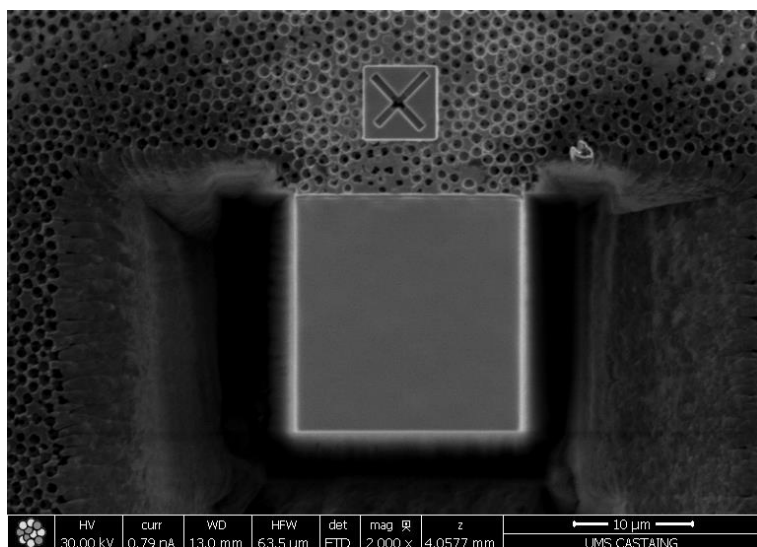
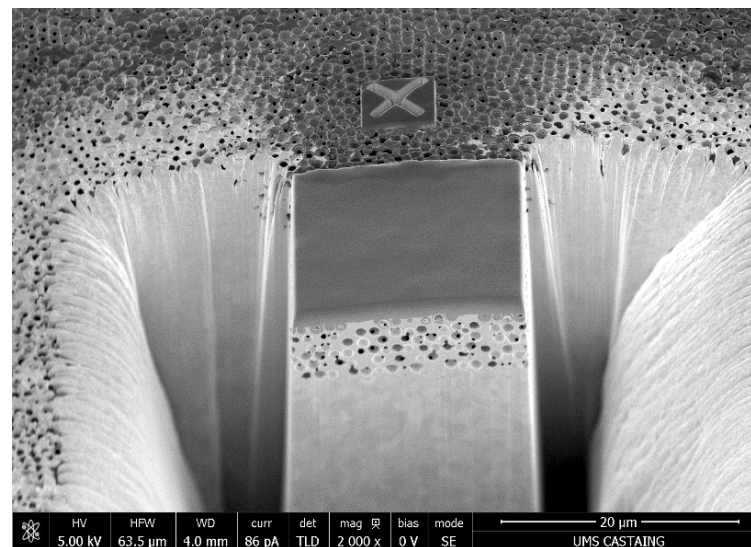
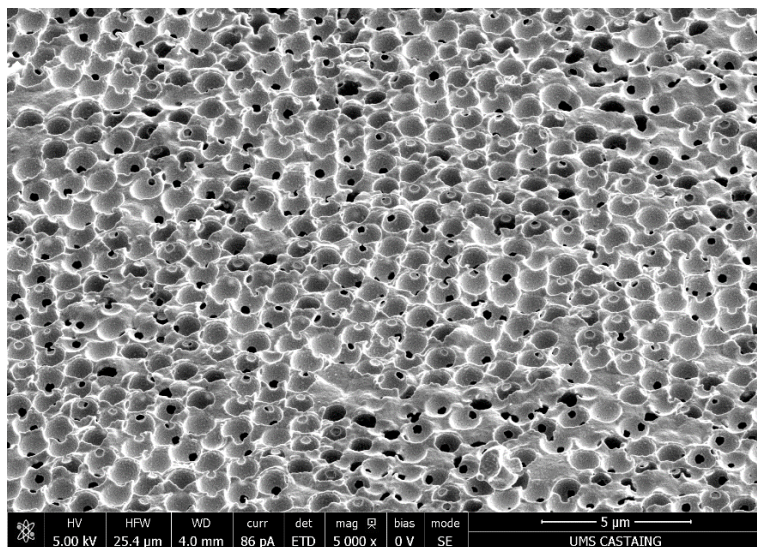
Volume : $20 \times 20 \times 20 \mu\text{m}^3$
400 coupes
Épaisseur des tranches : 50 nm
Durée : 8h





Applications : Tomographie FIB/SEM

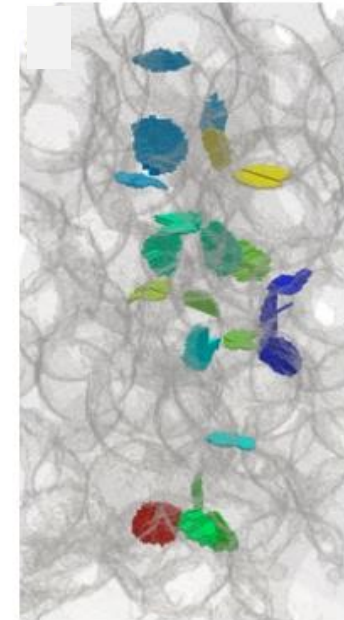
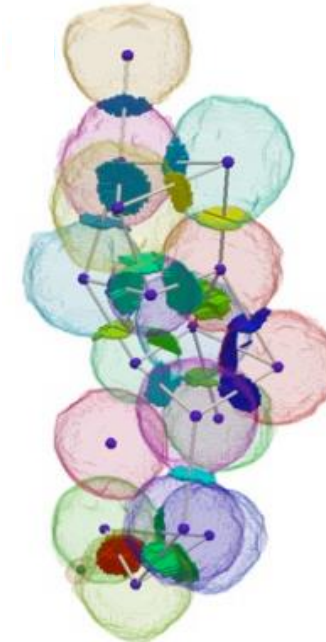
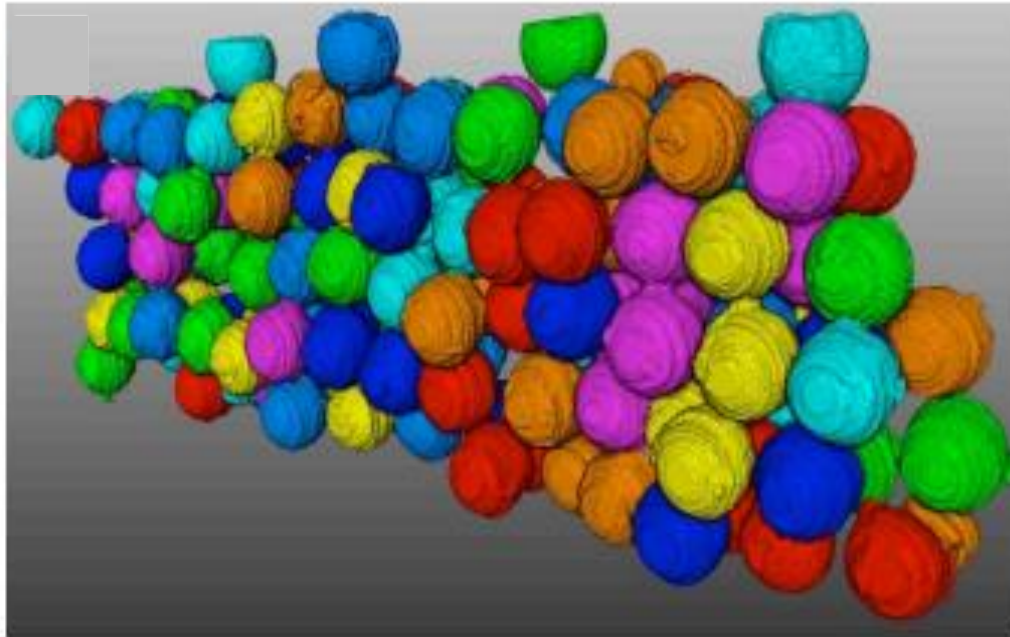
❑ Electrodes poreuses en or



Volume : $25 \times 25 \times 25 \mu\text{m}^3$
600 coupes
Épaisseur des tranches : 25 nm
Durée : 14h

❑ Electrodes poreuses en or

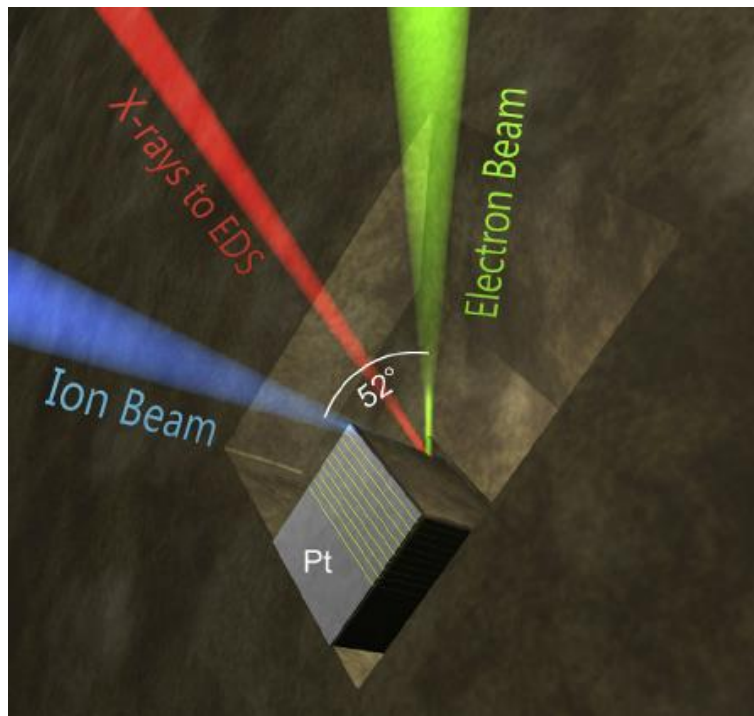
Réseau poral reconstitué



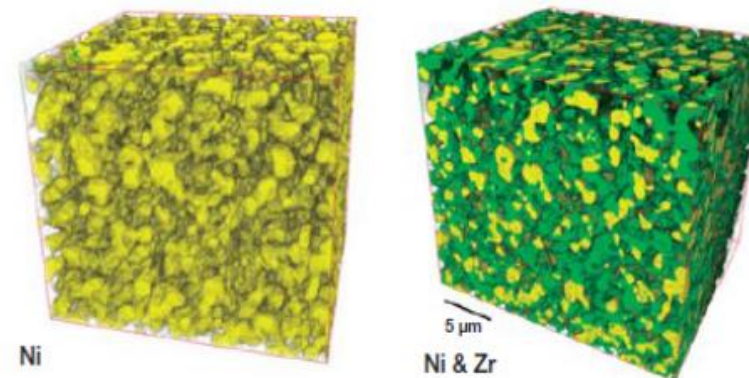
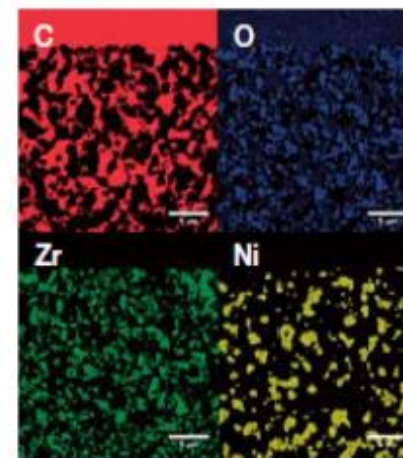
Mise en avant du nombre de connexions par sphère, de la forme des connexions...

Applications : Tomographie FIB/SEM

□ Couplage EDS/FIB : Electrode pour pile à combustible

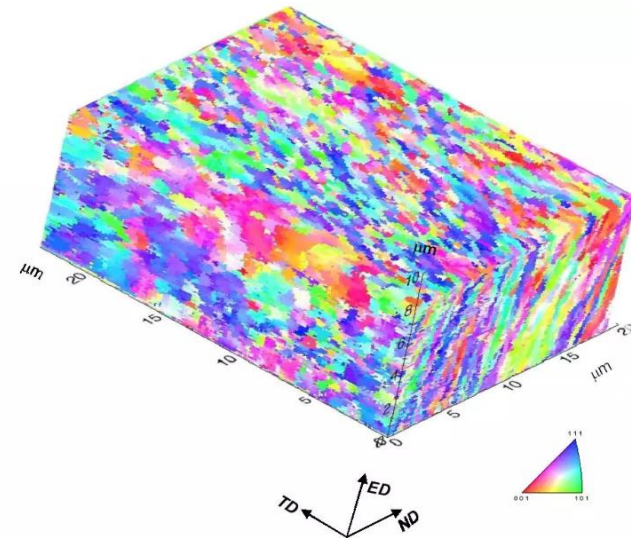
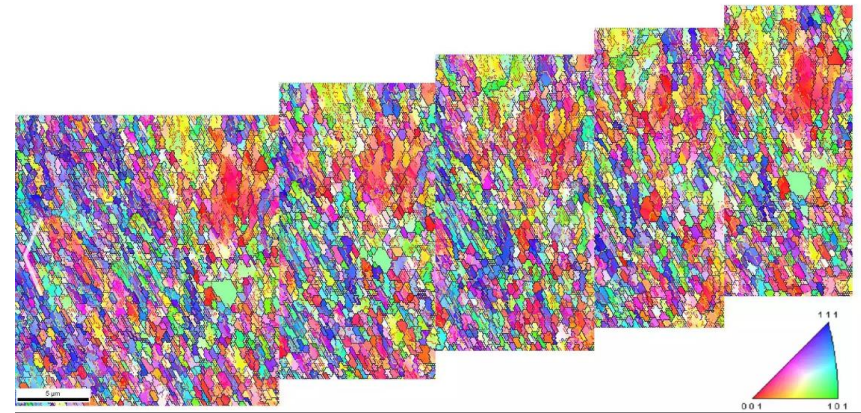
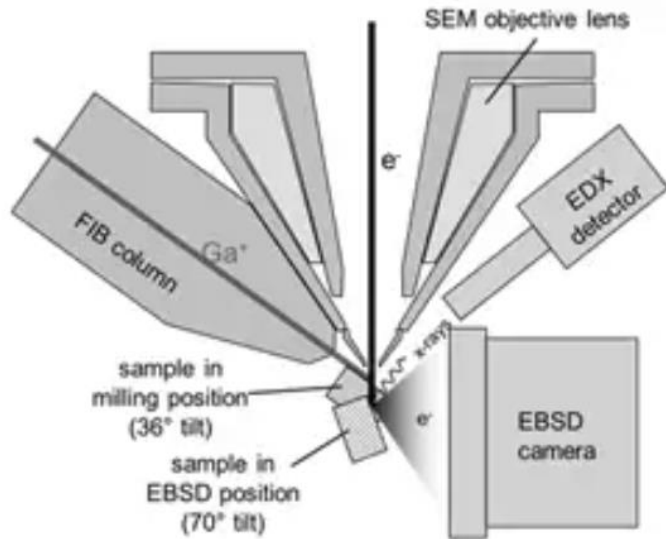


Tension d'accélération : 5 kV
Épaisseur de coupe : 100 nm
Nombre de tranches : 212

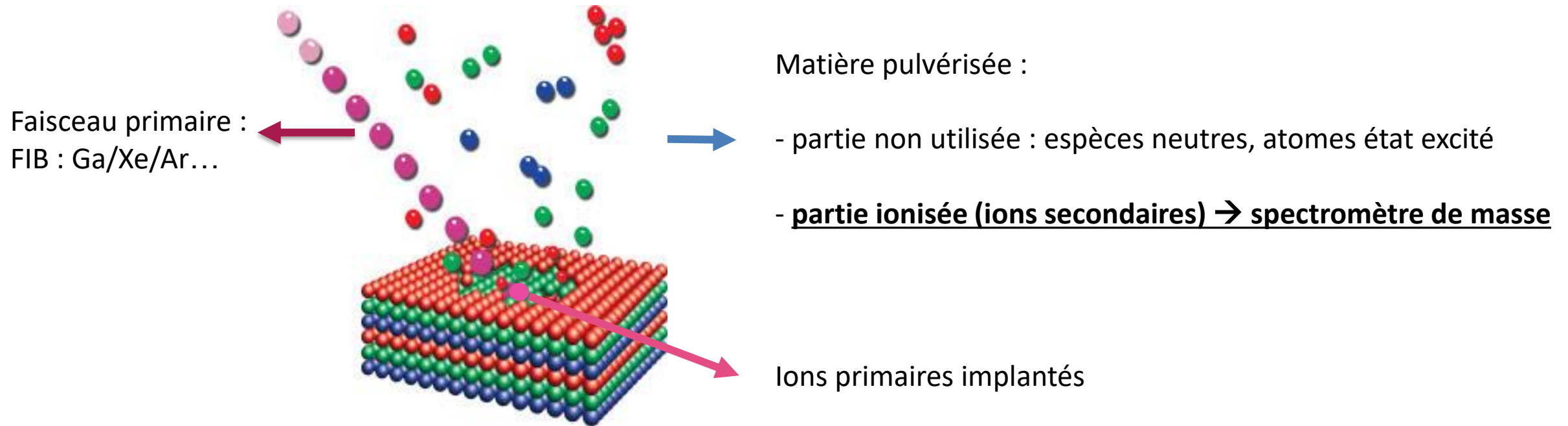


Applications : Tomographie FIB/SEM

□ Couplage EBSD/FIB



□ Principe du SIMS



Principe du SIMS : deux étapes

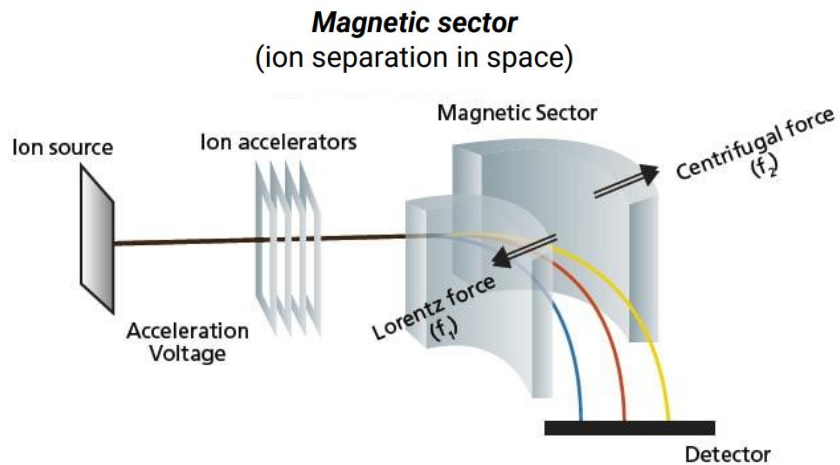
- A) le bombardement de la surface par un faisceau d'ions primaires (FIB) qui provoque une pulvérisation.
- B) L'extraction, le transport, le filtrage et la détection des ions formés au cours de la pulvérisation.

Applications : couplage SIMS/FIB

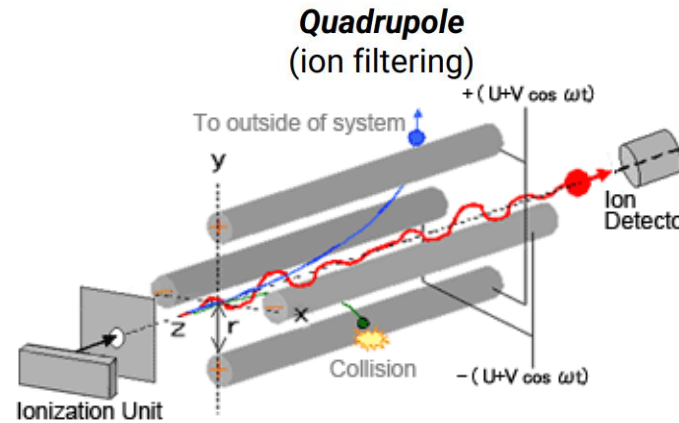
□ Principe du SIMS : deux étapes

- A) le bombardement de la surface par un faisceau d'ions primaires (FIB) qui provoque une pulvérisation.
- B) L'extraction, le transport, le filtrage et la détection des ions formés au cours de la pulvérisation.

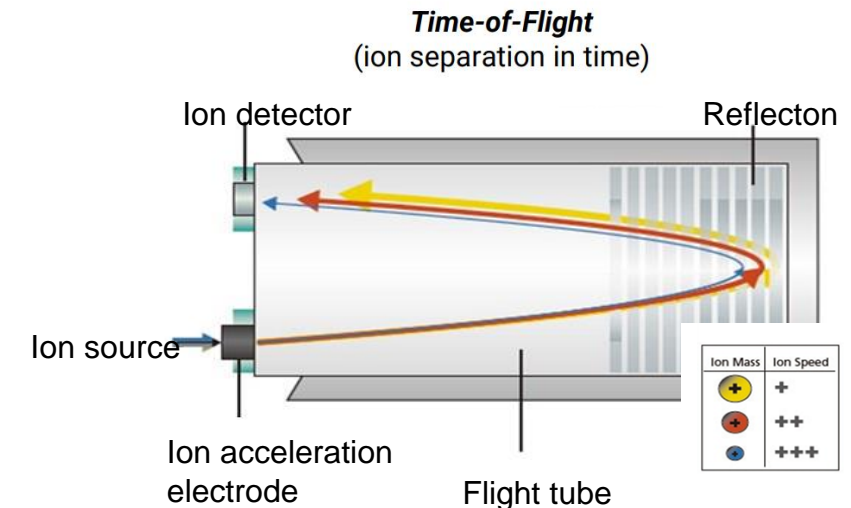
Trois types de SIMS :



SIMS magnétique : analyseur magnétique
@SHIMADZU.com



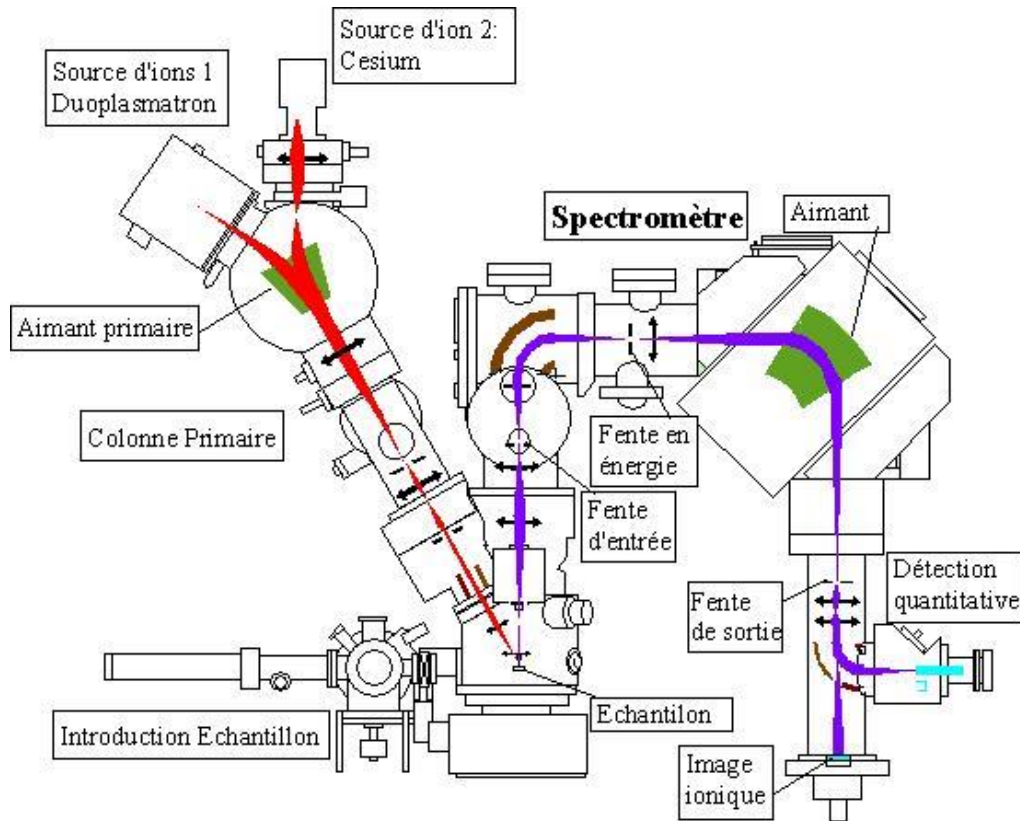
Quad SIMS : analyseur « quadripôle »
@SHIMADZU.com



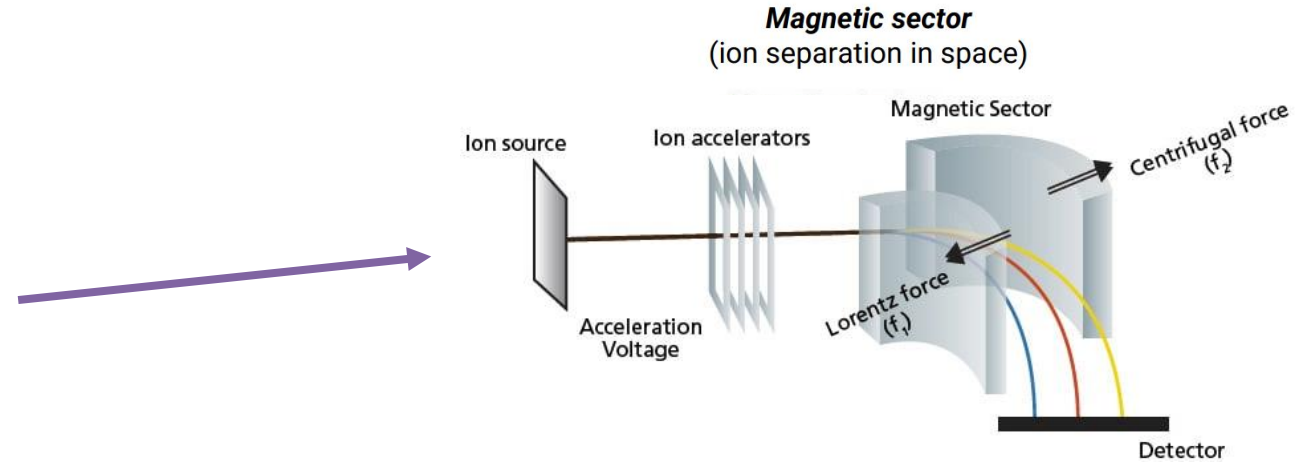
TOF-SIMS : time of flight
@SHIMADZU.com

Types de SIMS

SIMS magnétique: analyseur magnétique



IMS 6f @CAMECA



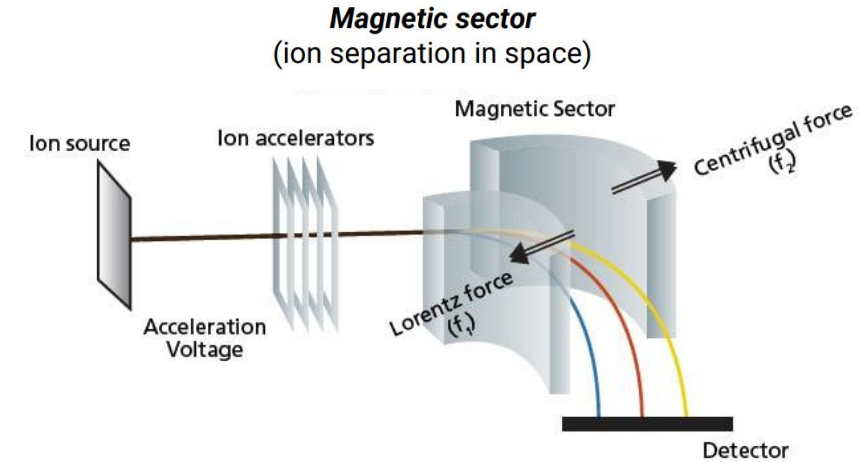
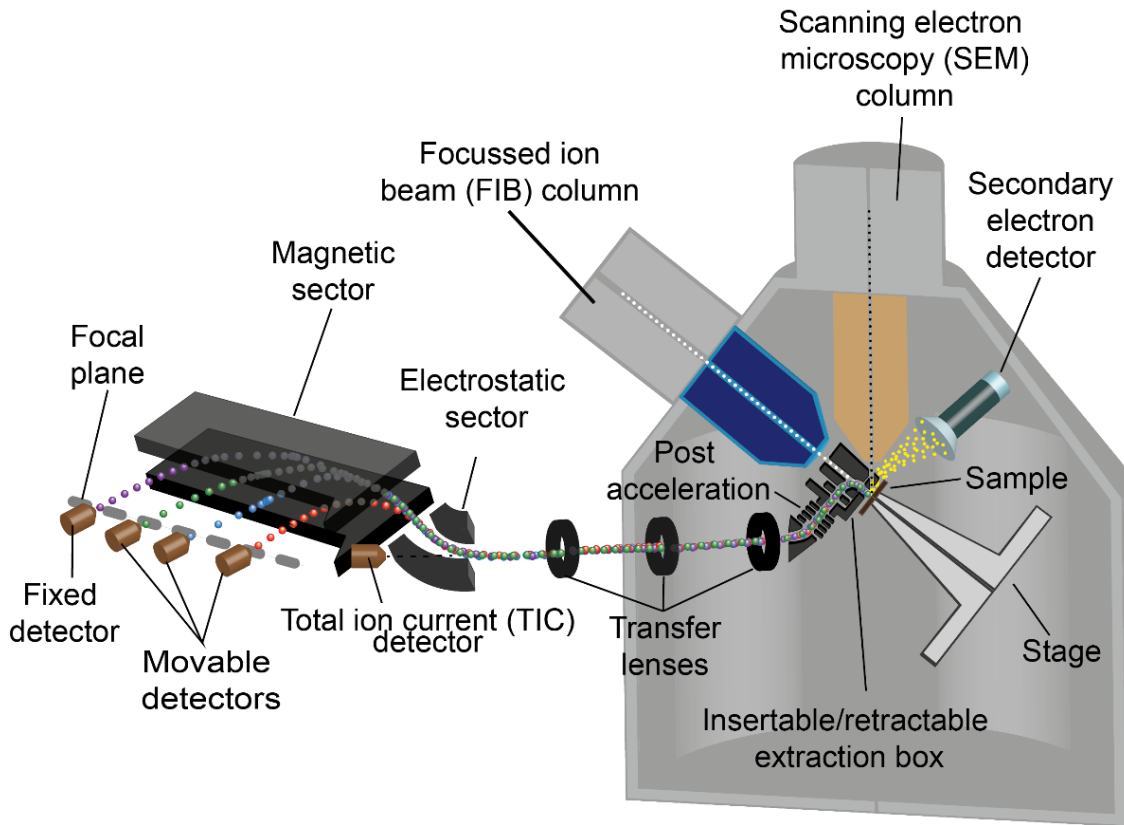
SIMS magnétique: analyseur magnétique
@SHIMADZU.com

- ++ Sensibilité**
- ++ Gamme dynamique**
- + Résolution en masse
- Range d'analyse en masse
- Détection d'une masse à la fois

Applications : couplage SIMS/FIB

Types de SIMS

SIMS magnétique: analyseur magnétique



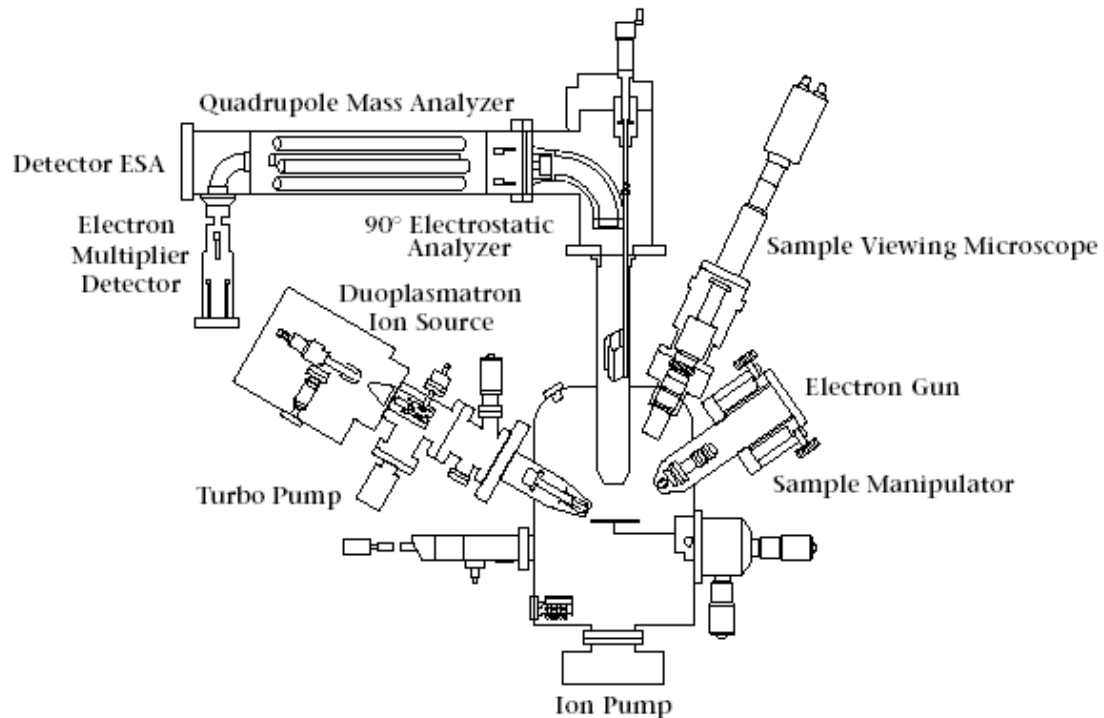
SIMS magnétique: analyseur magnétique
@SHIMADZU.com

- ++ Sensibilité**
- ++ Gamme dynamique**
- + Résolution en masse
- Range d'analyse en masse
- Détection de 4 masses à la fois

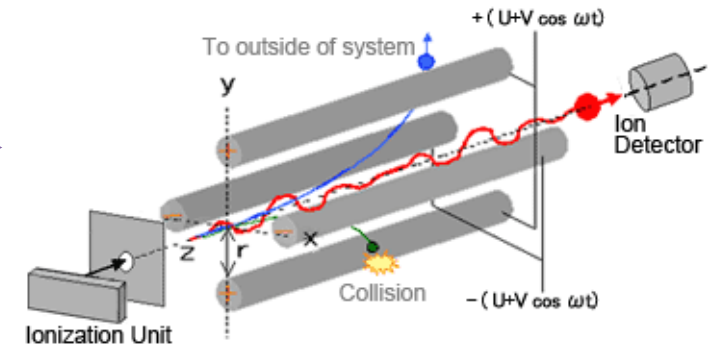
Advanced Instrumentation for Nano-Analytics (AINA) -
LIST collaboration avec Thermo Fisher
O. De Castro et al. Anal. Chem. 2022, 94, 10754–10763

Types de SIMS

Quad SIMS: analyseur « quadripôle »



Quadrupole (ion filtering)

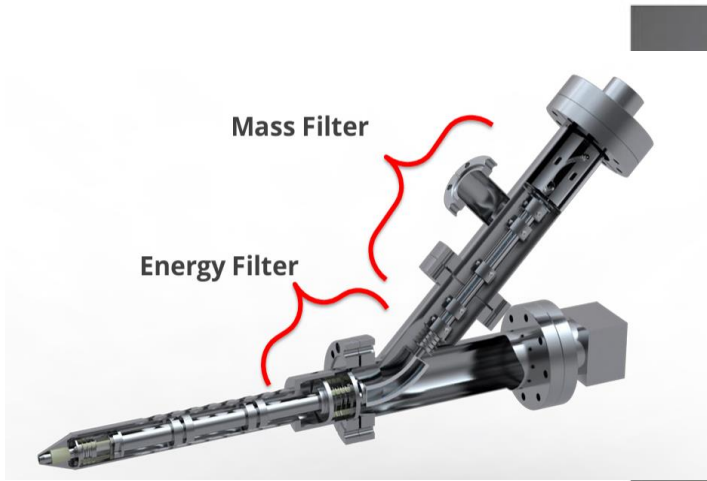


- + Cout modère
- + Compact
- Faible sensibilité
- Détection d'une masse à la fois

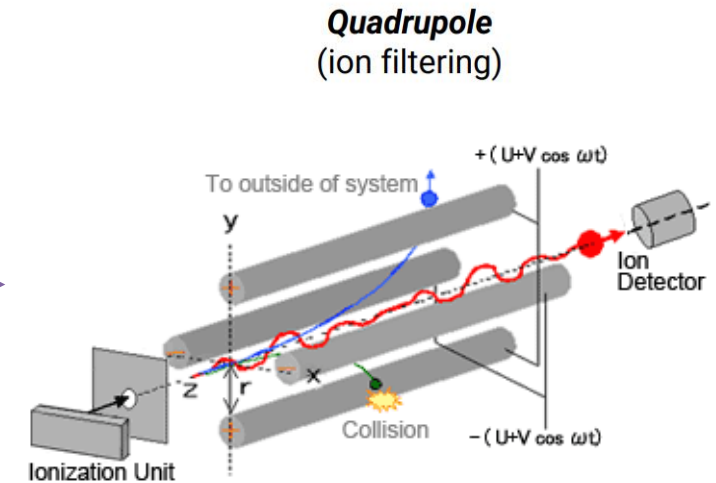
Applications : couplage SIMS/FIB

Types de SIMS

Quad SIMS: analyseur « quadripôle »



@Hiden Analytical
collaboration avec ZEISS

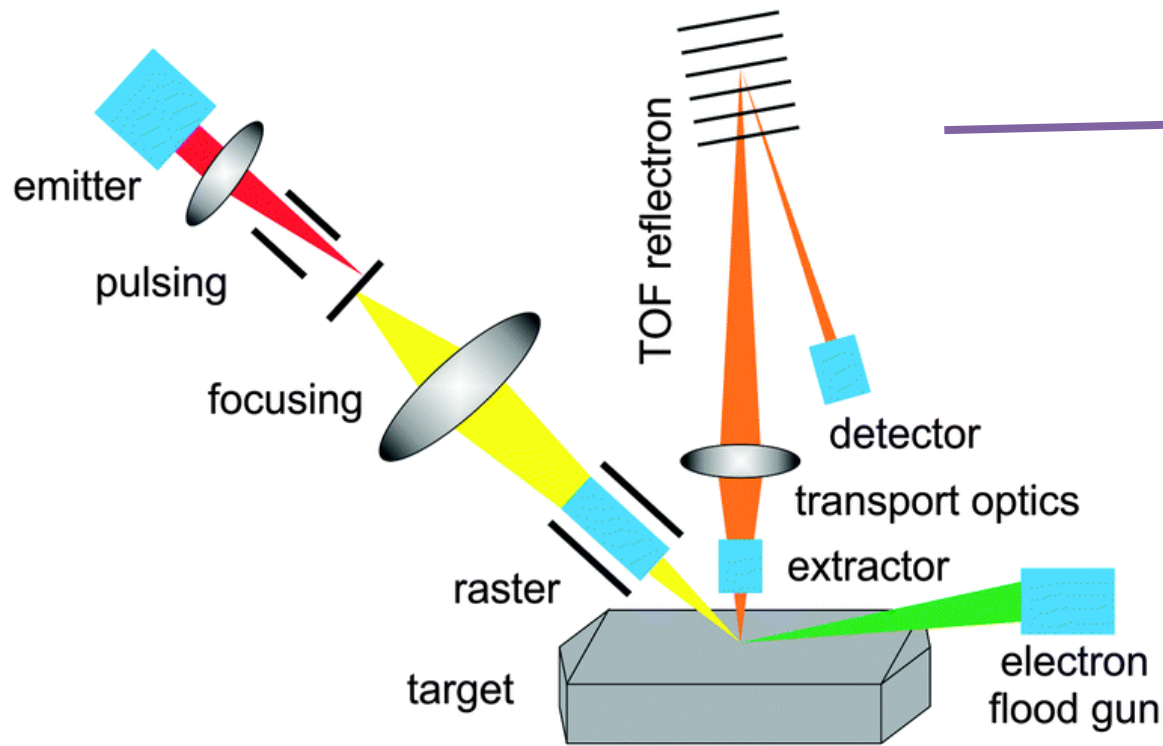


- + Coût modéré
- + Compact
- Faible sensibilité
- Détection d'une masse à la fois

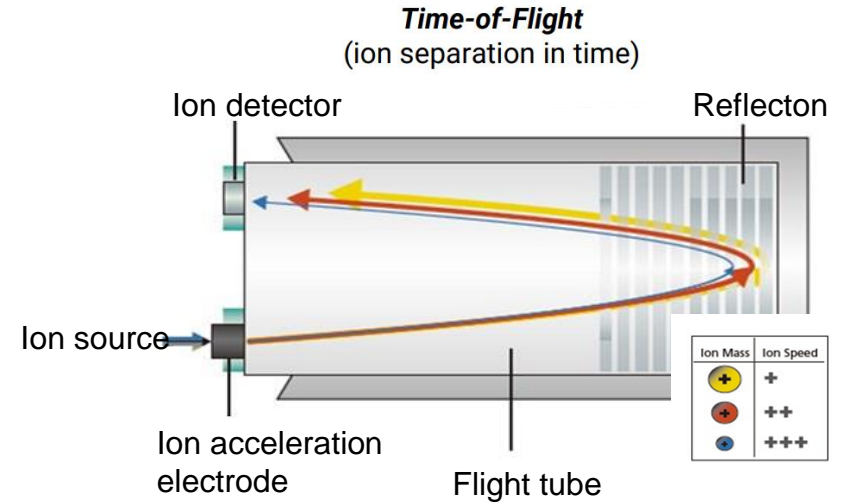
Applications : couplage SIMS/FIB

Types de SIMS

TOF-SIMS : time of flight



M6 @ION TOF

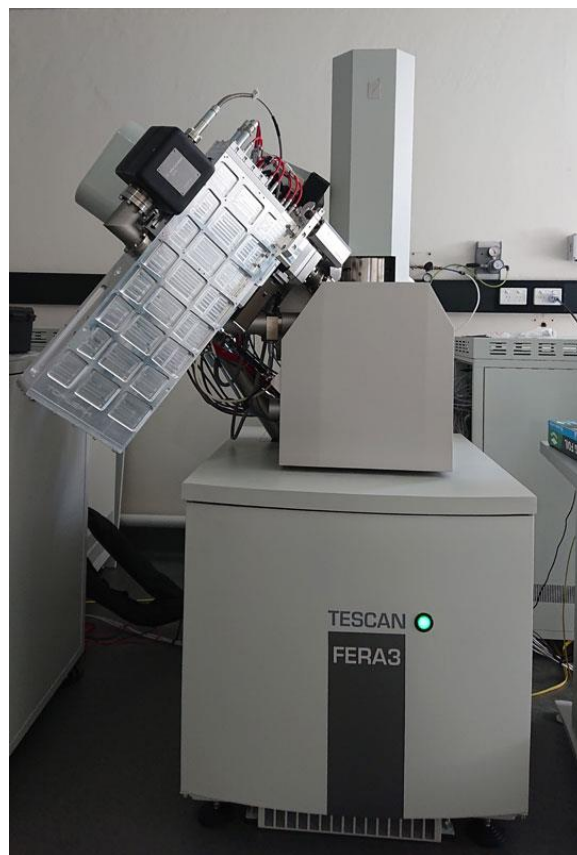
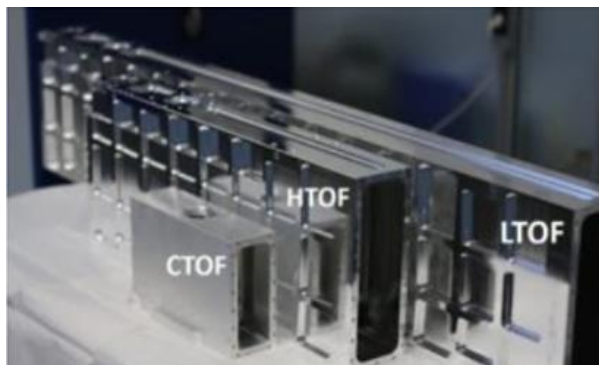


- ++ Détection de toutes les masses en même temps**
- ++ Range d'analyse en masse**
- ++ Résolution en masse**
- Sensibilité
- Gamme dynamique

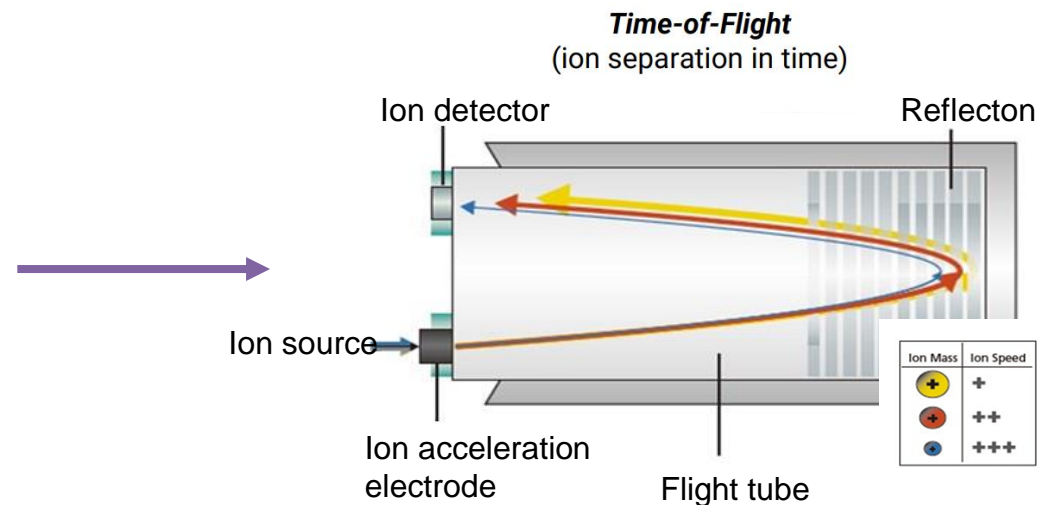
Applications : couplage SIMS/FIB

Types de SIMS

TOF-SIMS : time of flight



@TOFWERK -TESCAN



- ++ Détection de toutes les masses en même temps**
- ++ Range d'analyse en masse**
- ++ Résolution en masse**
- Sensibilité
- Gamme dynamique

@TOFWERK →ORSAY PHYSICS,
TESCAN, Thermo Fisher, Zeiss

Applications : couplage SIMS/FIB

□ Pourquoi choisir SIMS/FIB?

- Analyse de tous les éléments de la table périodique : H compris !

Sample ionization

Periodic Table of the Elements

1 IA H Hydrogen 1.008	2 IIA He Helium 4.003																	18 VIIIA He Helium 4.003
3 IIIB Li Lithium 6.941	4 IIA Be Beryllium 9.012											13 IIIA B Boron 10.811	14 IVA C Carbon 12.011	15 VA N Nitrogen 14.007	16 VIA O Oxygen 15.999	17 VIIA F Fluorine 18.998	18 VIIIA Ne Neon 20.180	
11 IA Na Sodium 22.990	12 IIA Mg Magnesium 24.305											13 IIIA Al Aluminum 26.982	14 IVA Si Silicon 28.086	15 VA P Phosphorus 30.974	16 VIA S Sulfur 32.066	17 VIIA Cl Chlorine 35.453	18 VIIIA Ar Argon 39.948	
19 IA K Potassium 39.098	20 IIA Ca Calcium 40.078	21 IIIB Sc Scandium 44.956	22 IVB Ti Titanium 47.867	23 VB V Vanadium 50.942	24 VIB Cr Chromium 51.996	25 VIIB Mn Manganese 54.938	26 VIIIB Fe Iron 55.845	27 VIIIB Co Cobalt 58.933	28 VIIIB Ni Nickel 58.693	29 IB Cu Copper 63.546	30 IIB Zn Zinc 65.38	31 IIIB Ga Gallium 69.723	32 IIVB Ge Germanium 72.631	33 IVB As Arsenic 74.922	34 VB Se Selenium 78.971	35 VIB Br Bromine 79.904	36 VIIB Kr Krypton 83.798	
37 IA Rb Rubidium 85.468	38 IIA Sr Strontium 87.62	39 IIIB Y Yttrium 88.906	40 IVB Zr Zirconium 91.224	41 VB Nb Niobium 92.906	42 VIB Mo Molybdenum 95.95	43 VIIB Tc Technetium 98.907	44 VIIIB Ru Ruthenium 101.07	45 VIIIB Rh Rhodium 102.906	46 VIIIB Pd Palladium 106.42	47 IB Ag Silver 107.868	48 IIB Cd Cadmium 112.414	49 IIIB In Indium 114.818	50 IIVB Sn Tin 118.710	51 IVB Sb Antimony 121.760	52 VB Te Tellurium 127.603	53 VIB I Iodine 126.905	54 VIIB Xe Xenon 131.294	
55 IA Cs Cesium 132.905	56 IIA Ba Barium 137.328	57-71 Lanthanide Series	72 IVB Hf Hafnium 178.49	73 VB Ta Tantalum 180.948	74 VIB W Tungsten 183.84	75 VIIB Re Rhenium 186.207	76 VIIIB Os Osmium 190.23	77 VIIIB Ir Iridium 192.22	78 VIIIB Pt Platinum 195.085	79 IB Au Gold 196.967	80 IIB Hg Mercury 200.592	81 IIIB Tl Thallium 204.383	82 IIVB Pb Lead 207.2	83 IVB Bi Bismuth 208.980	84 VB Po Polonium [209]	85 VIB At Astatine [209]	86 VIIB Rn Radon 222.018	
87 IA Fr Francium 223.020	88 IIA Ra Radium 226.025	89-103 Actinide Series	104 IVB Rf Rutherfordium [261]	105 VB Db Dubnium [262]	106 VIB Sg Seaborgium [266]	107 VIIB Bh Bohrium [264]	108 VIIIB Hs Hassium [269]	109 VIIIB Mt Meitnerium [276]	110 VIIIB Ds Darmstadtium [281]	111 IB Rg Roentgenium [289]	112 IIB Cn Copernicium [285]	113 IIIB Nh Nihonium [286]	114 IIVB Fl Flerovium [289]	115 IVB Mc Moscovium [289]	116 VB Lv Livermorium [293]	117 VIB Ts Tennessine [294]	118 VIIB Og Oganesson [294]	
Lanthanide Series																		
57 La Lanthanum 138.905	58 Ce Cerium 140.116	59 Pr Praseodymium 140.908	60 Nd Neodymium 144.243	61 Pm Promethium 144.913	62 Sm Samarium 150.36	63 Eu Europium 151.964	64 Gd Gadolinium 157.25	65 Tb Terbium 158.925	66 Dy Dysprosium 162.500	67 Ho Holmium 164.930	68 Er Erbium 167.259	69 Tm Thulium 168.934	70 Yb Ytterbium 173.055	71 Lu Lutetium 174.967				
Actinide Series																		
89 Ac Actinium 227.028	90 Th Thorium 232.038	91 Pa Protactinium 231.036	92 U Uranium 238.029	93 Np Neptunium 237.048	94 Pu Plutonium 244.064	95 Am Americium 243.061	96 Cm Curium 247.070	97 Bk Berkelium 247.070	98 Cf Californium 251.080	99 Es Einsteinium [254]	100 Fm Fermium 257.095	101 Md Mendelevium 258.1	102 No Nobelium 259.101	103 Lr Lawrencium [262]				

Elements on Si matrix

- Positive secondary ions
- Negative secondary ions

□ Pourquoi choisir SIMS/FIB?

- Analyse de tous les éléments de la table périodique : H compris !

Sample ionization

Periodic Table of the Elements

1 IA H Hydrogen 1.008	2 IIA Li Lithium 6.941	3 IIIB Na Sodium 22.990	4 IIA Be Beryllium 9.012	5 IIIB Mg Magnesium 24.305	6 IVB Sc Scandium 44.956	7 VB Ti Titanium 47.867	8 VIB V Vanadium 50.942	9 VIIB Cr Chromium 51.996	10 VIIIB Mn Manganese 54.938	11 VIIIB Fe Iron 55.845	12 VIIIB Co Cobalt 58.933	13 VIIIB Ni Nickel 58.693	14 VIIIB Cu Copper 63.546	15 VIIIB Zn Zinc 65.38	16 VIIIB Ga Gallium 69.723	17 VIIIB Al Aluminum 26.982	18 VIIIB Si Silicon 28.086	19 VIIIB P Phosphorus 30.974	20 VIIIB S Sulfur 32.066	21 VIIIB Cl Chlorine 35.453	22 VIIIB Ar Argon 39.948	23 VIIIB K Potassium 39.098	24 VIIIB Ca Calcium 40.078	25 VIIIB Sc Scandium 44.956	26 VIIIB Ti Titanium 47.867	27 VIIIB V Vanadium 50.942	28 VIIIB Cr Chromium 51.996	29 VIIIB Mn Manganese 54.938	30 VIIIB Fe Iron 55.845	31 VIIIB Co Cobalt 58.933	32 VIIIB Ni Nickel 58.693	33 VIIIB Cu Copper 63.546	34 VIIIB Zn Zinc 65.38	35 VIIIB Ga Gallium 69.723	36 VIIIB Ge Germanium 72.631	37 VIIIB As Arsenic 74.922	38 VIIIB Se Selenium 78.971	39 VIIIB Br Bromine 79.904	40 VIIIB Kr Krypton 83.798	41 VIIIB Rb Rubidium 85.468	42 VIIIB Sr Strontium 87.62	43 VIIIB Y Yttrium 88.906	44 VIIIB Zr Zirconium 91.224	45 VIIIB Nb Niobium 92.906	46 VIIIB Mo Molybdenum 95.95	47 VIIIB Tc Technetium 98.907	48 VIIIB Ru Ruthenium 101.07	49 VIIIB Rh Rhodium 102.906	50 VIIIB Pd Palladium 106.42	51 VIIIB Ag Silver 107.868	52 VIIIB Cd Cadmium 112.414	53 VIIIB In Indium 114.818	54 VIIIB Sn Tin 118.710	55 VIIIB Sb Antimony 121.760	56 VIIIB Te Tellurium 127.603	57 VIIIB I Iodine 126.905	58 VIIIB Xe Xenon 131.294	59 VIIIB Cs Cesium 132.905	60 VIIIB Ba Barium 137.328	61 VIIIB Hf Hafnium 178.49	62 VIIIB Ta Tantalum 180.948	63 VIIIB W Tungsten 183.84	64 VIIIB Re Rhenium 186.207	65 VIIIB Os Osmium 190.23	66 VIIIB Ir Iridium 192.22	67 VIIIB Pt Platinum 195.085	68 VIIIB Au Gold 196.967	69 VIIIB Hg Mercury 200.592	70 VIIIB Tl Thallium 204.383	71 VIIIB Pb Lead 207.2	72 VIIIB Bi Bismuth 208.980	73 VIIIB Po Polonium [209]	74 VIIIB At Astatine [210]	75 VIIIB Rn Radon [222]	76 VIIIB Fr Francium [223]	77 VIIIB Ra Radium [226]	78-103 VIIIB Rf Rutherfordium [261]	79 VIIIB Db Dubnium [262]	80 VIIIB Sg Seaborgium [266]	81 VIIIB Bh Bohrium [264]	82 VIIIB Hs Hassium [269]	83 VIIIB Mt Meitnerium [276]	84 VIIIB Ds Darmstadtium [281]	85 VIIIB Rg Roentgenium [289]	86 VIIIB Cn Copernicium [285]	87 VIIIB Nh Nihonium [286]	88 VIIIB Fl Flerovium [289]	89 VIIIB Mc Moscovium [289]	90 VIIIB Lv Livermorium [293]	91 VIIIB Ts Tennessine [294]	92 VIIIB Og Oganesson [294]
-----------------------------------	------------------------------------	-------------------------------------	--------------------------------------	--	--------------------------------------	-------------------------------------	-------------------------------------	---------------------------------------	--	-------------------------------------	---------------------------------------	---------------------------------------	---------------------------------------	------------------------------------	--	---	--	--	--------------------------------------	---	--------------------------------------	---	--	---	---	--	---	--	-------------------------------------	---------------------------------------	---------------------------------------	---------------------------------------	------------------------------------	--	--	--	---	--	--	---	---	---------------------------------------	--	--	--	---	--	---	--	--	---	--	-------------------------------------	--	---	---------------------------------------	---------------------------------------	--	--	--	--	--	---	---------------------------------------	--	--	--------------------------------------	---	--	------------------------------------	---	--	--	-------------------------------------	--	--------------------------------------	---	---------------------------------------	--	---------------------------------------	---------------------------------------	--	--	---	---	--	---	---	---	--	---

Lanthanide Series: La, Ce, Pr, Nd, Pm, Sm, Eu, Gd, Tb, Dy, Ho, Er, Tm, Yb, Lu

Actinide Series: Ac, Th, Pa, U, Np, Pu, Am, Cm, Bk, Cf, Es, Fm, Md, No, Lr

Elements on Si matrix

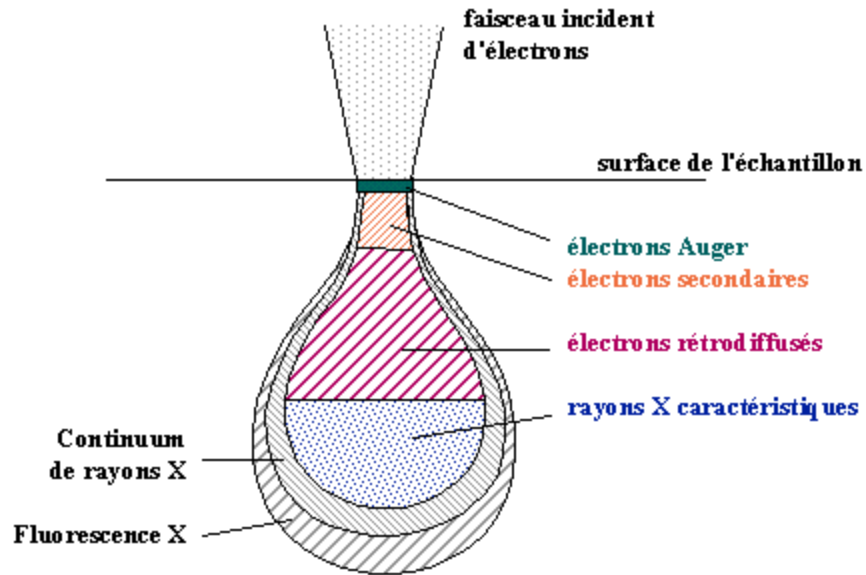
- Positive secondary ions
- Negative secondary ions

R.G. Wilson, *Int. J. Mass Spectrometry. Ion Proc.*, 143, 43, 1995

- Limites de détection : ppb (SIMS dédié) ppm (couplage FIB/SIMS)

□ Pourquoi choisir SIMS/FIB?

- Résolution en profondeur < 10 nm



Faisceau incident d'ions



SIMS: analyse de la matière pulvérisée →
résolution en profondeur nanométrique

MEB: Poire d'interaction avec un faisceau
d'électrons

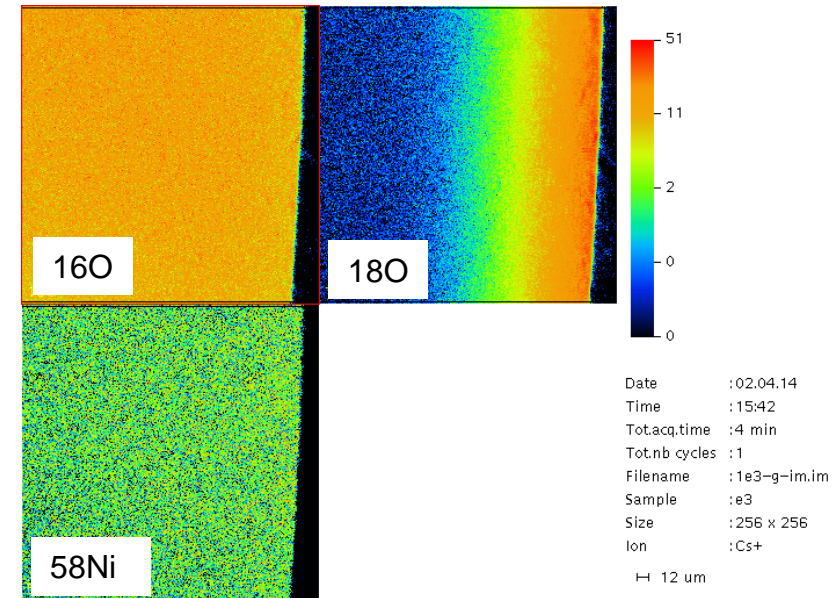
Applications : couplage SIMS/FIB

□ Pourquoi choisir SIMS/FIB?

- On peut distinguer les isotopes

Isotope	Abondance(pourcentage molaire)
^{16}O	99,759 %
^{17}O	0,037 %
^{18}O	0,024 %

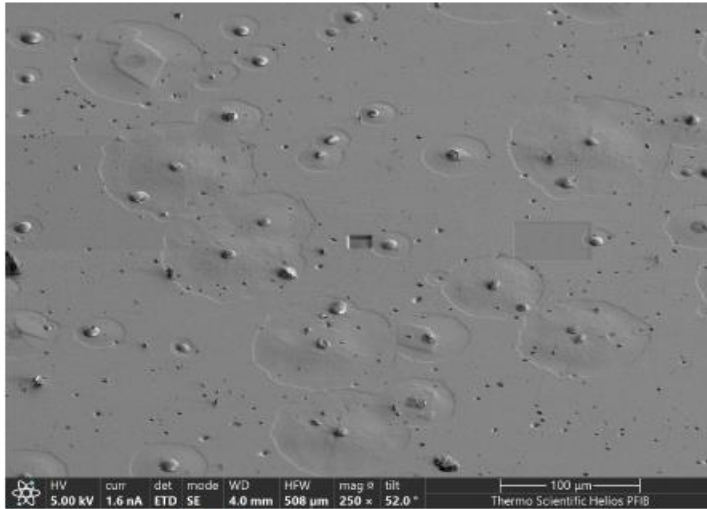
TT en présence de ^{18}O → études de diffusion dans un oxyde



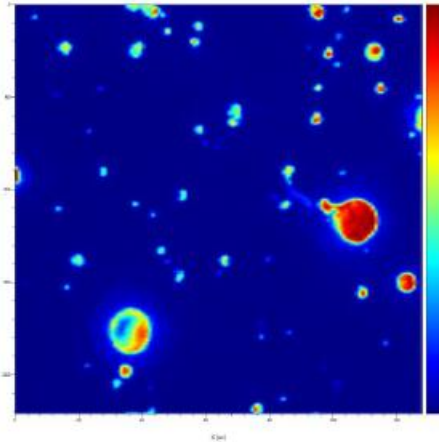
J. M. Bassat (ICMCB)
SIMS IMS4FE6 @CAMECA

□ Couplage SIMS/FIB : quelques exemples

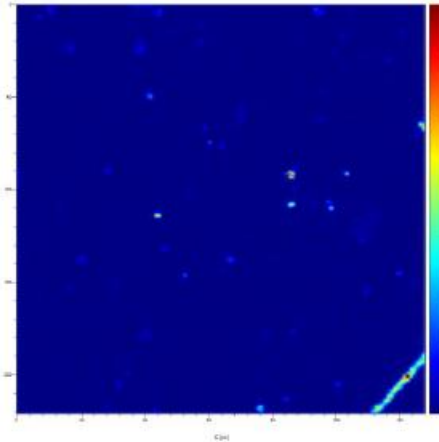
- Cartographie élémentaire de surface



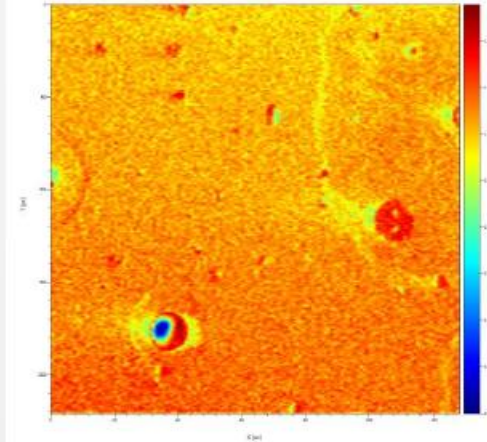
SEM overview



${}^7\text{Li}^+$



${}^{27}\text{Al}^+$

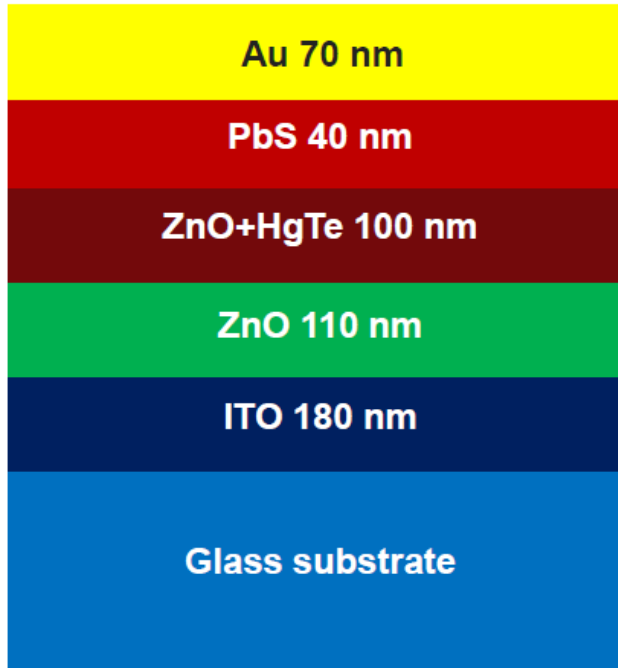


${}^{115}\text{In}^+$

Applications : couplage SIMS/FIB

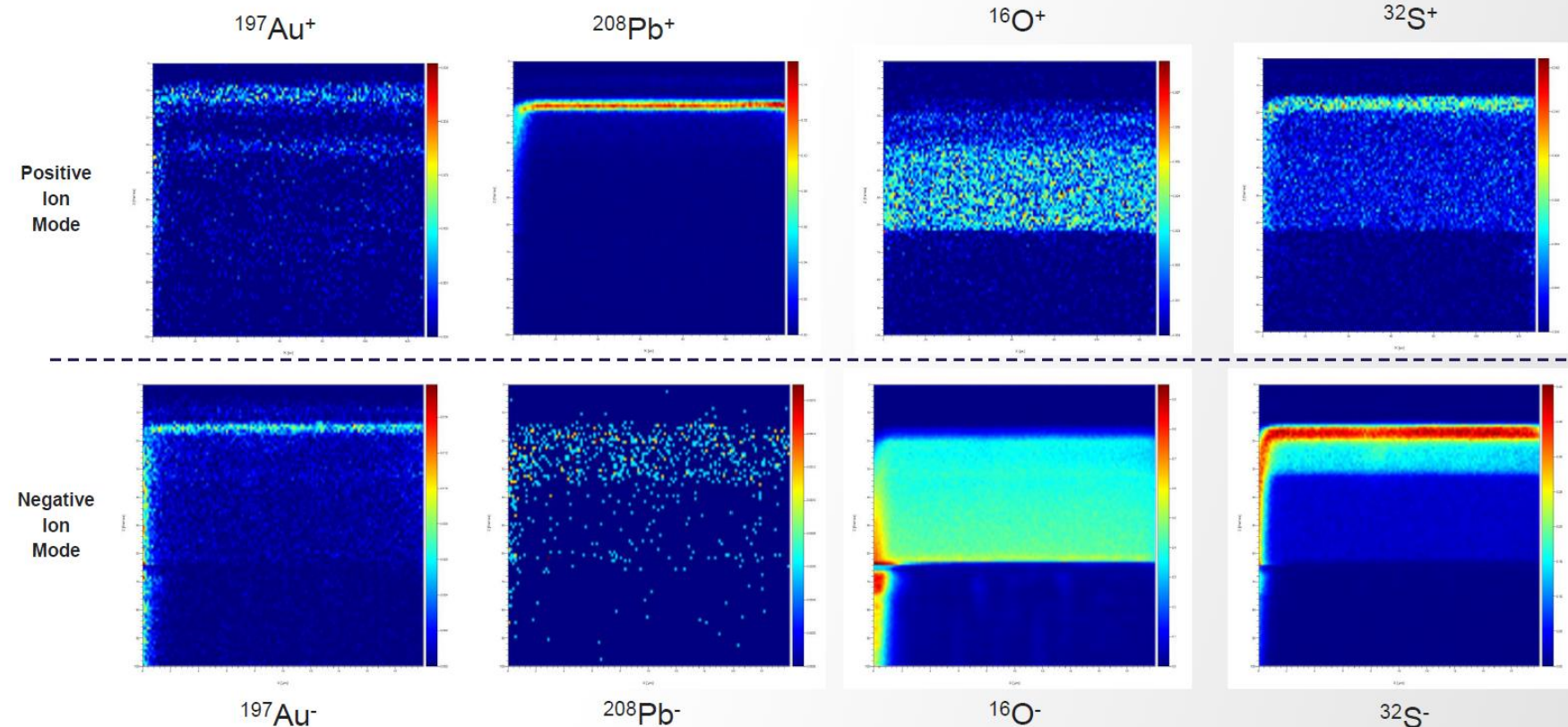
□ Couplage SIMS/FIB : quelques exemples

- Distribution des elements : **Top down**



Sample 2 LED direct comparison between positive and negative ion mode

ThermoFisher
SCIENTIFIC

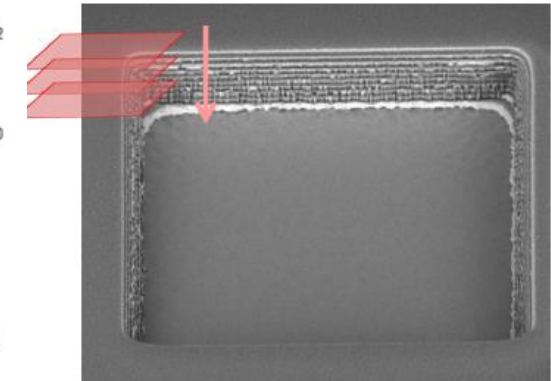
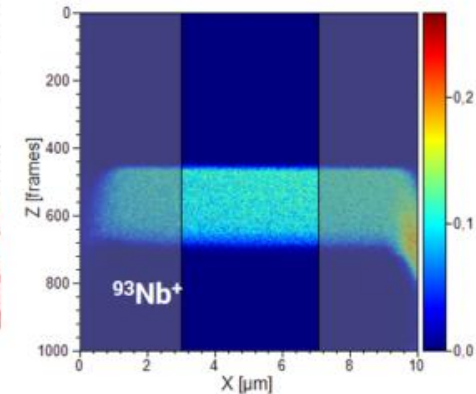
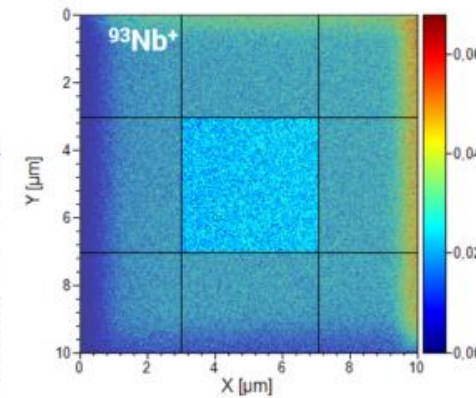
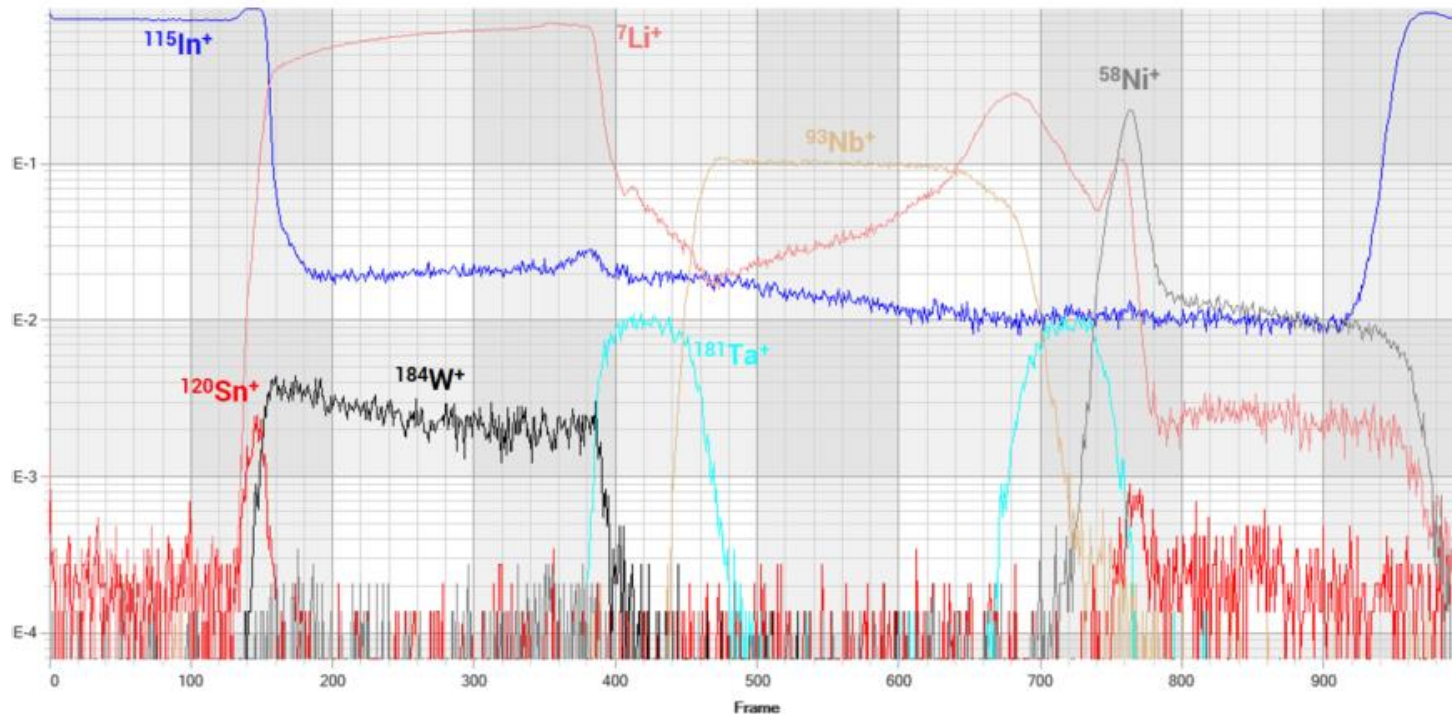


Important : définir la priorité de l'analyses !!

Applications : couplage SIMS/FIB

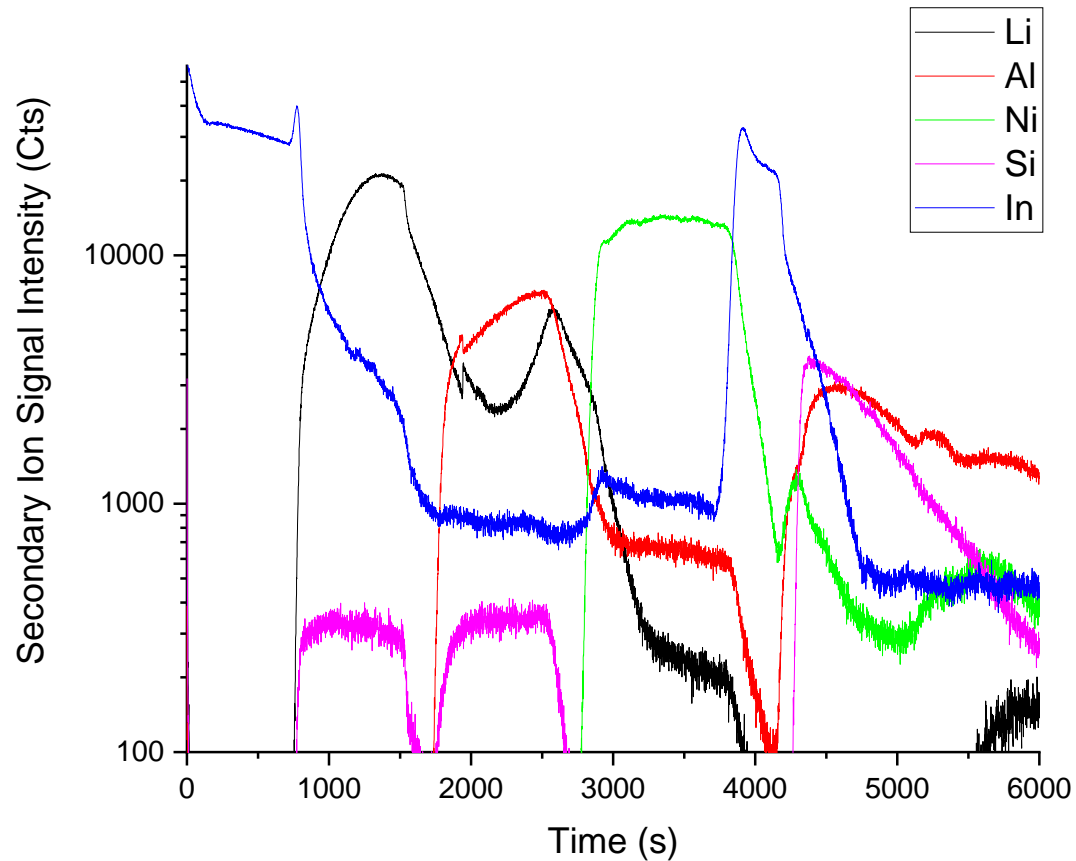
□ Couplage SIMS/FIB : quelques exemples

- Distribution des éléments : **Top down** → profils en profondeur



□ Couplage SIMS/FIB : quelques exemples

SIMS depth profiling



Polarity : positive

Sample : + 500 (impact energy 4.5 keV)

Acceleration : 3 keV

Masses analyzed : ${}^7\text{Li}$, ${}^{27}\text{Al}$, ${}^{28}\text{Si}$, ${}^{60}\text{Ni}$, ${}^{115}\text{In}$

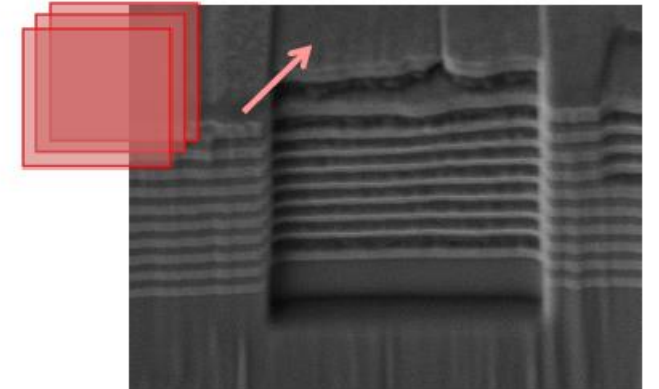
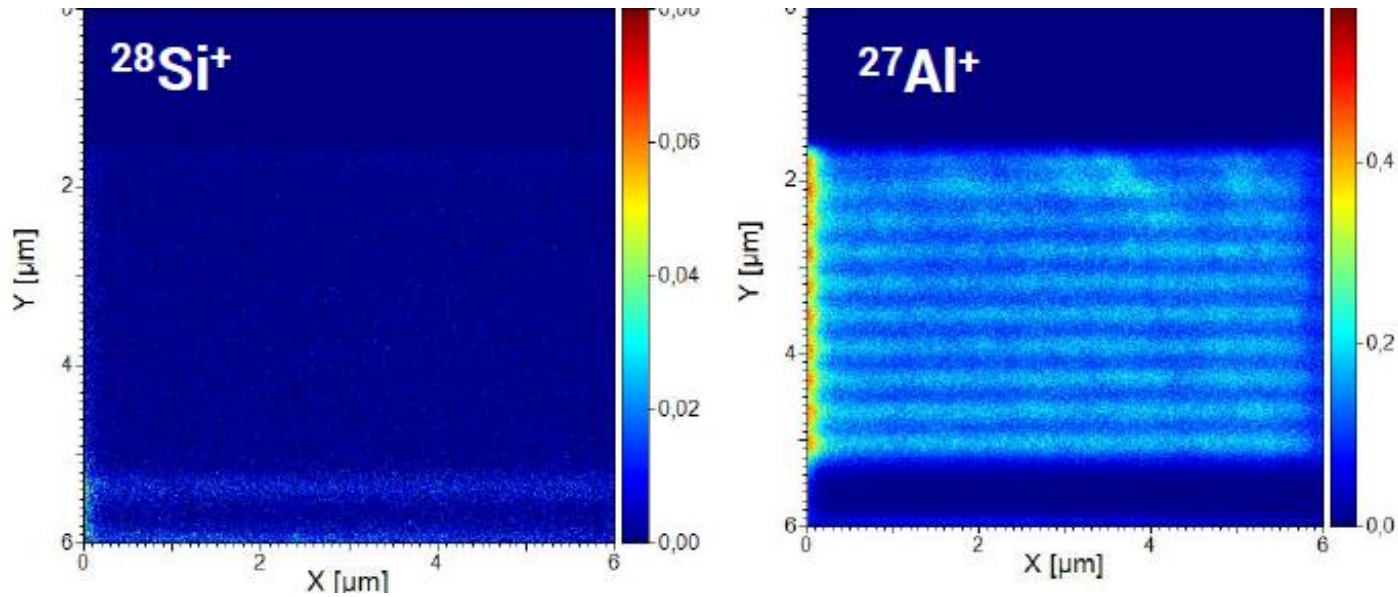
Raster : $6 \times 6 \mu\text{m}^2$

Area analyzed : $3.6 \times 3.6 \mu\text{m}^2$ (60%)

Applications : couplage SIMS/FIB

□ Couplage SIMS/FIB : quelques exemples

- Distribution des éléments: cross sections





**Merci pour votre
attention**

