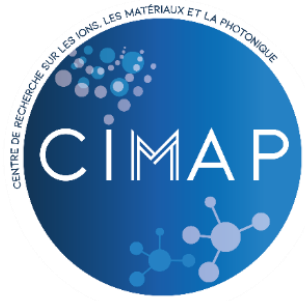




UNIVERSITÉ
CAEN
NORMANDIE



La Nanospace ou le défi du développement d'un TOF-SIMS sur une plateforme UHV FIB/SEM



RÉGION
NORMANDIE



UNION EUROPÉENNE

Fonds européen
de développement régional



MINISTÈRE
DE L'ENSEIGNEMENT
SUPÉRIEUR,
DE LA RECHERCHE
ET DE L'INNOVATION

*Liberté
Égalité
Fraternité*

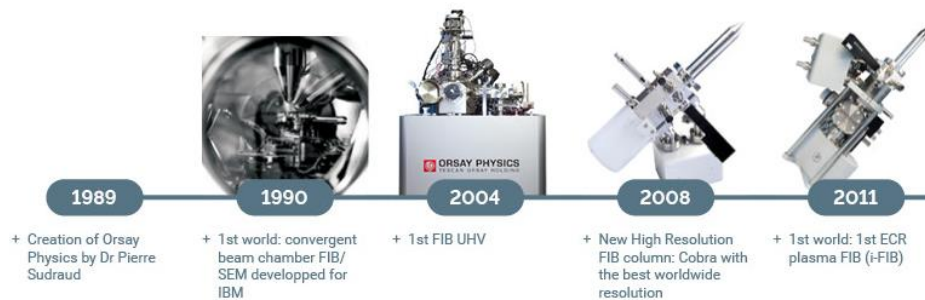
- Pôle de croissance sur le site de l'ENSICAEN
 - Couches minces dopées ou non (relation microstructure/propriétés optiques-électriques)
 - Hétéro-structures (interface)
 - Nanostructures (composition, distribution)
 - Pôle d'irradiation aux ions lourds GANIL
 - Effet d'irradiations (diffusion et autodiffusion sous irradiation, étude du vieillissement des matériaux du nucléaire)
 - Implantation (dopant/profil d'implantation en profondeur)
 - Pôle matériaux sur le site de l'ENSICAEN
 - Matériaux massifs (Effets des joints de grains, profil de composition localisé)
- => Besoin d'un outil couplant l'observation et l'analyse élémentaire à des échelles nanométriques sur tout type de matériaux.

Orsay Physics en quelques chiffres



- > 30 ans de succès dans la conception et la fabrication de FIB et SEM pour de nombreuses applications
- Environ 30% des colonnes FIB installées sur des dual beam ont été fabriquées par Orsay Physics
- Capacité de production > 100 FIB/an
- 4 000 m² de bâtiments
- Forte collaboration avec la communauté scientifique
- 15-20% du CA investi dans la R&D

Orsay Physics : historique



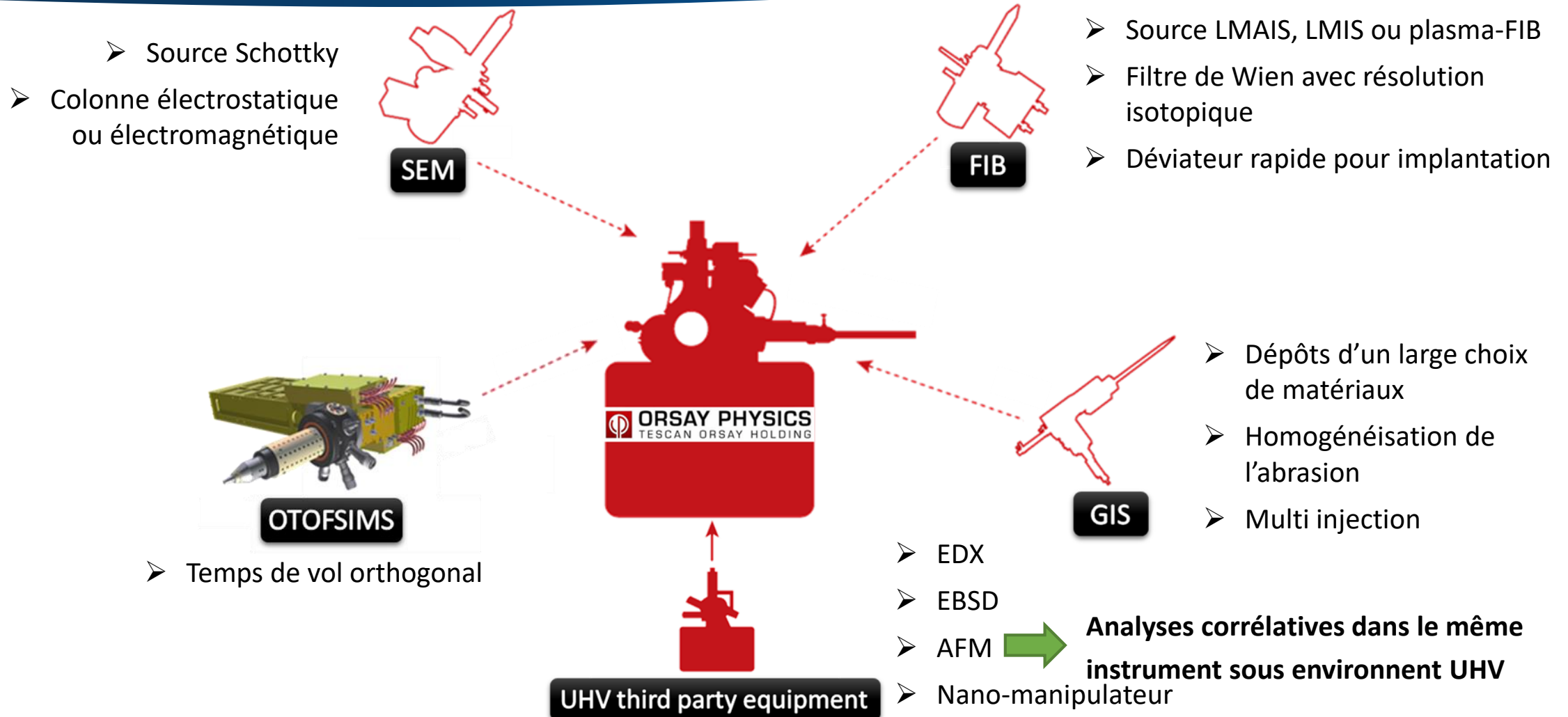
2013



Orsay Physics : localisation



NanoSpace : plateforme UHV modulaire



Nanospace : Configuration NanoCaen

Mira UHV

- Source Schottky
- Colonne électromagnétique
 - Résolution : 1.5 nm
 - Energie : 0.5 – 30 keV



SEM



FIB

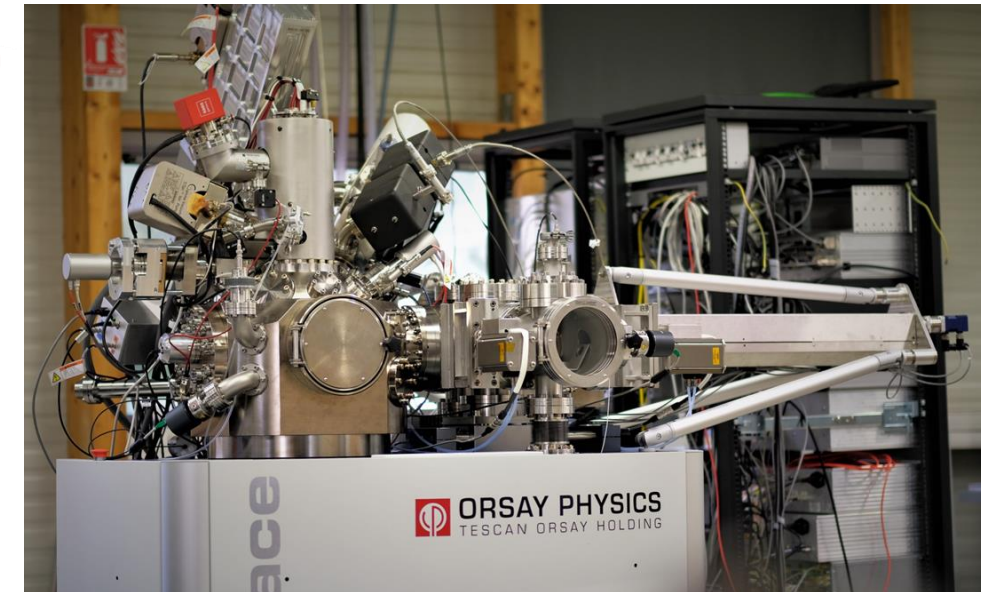
iFIB UHV

- Source plasma Xe
- Résolution : 12 nm
- Energie : 3 – 30 keV
- Courant de sonde max : 3 μ A

ExOTOF + HTOF

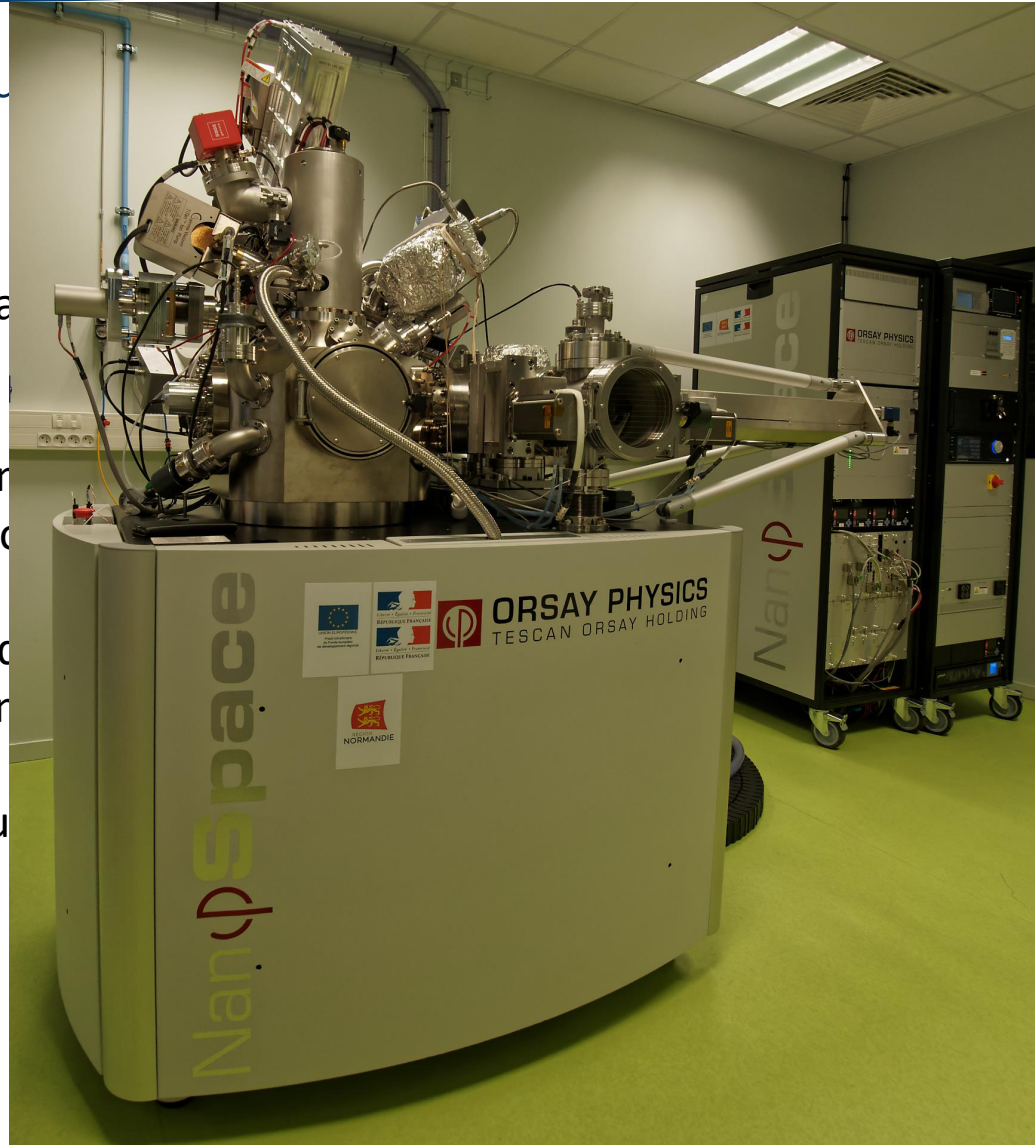


OTOFSIMS

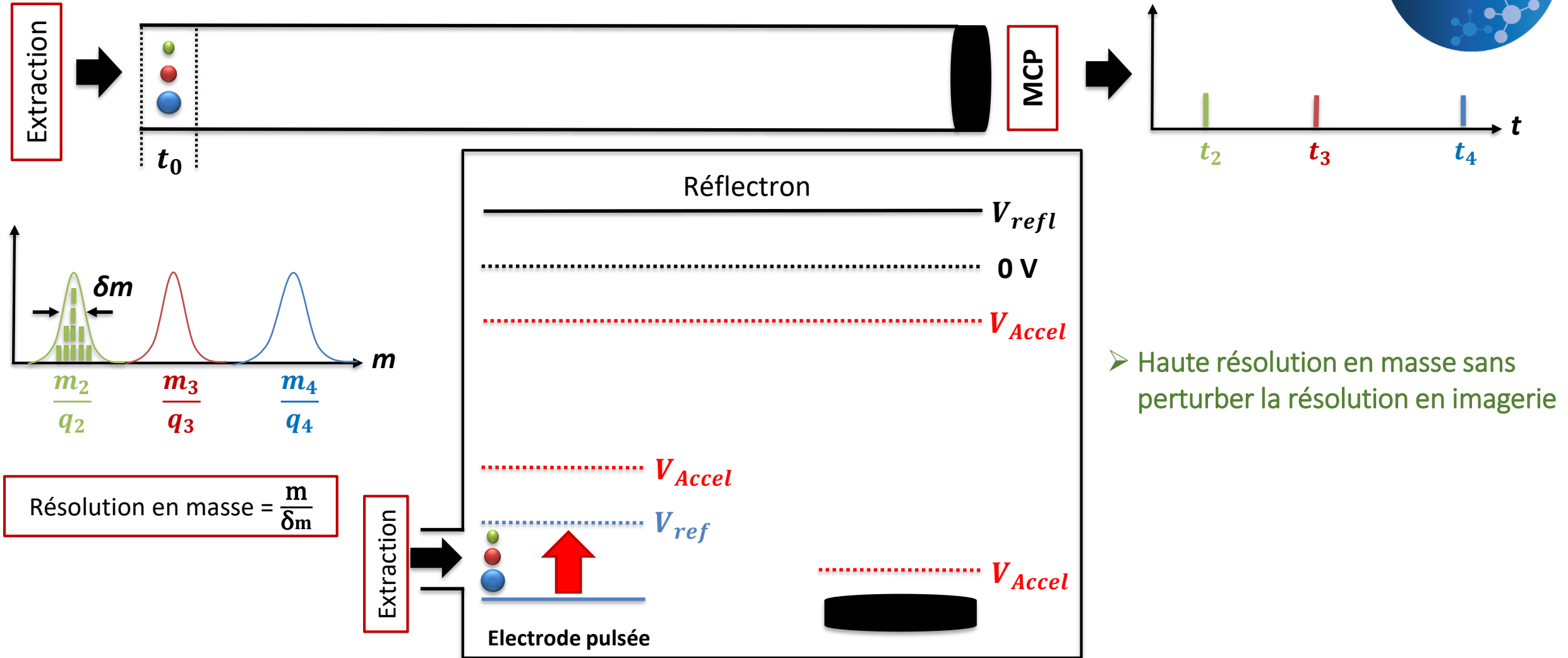


La nanospace

- 3 outils de caractérisation en u
- MEB : Microscopie Électronique à Balayage avec une résolution inférieure à 4 nm
- FIB : Focus Ion Beam – Gravure plasma avec un faisceau de Xenon avec une résolution
- TOF-SIMS : Spectromètre de masse à temps de vol avec une résolution en masse de 4500 sur le ^{28}Si et une résolution en imagerie inférieure à 60 nm sur une surface en masse de 0 à 500u.



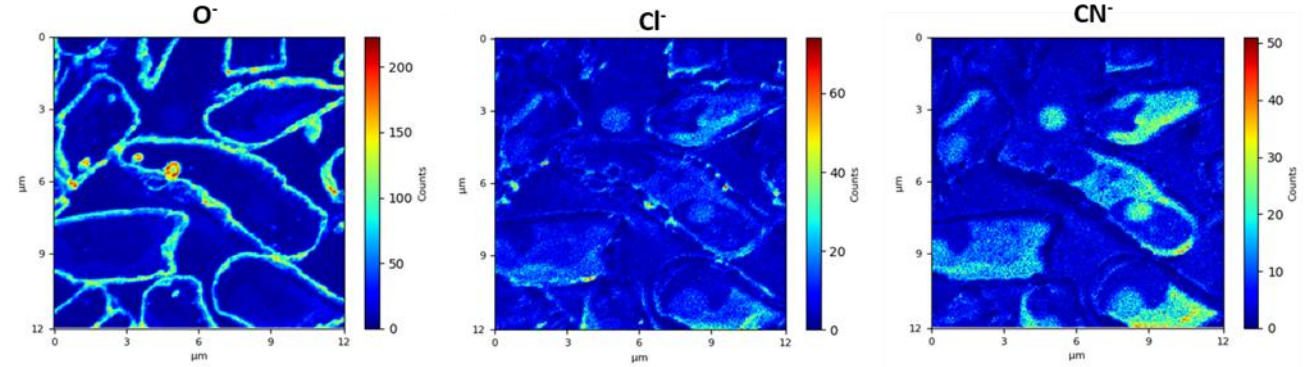
Spectrométrie de masse par temps de vol



Techniques d'analyses SIMS

➤ Imagerie SIMS 2D

- ❑ Un balayage FIB
- ❑ 30 keV d'énergie d'ions primaires
- ❑ <10pA de courant de sonde

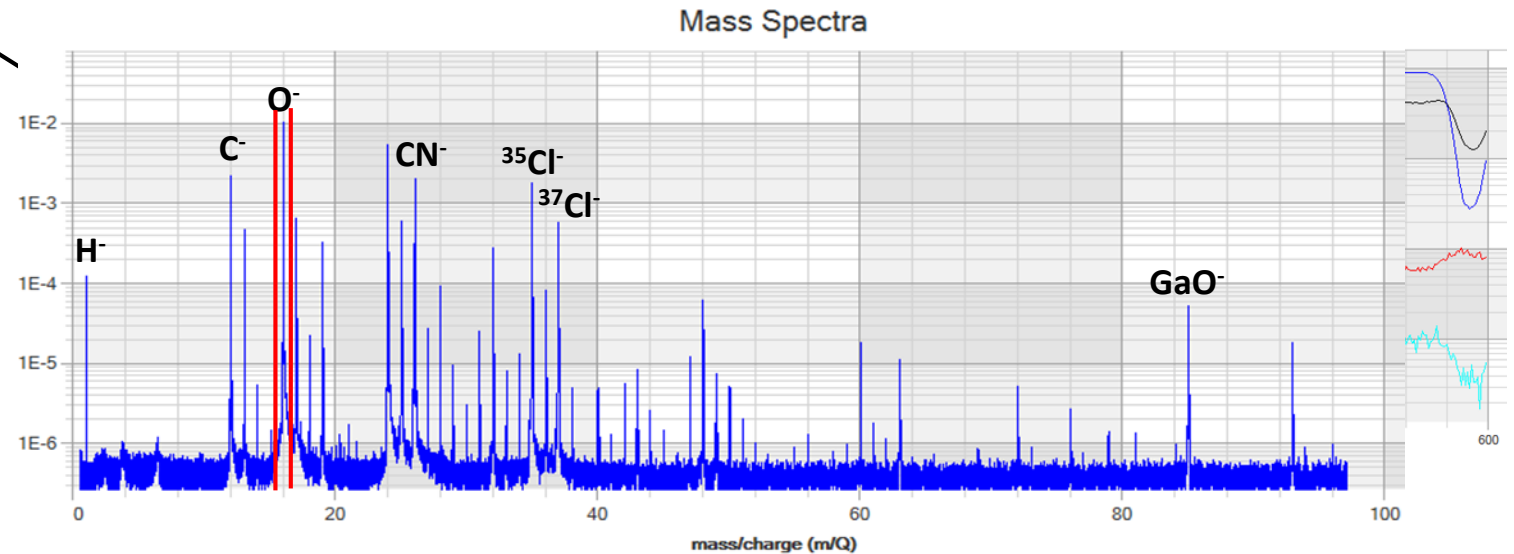


➤ Profilage SIMS en profondeur

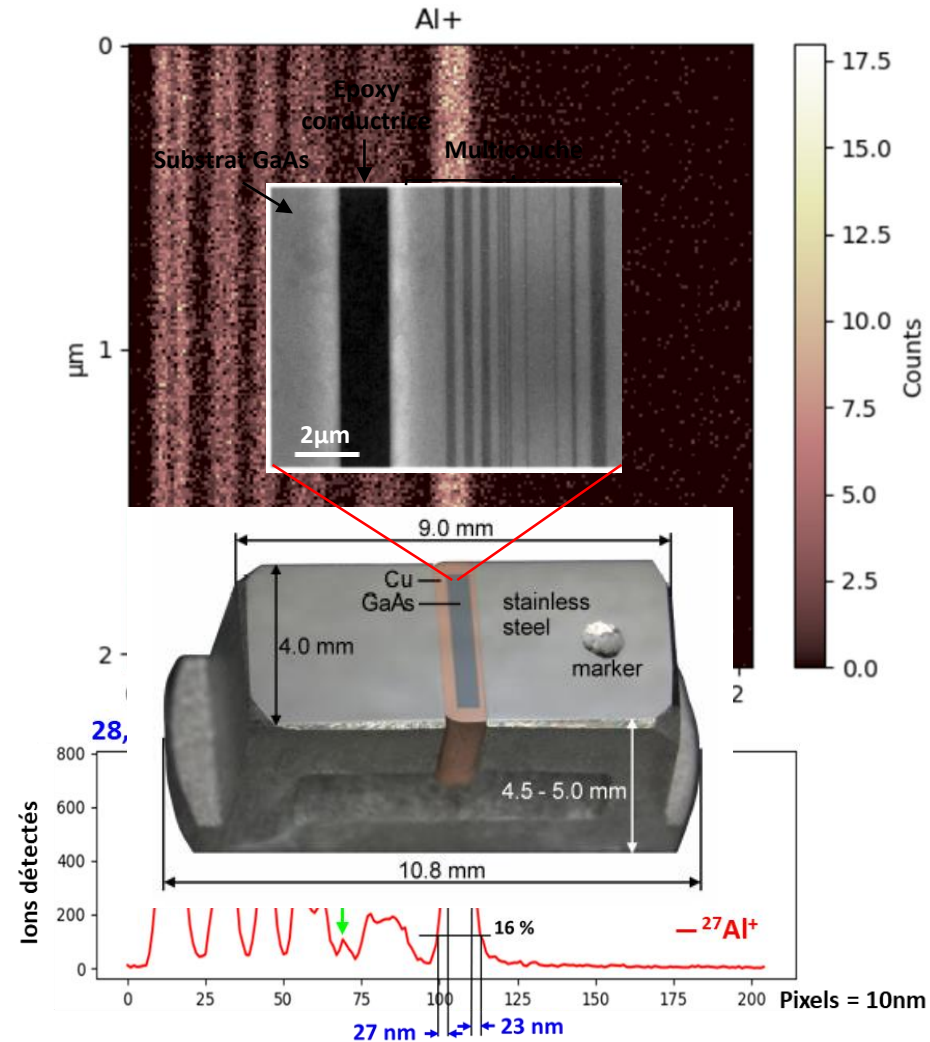
- ❑ Plusieurs balayages FIB
- ❑ 3 à 4 keV d'énergie d'ions primaires
- ❑ 10 à 500pA de courant de sonde

➤ Imagerie SIMS 3D

- ❑ Plusieurs balayages FIB
- ❑ 30 keV d'énergie d'ions primaires
- ❑ <10pA de courant de sonde



Résolution latérale



➤ Résolution latérale :

- OTOF-SIMS Orsay Physics < 30 nm
- NanoSIMS < 50 nm
- IONTOF M6 < 50 nm
- Sect. Mag./GFIS Ne (Orion) $\approx 15 \text{ nm}^*$
- SIMS:ZERO $\approx 12 \text{ nm}^{**}$

* Klingner et al. *Ultramicroscopy* **198**, 10–17 (2019).

** Microscopy & Microanalysis 2021

Quid de la réalité ?

Observation : MEB

- 3 outils de caractérisation en un seul appareil
 - Un outil d'observation de surface avec une résolution d'une dizaine de nanomètres

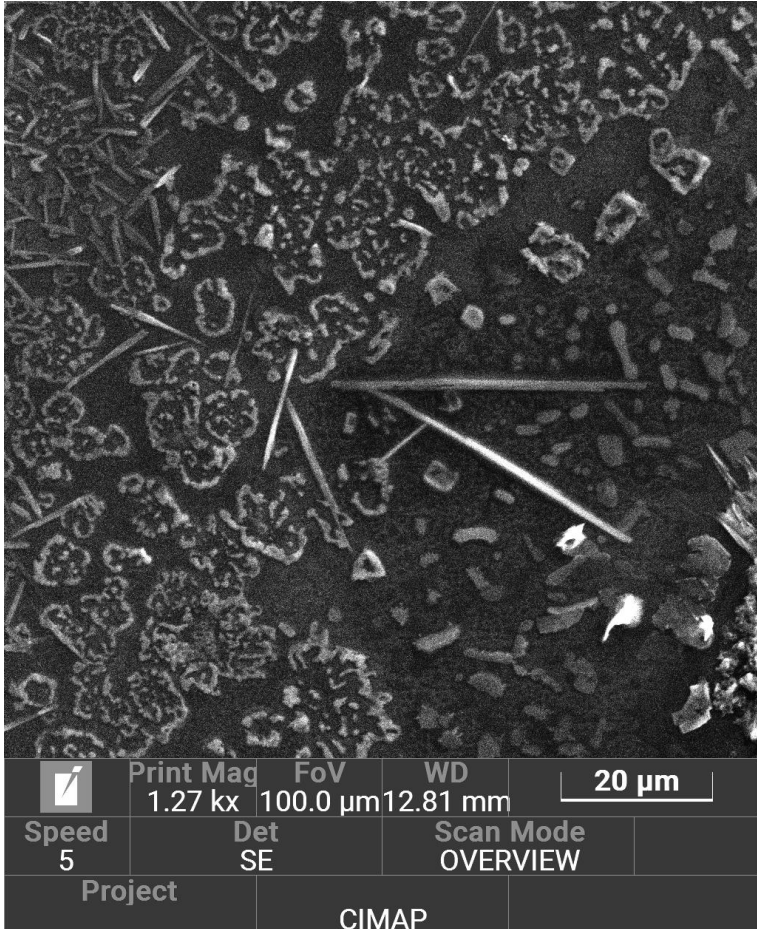
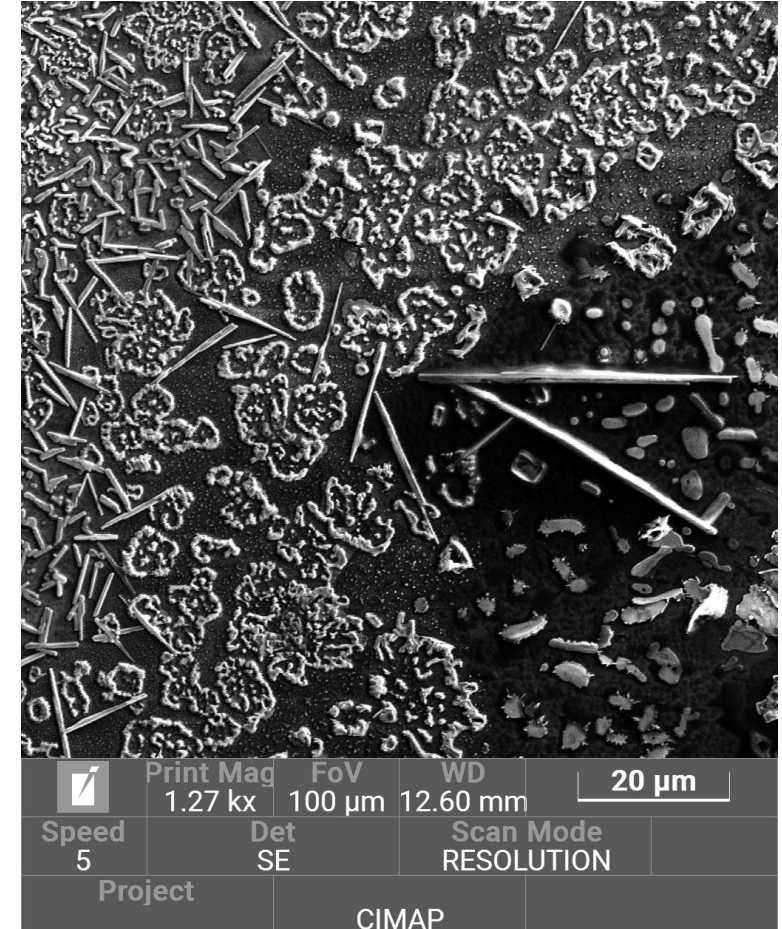
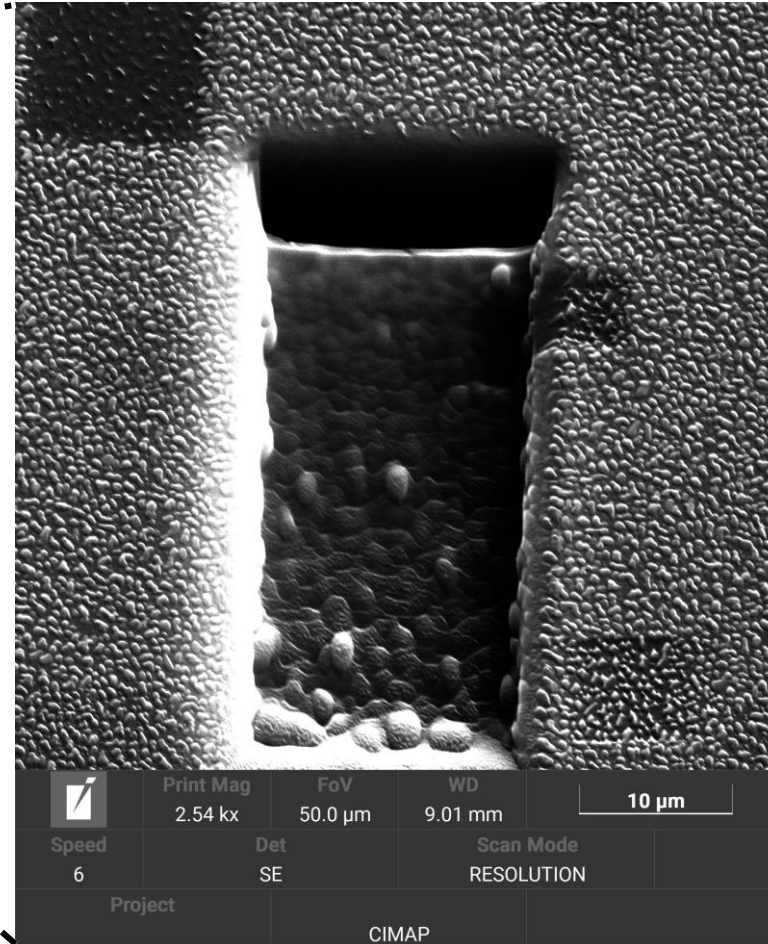
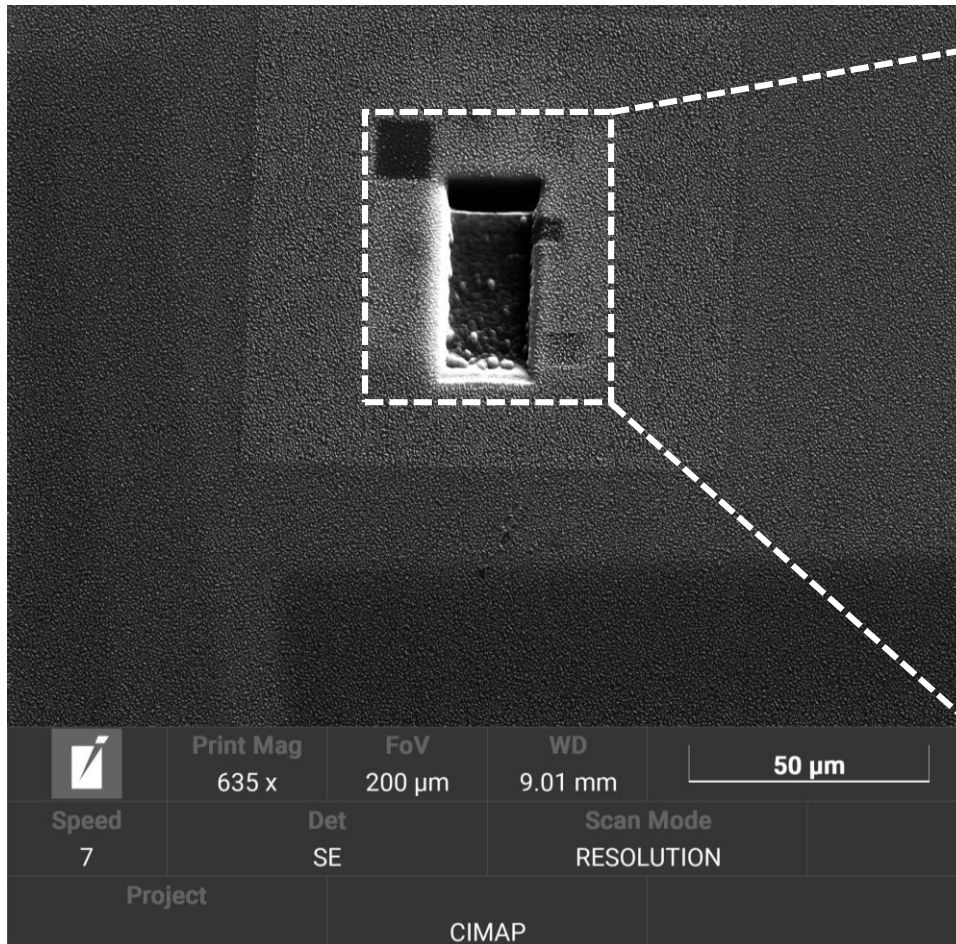


Image à 5 keV



Gravure matériaux inorganiques : FIB

- 3 outils de caractérisation en un seul appareil
 - Un outil de gravure (FIB) avec une source plasma Xe

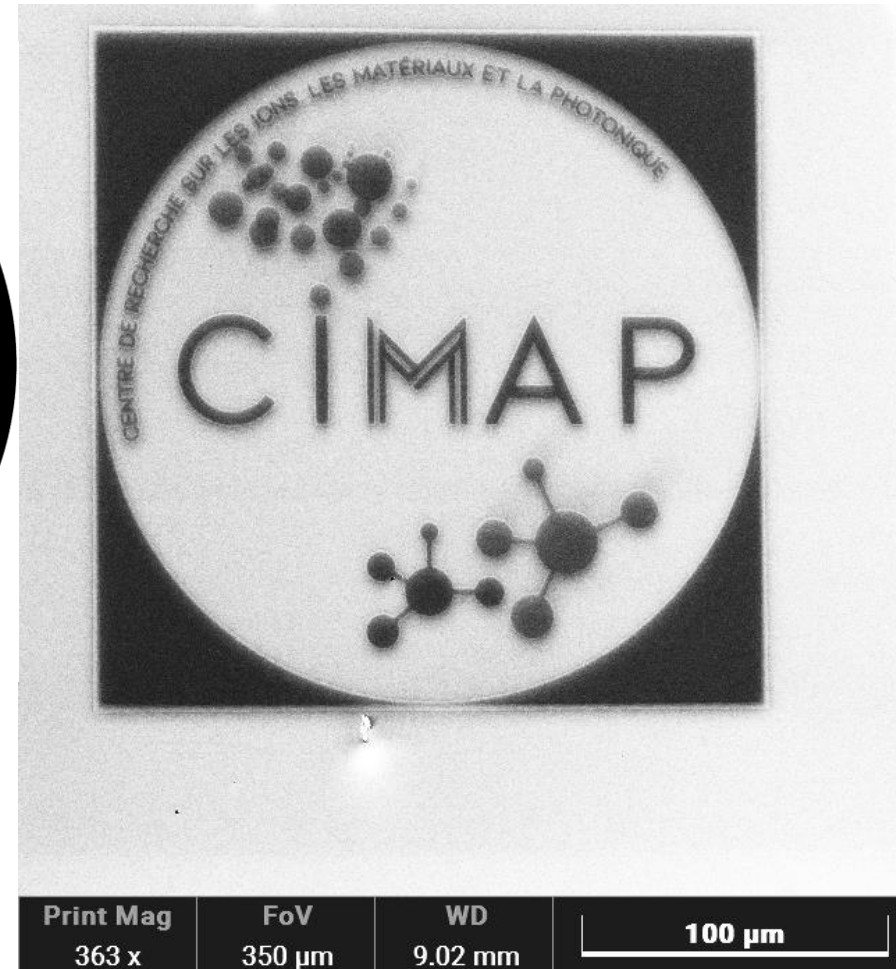


- . Pour des analyses chimiques
- . Pour des observations d'interfaces
-

Gravure matériaux inorganiques : FIB

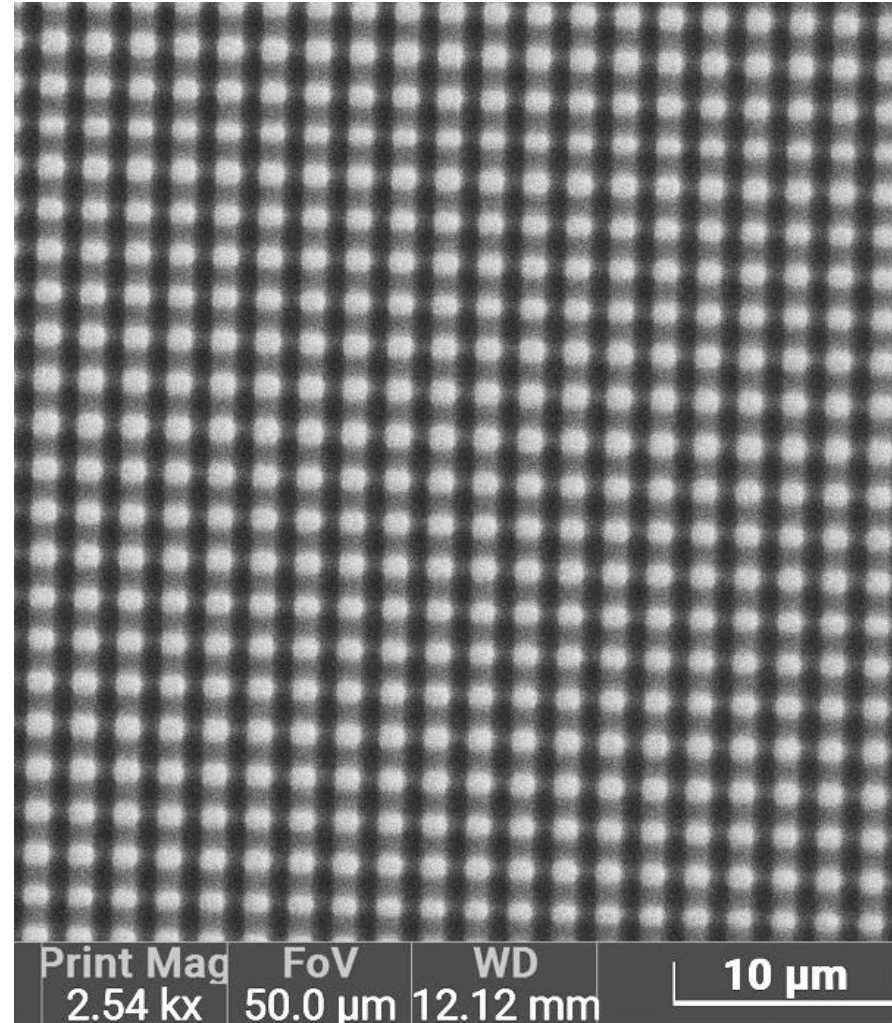
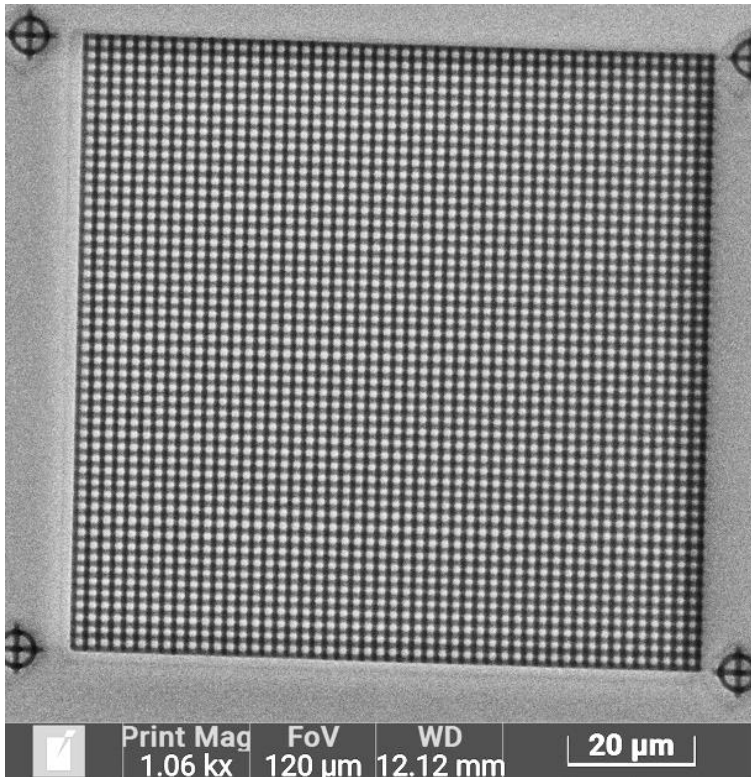


- 3 outils de caractérisation en un seul appareil
 - Un outil de gravure (FIB) avec une source plasma Xe
- Possibilité de gravures de structures préalablement dessinées via un logiciel
- Offre de réelles opportunités de gravure de structures spécifiques pour des applications dédiées à la recherche ou l'industrie.



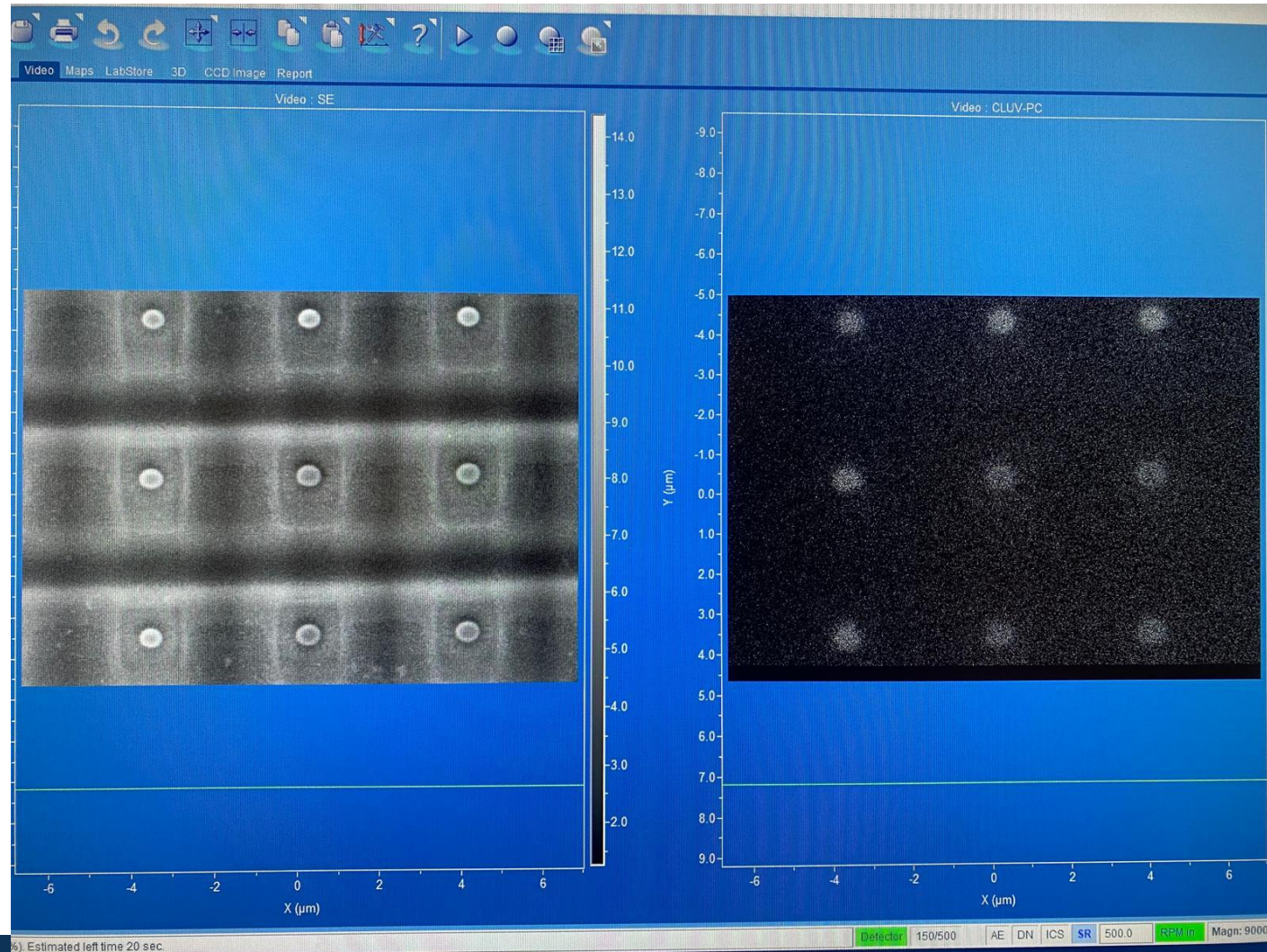
Gravure matériaux inorganiques : FIB

- Réseau $2 \times 2 \mu\text{m}^2$ sur $100 \times 100 \mu\text{m}^2$. Prof $5 \mu\text{m}$.
30ke V – 1nA – Spot size 50 nm, Exp Pitch 50 nm.
Profondeur ligne : $5 \mu\text{m}$
Temps : 69'.



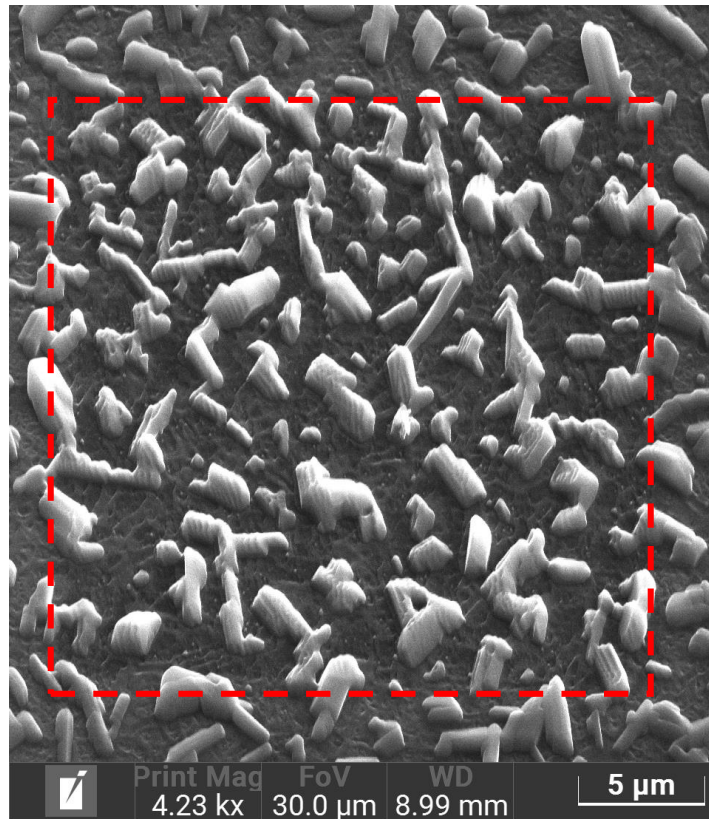
Gravure matériaux inorganiques : FIB

- Fine couche de perovskite (14nm)/FIB/Recuit.....

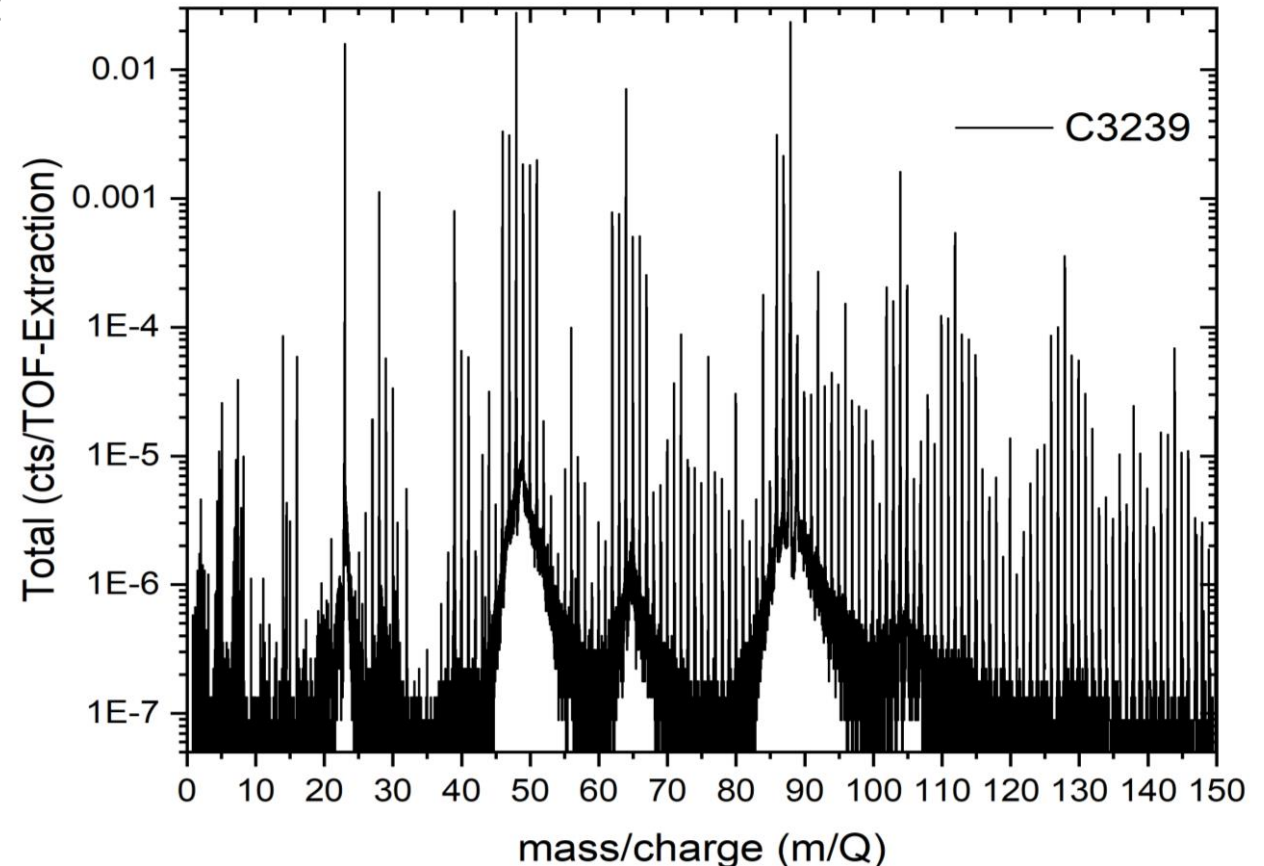


Analyse matériaux inorganiques : TOF-SIMS

- 3 outils de caractérisation en un seul appareil
 - Un outil d'analyse élémentaire (TOF-SIMS)

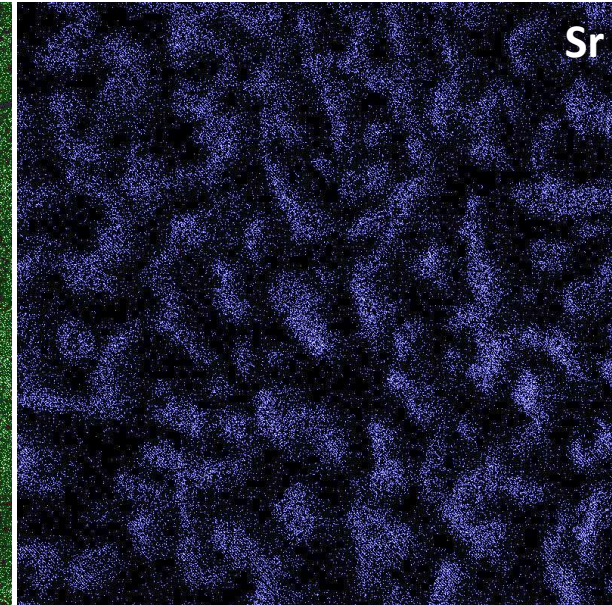
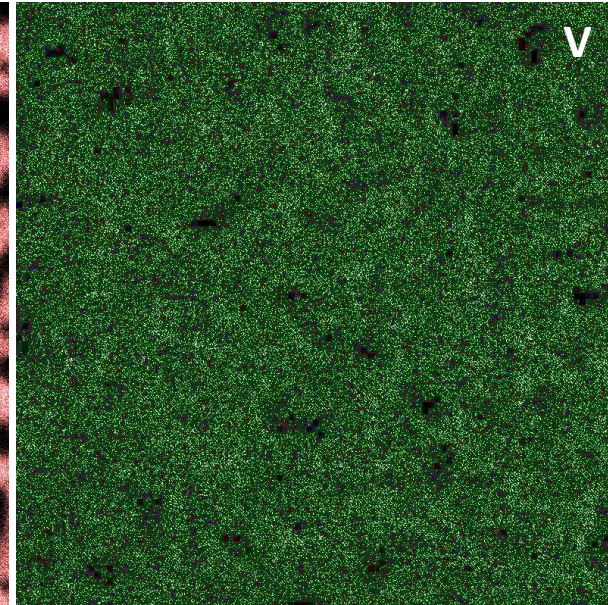
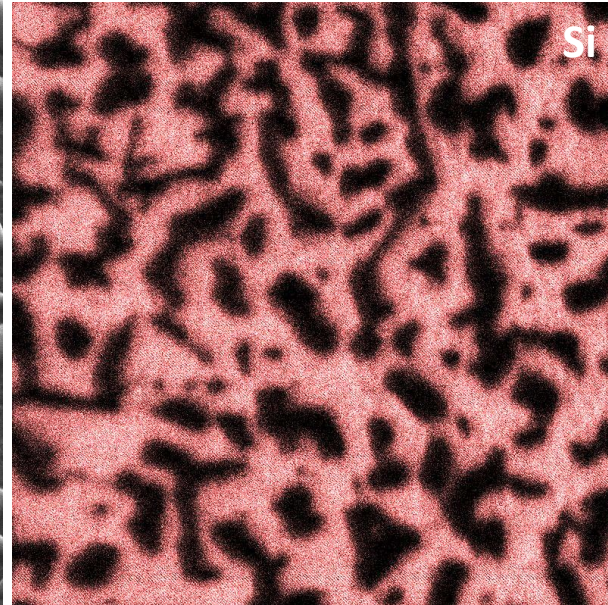
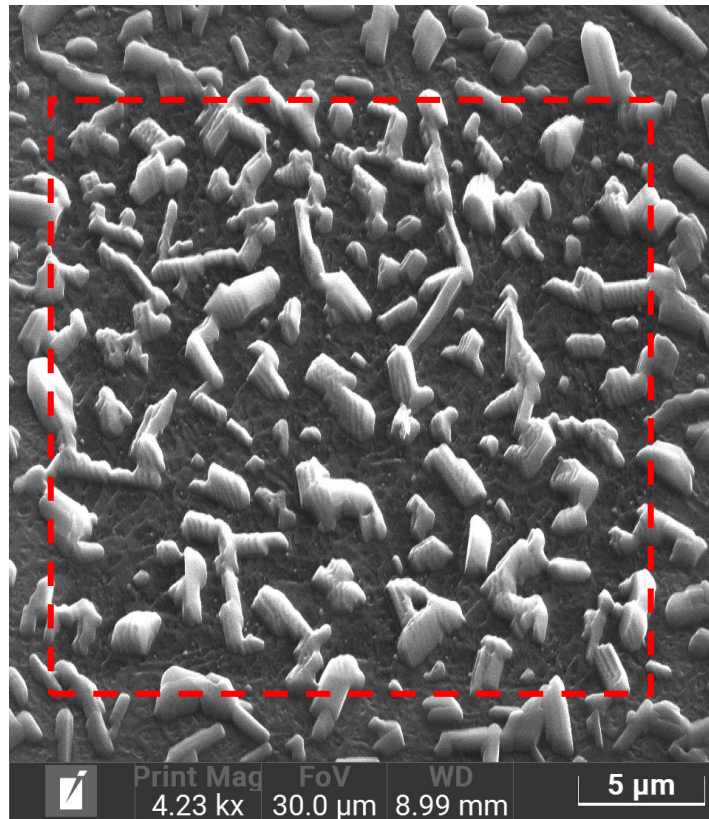


Film de $\text{Sr}_2\text{V}_2\text{O}_7$ recuit
sous des conditions
spécifiques



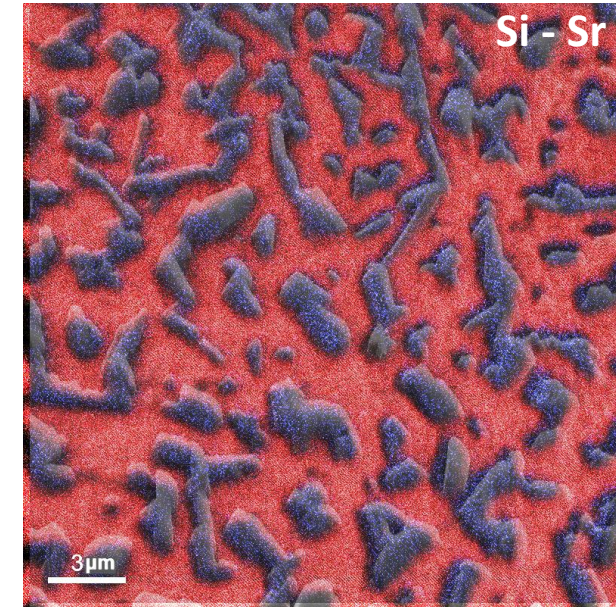
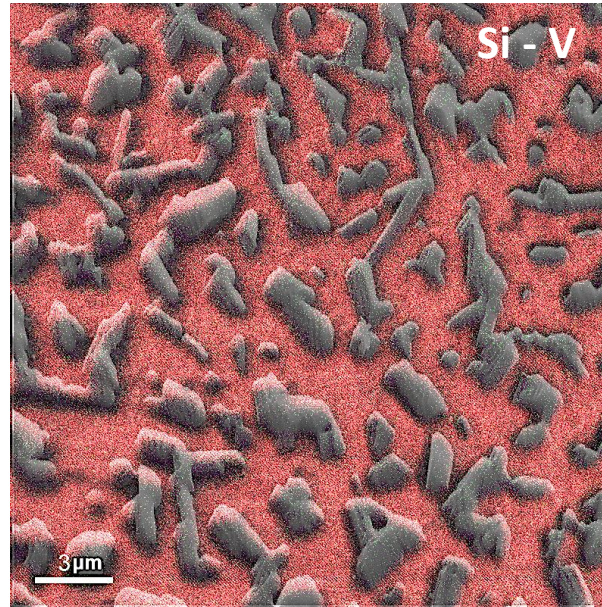
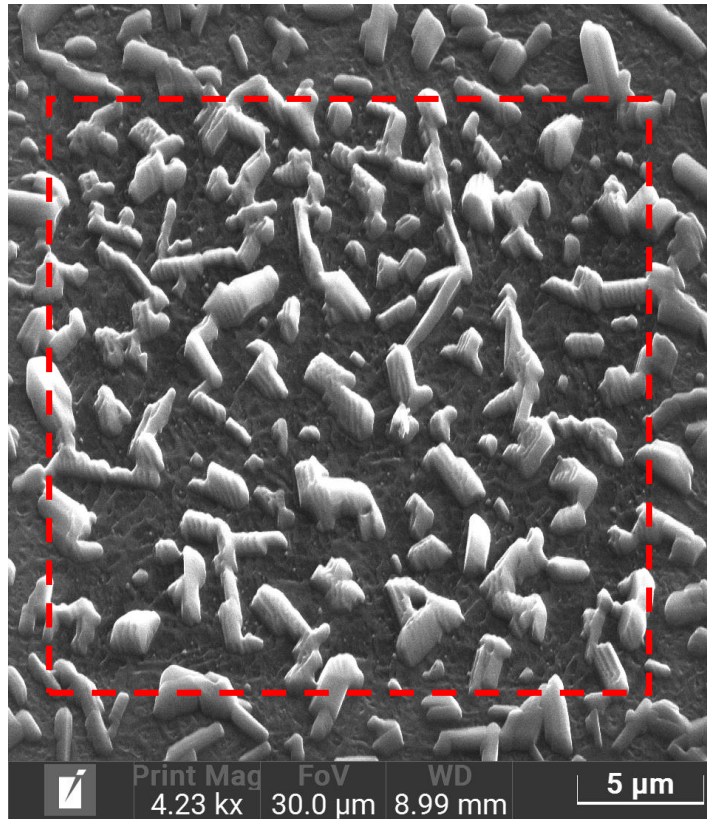
Analyse matériaux inorganiques : TOF-SIMS

- Film de $\text{Sr}_2\text{V}_2\text{O}_7$ recuit sous des conditions spécifiques



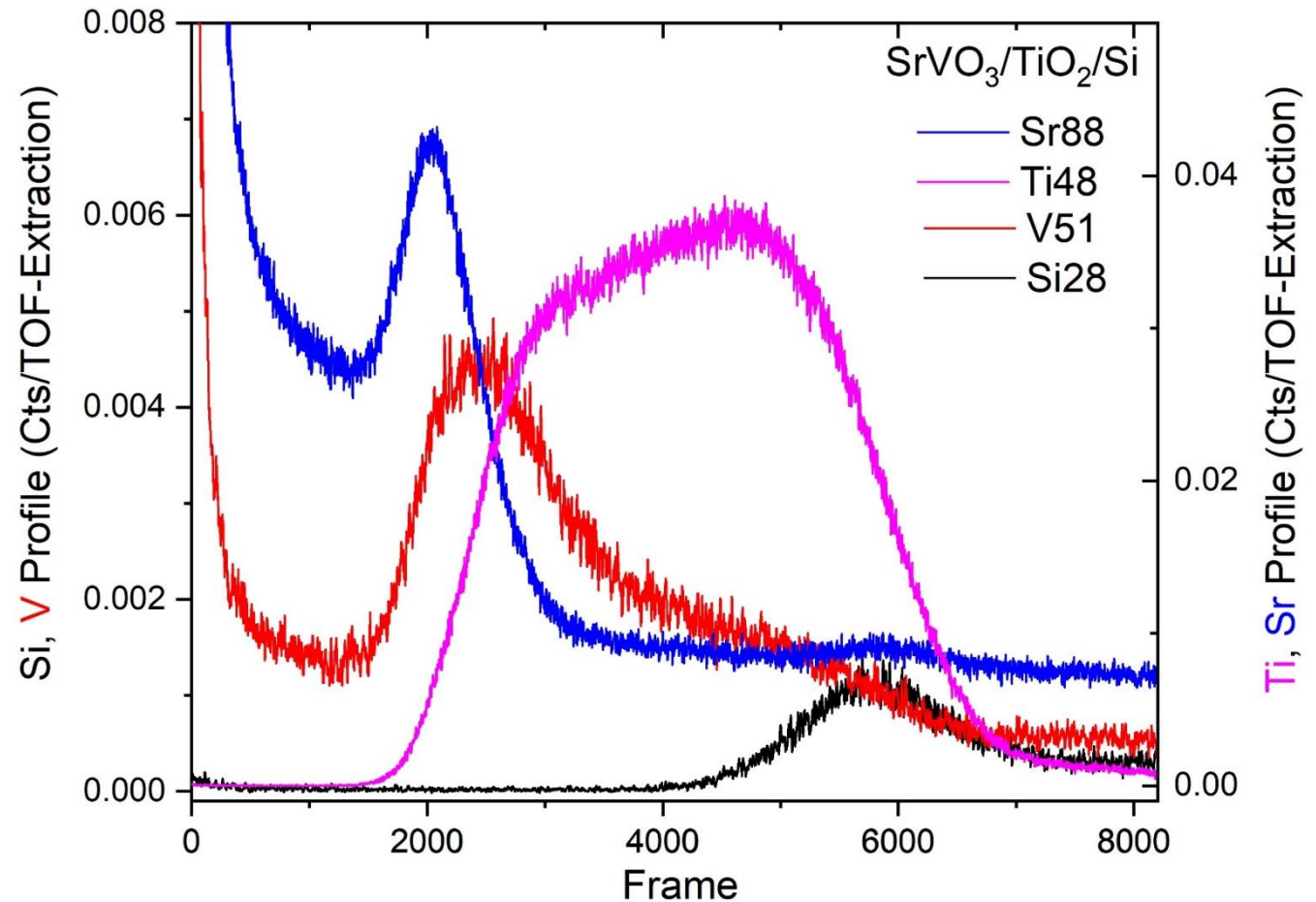
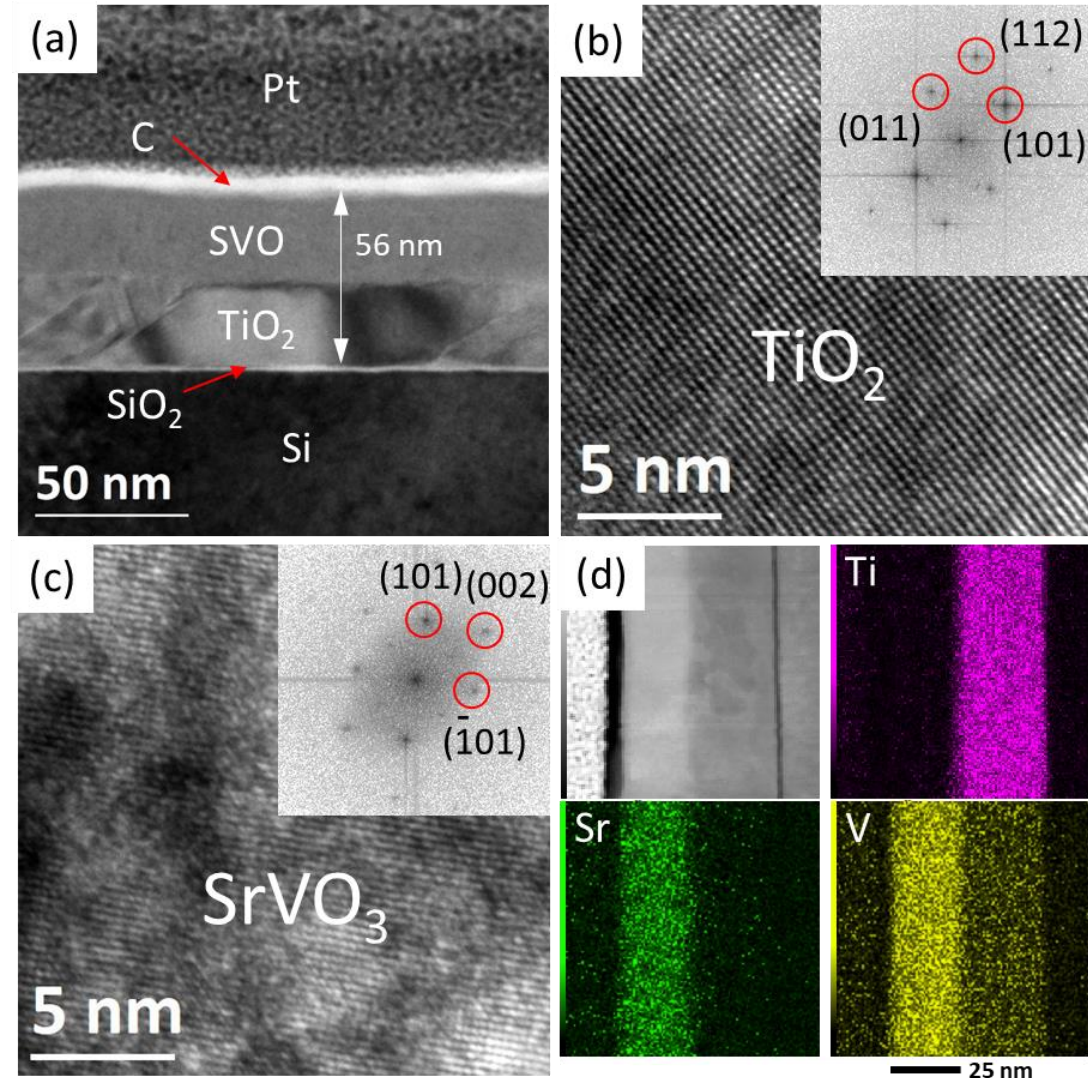
Analyse matériaux inorganiques : TOF-SIMS

- Film de $\text{Sr}_2\text{V}_2\text{O}_7$ recuit sous des conditions spécifiques



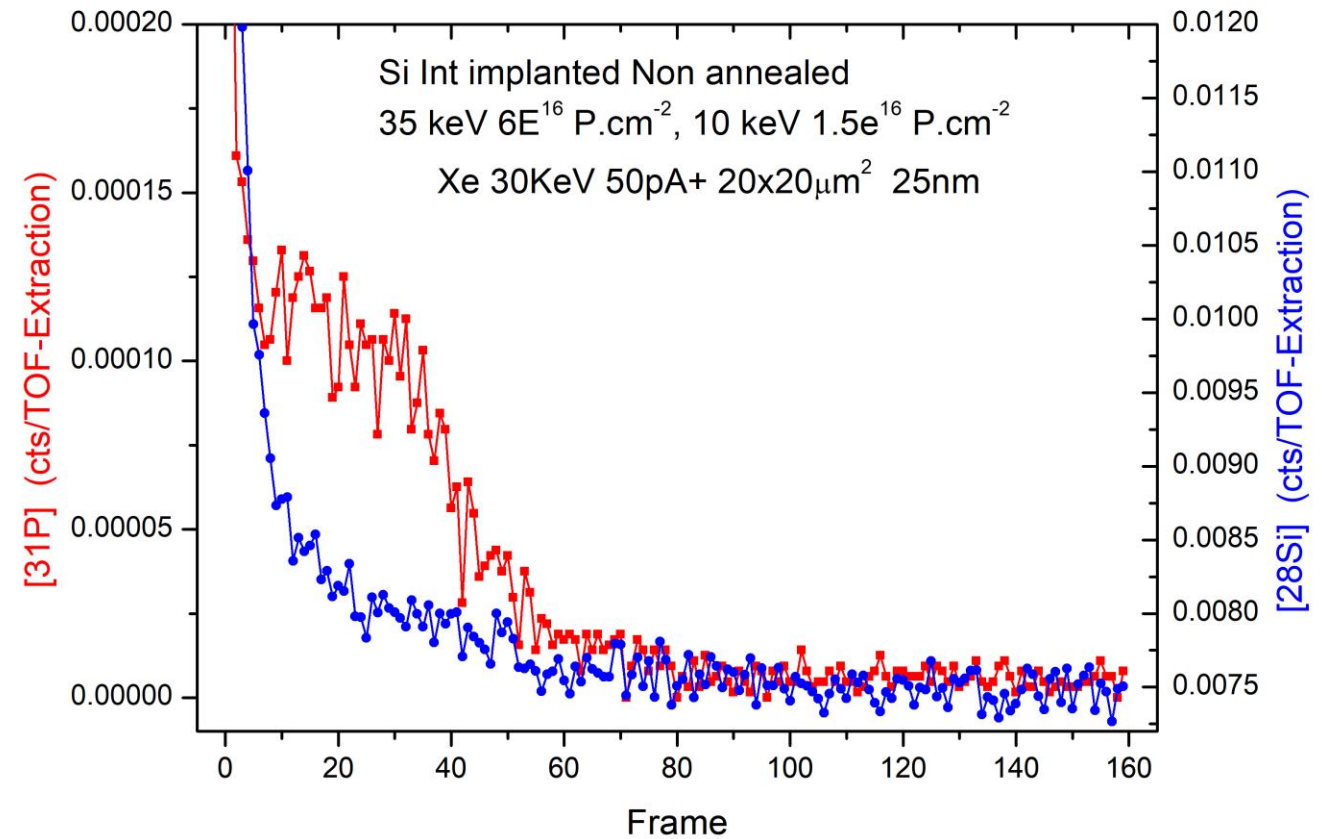
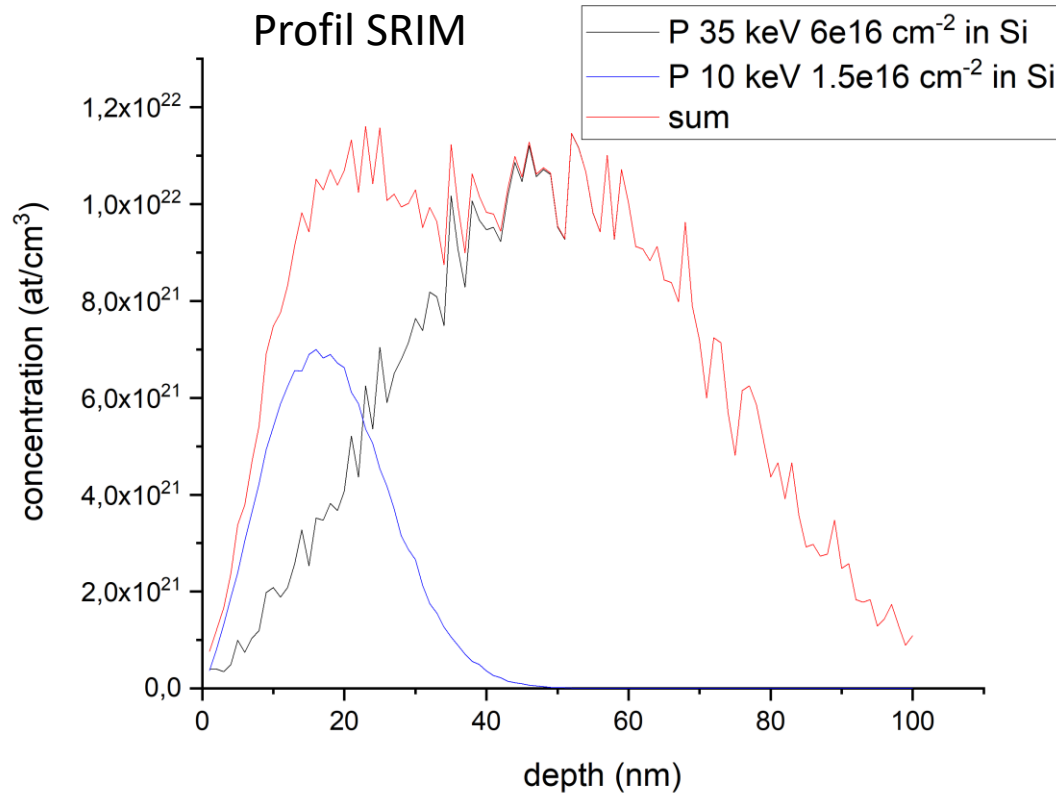
Analyse matériaux inorganiques : TOF-SIMS

- Film de SrVO_3



Analyse matériaux inorganiques : TOF SIMS

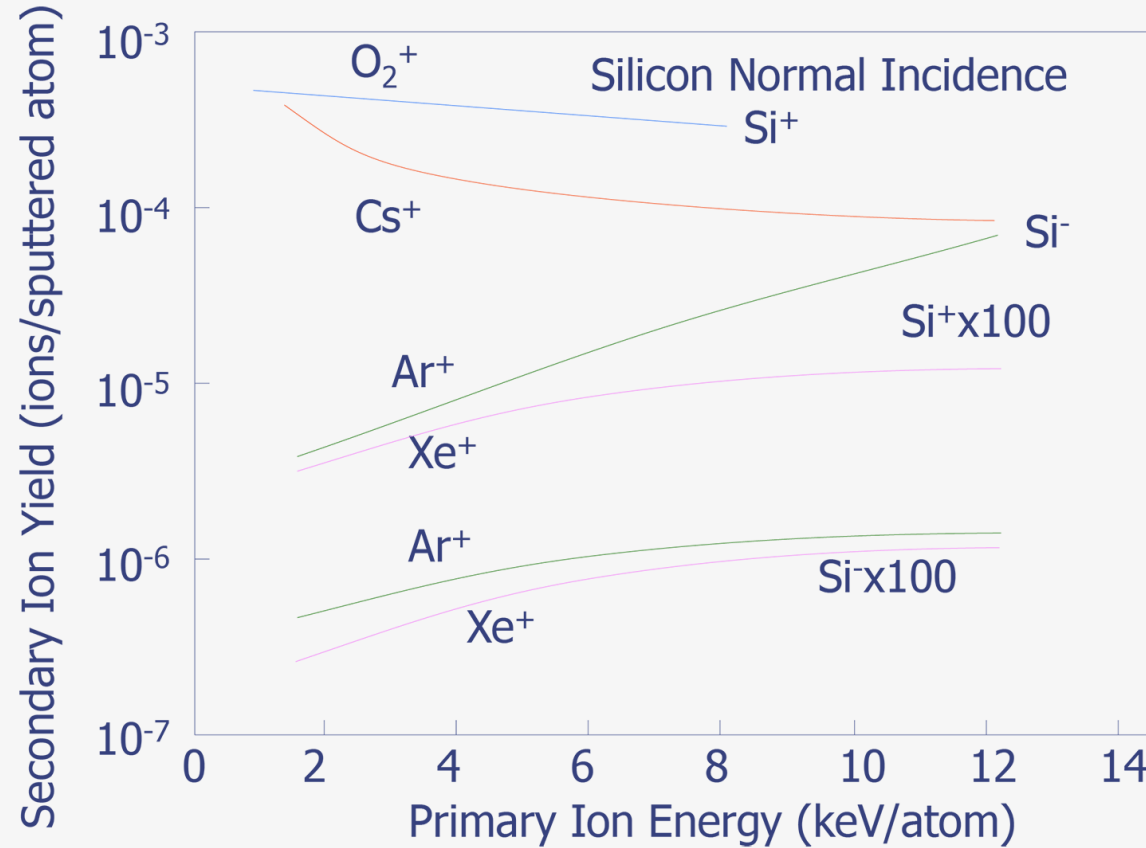
Implantation de P dans du Si monocristallin par ULE au CEMES



Analyse matériaux inorganiques : TOF SIMS



Implantation de P dans du Si monocristallin par ULE au CEMES



Dependence of ion yields with respect to primary ion energy (after Wittmaack et. al.).

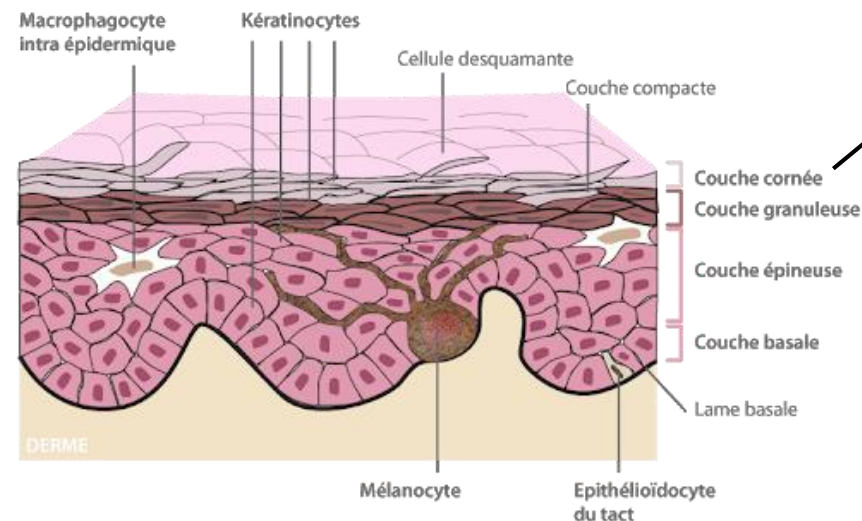
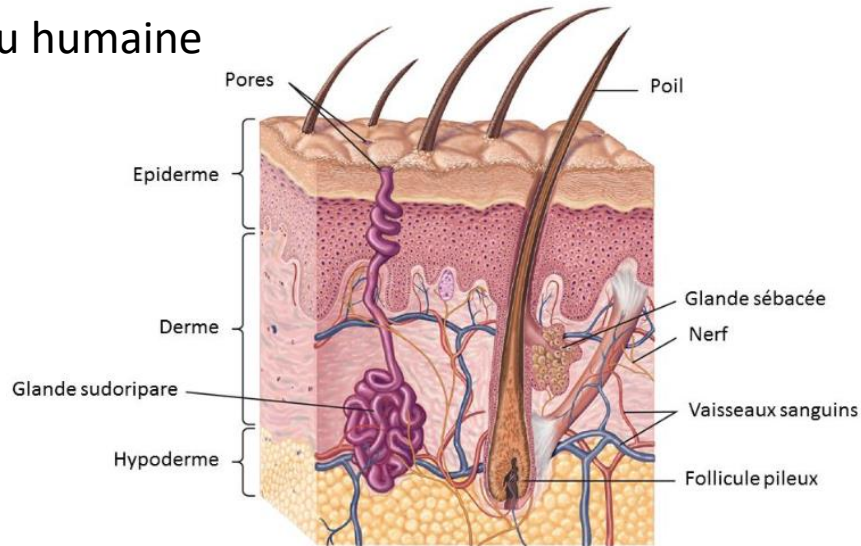
Analyse d'échantillons biologiques : TOF-SIMS

- Echantillon de peau / Crème solaire avec Np TiO_2



Problématique : est-ce que les nanoparticules de TiO_2 passent la barrière de l'épiderme?

Peau humaine

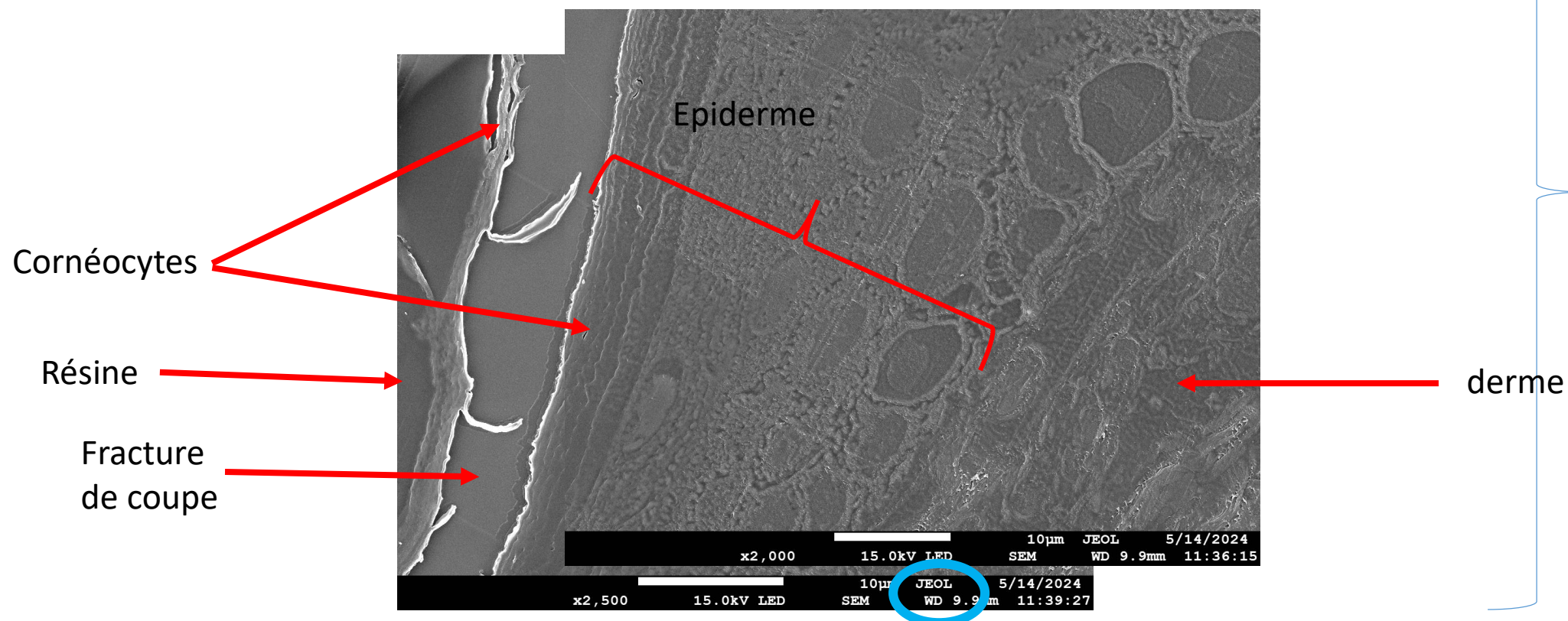


Couche cornée
constituée de
cornéocytes

Crème solaire
appliquée sur la
peau humaine

Analyse d'échantillons biologiques : TOF-SIMS

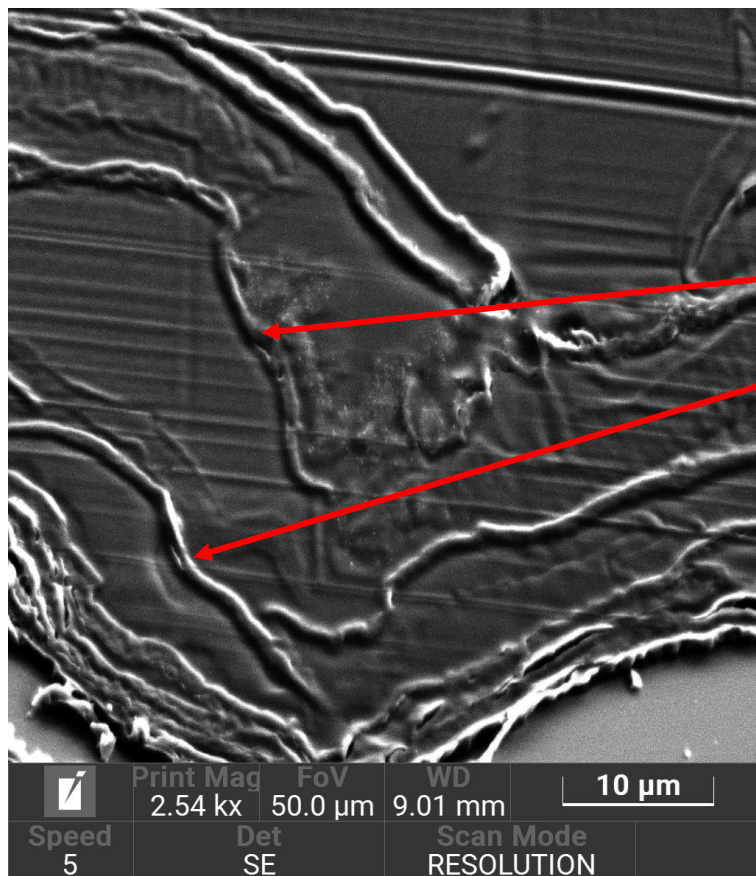
Peau humaine avec crème solaire



Analyse d'échantillons biologiques : TOF-SIMS

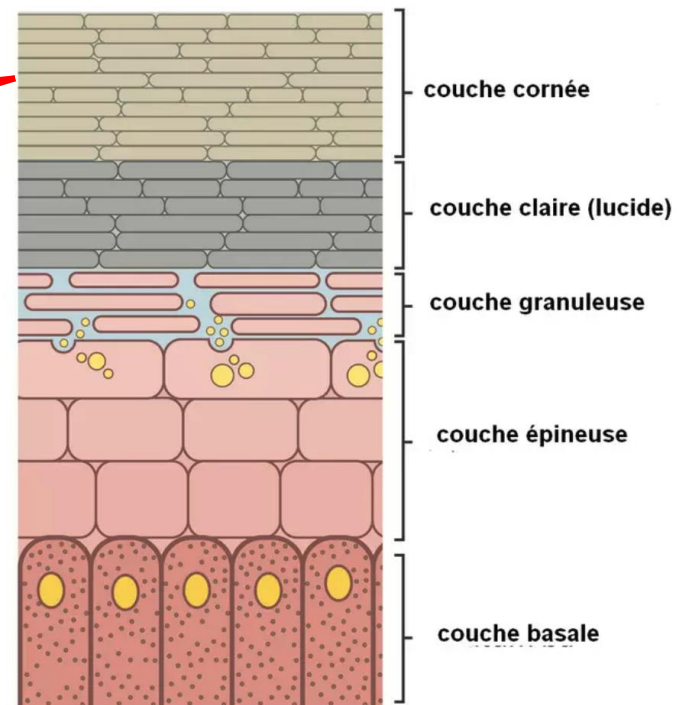
- Echantillon de peau / Crème solaire avec Np TiO_2

Problématique : est-ce que les nanoparticules de TiO_2 passent la barrière de l'épiderme?



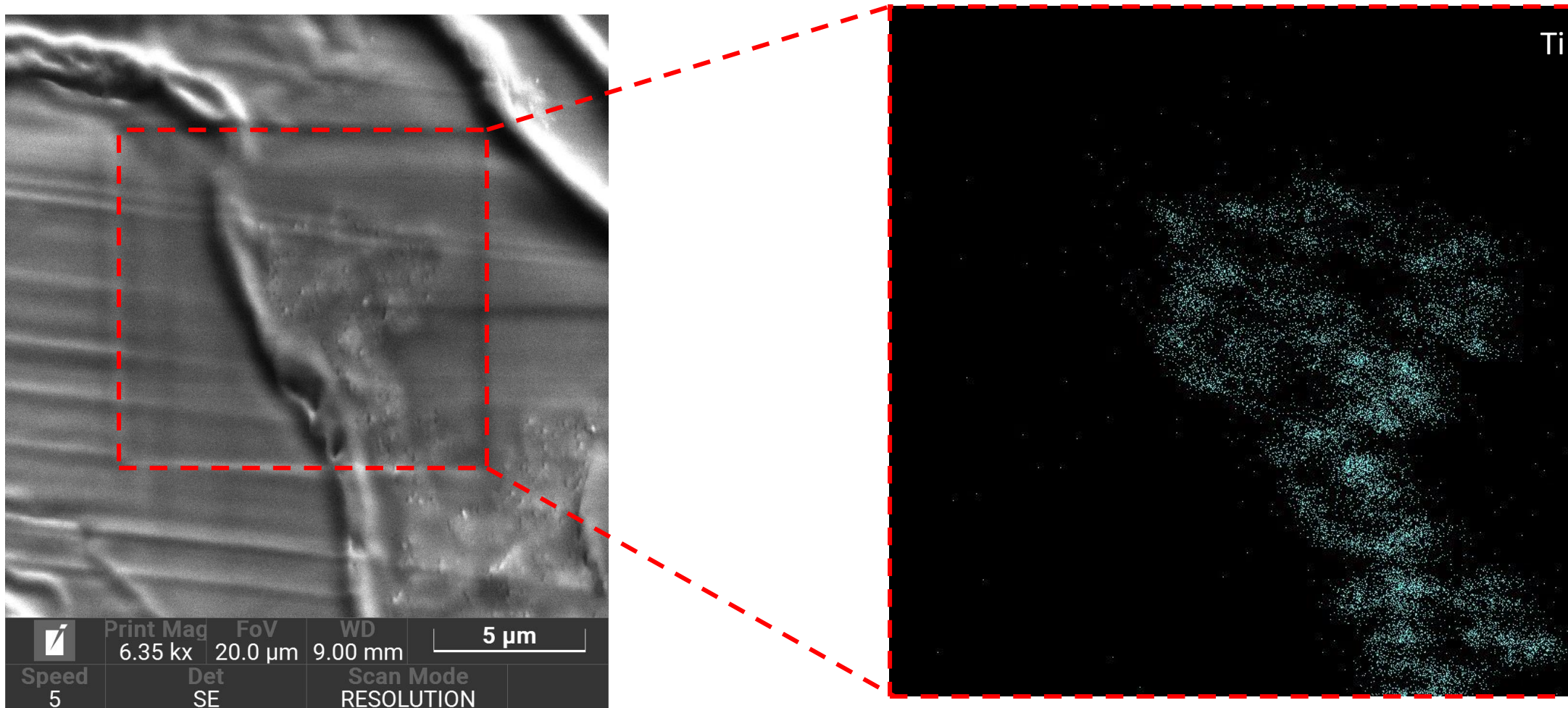
Cornéocytes

Structure de l'épiderme



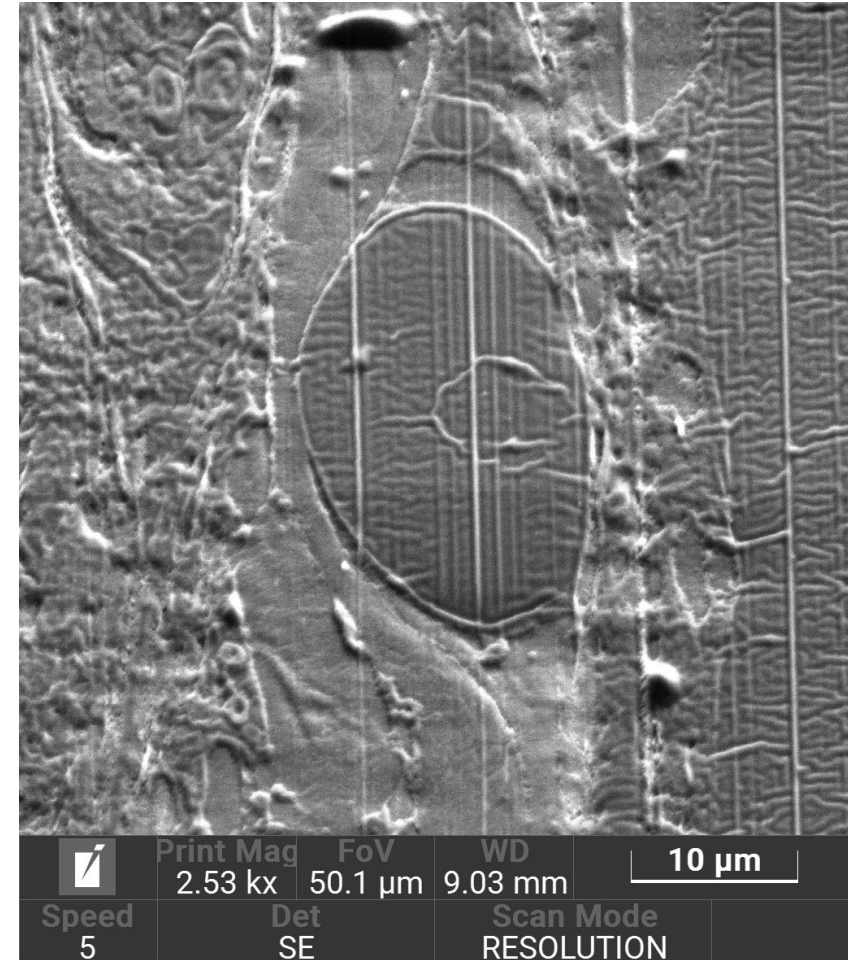
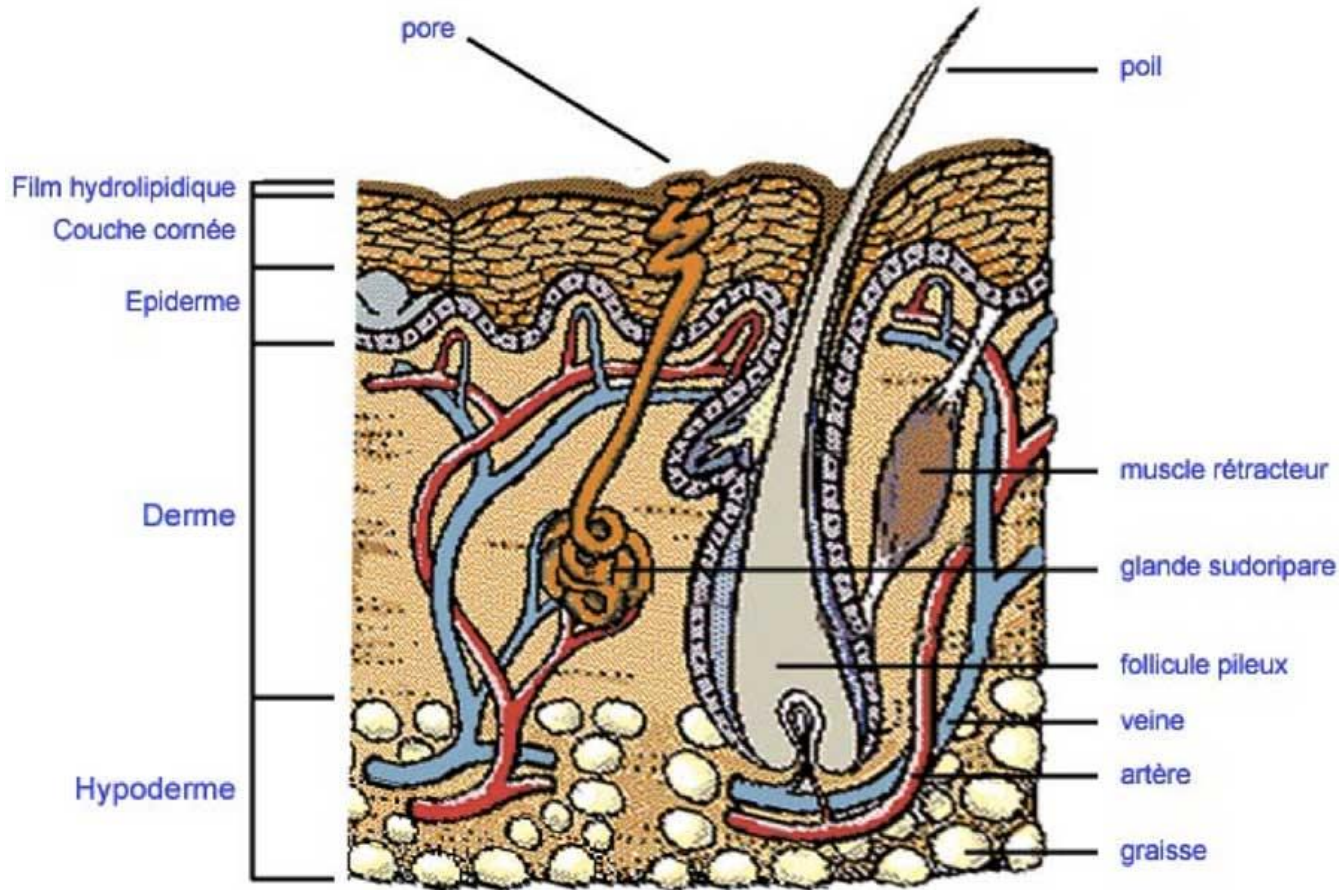
Analyse d'échantillons biologiques : TOF-SIMS

- Echantillon de peau / Crème solaire avec Np TiO_2



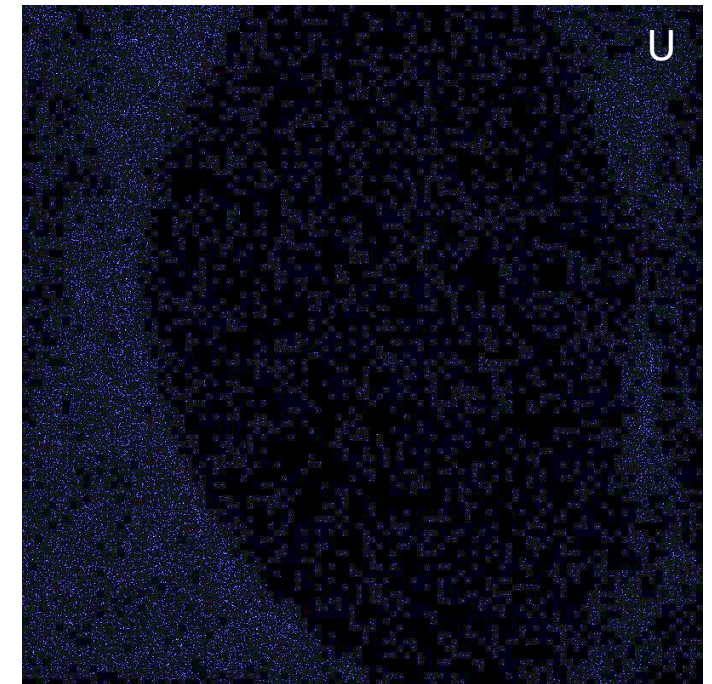
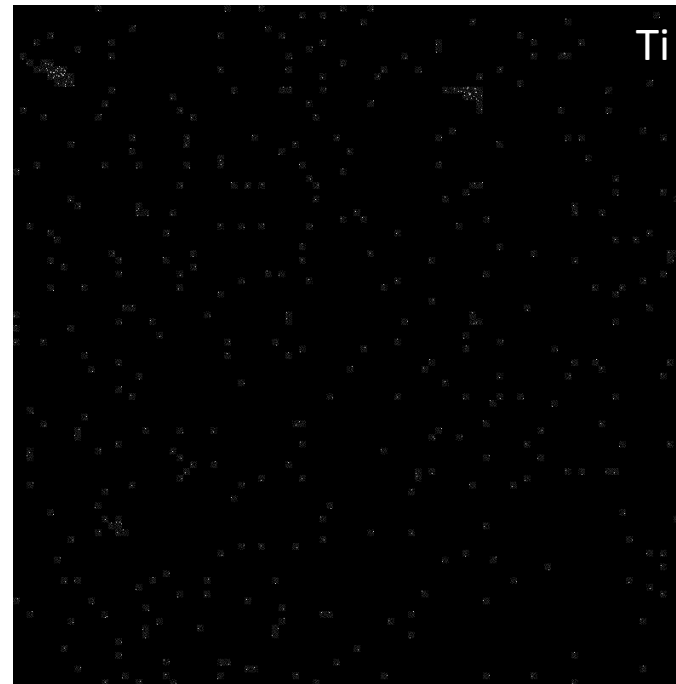
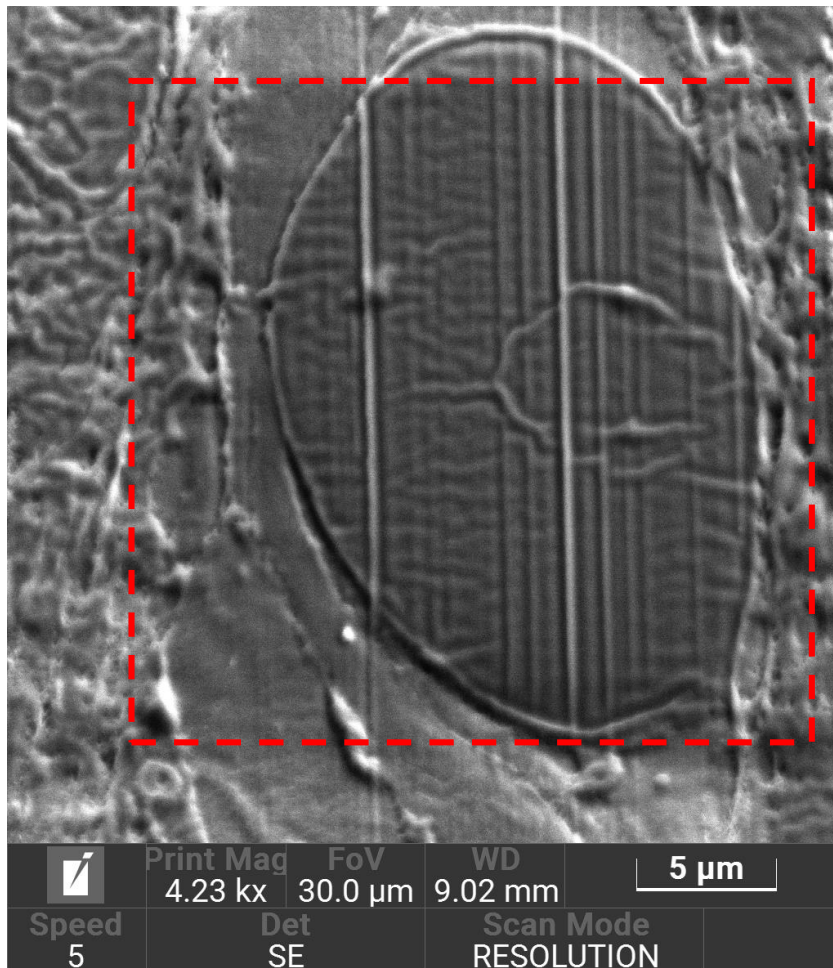
Analyse d'échantillons biologiques

- Echantillon de peau / Crème solaire avec Np TiO₂



Analyse d'échantillons biologiques : TOF-SIMS

- Echantillon de peau / Crème solaire avec Np TiO_2





Merci pour votre attention

