

# Spectrométrie de masse d'ions secondaires pour les matériaux

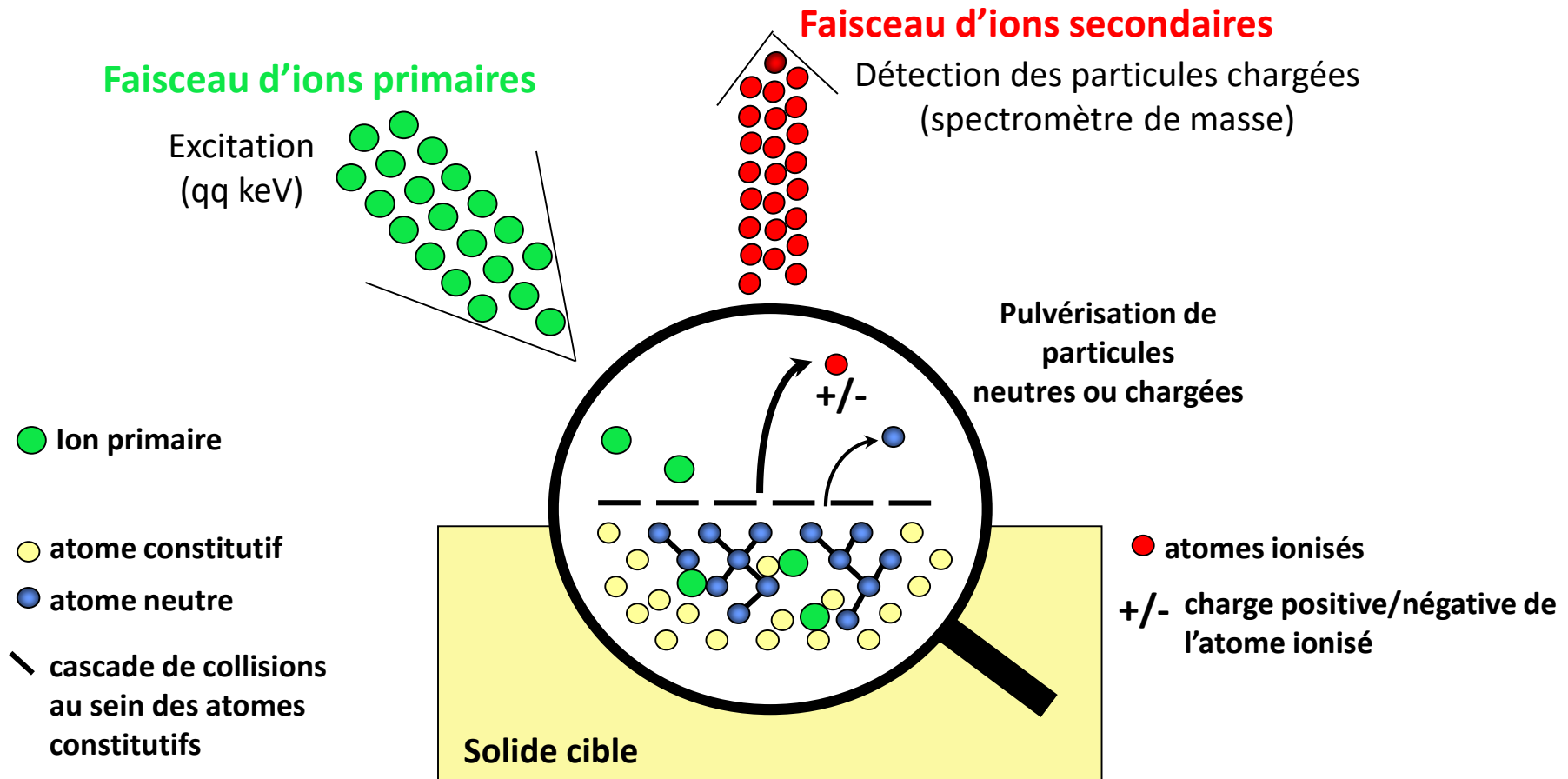
---

Marie-Amandine PINAULT-THAURY et François JOMARD

- ❑ Quelques notions de SIMS
- ❑ Exemples d'analyses SIMS
- ❑ SIMS du GEMaC pour la FCM



# Principe de la méthode SIMS



# Mesure quantitative de la concentration d'un élément X présent à l'état de trace (ppm – ppb)

## 2 points clefs pour l'analyse d'un matériau

### Vitesse de pulvérisation (vitesse d'analyse)

- dépend de la densité d'ions 1<sup>aires</sup>  
(rapport entre le courant 1<sup>aire</sup> et la surface pulvérisée)
- varie d'un matériau à l'autre pour des conditions expérimentales données  
ex : Sr(silicium) = ~ 3xSr(diamant)

### Taux d'ionisation

- rapport entre le nombre d'ions et le nombre d'entités pulvérisées
- tendance des éléments chimiques à s'ioniser soit **positivement** soit **négativement**.

Tous les éléments chimiques sont détectables (avec ± de subtilité).

Détermination de [X] en atomes par cm<sup>3</sup>  
(besoin d'une référence implantée en X)

H																	He																												
Li	Be											B	C	N	O	F	Ne																												
Na	Mg											Al	Si	P	S	Cl	Ar																												
K	Ca	Sc	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ga	Ge	As	Se	Br	Kr																												
Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Mo	Tc	Ru	Rh	Pd	Ag	Cd	In	Sn	Sb	Te	I	Xe																												
Cs	Ba	La	Hf	Ta	W	Re	Os	Ir	Pt	Au	Hg	Tl	Pb	Bi	Po	At	Rn																												
Fr	Ra	Ac																																											
<table border="1"> <tbody> <tr> <td>Ce</td><td>Pr</td><td>Nd</td><td>Pm</td><td>Sm</td><td>Eu</td><td>Gd</td><td>Tb</td><td>Dy</td><td>Ho</td><td>Er</td><td>Tm</td><td>Yb</td><td>Lu</td> </tr> <tr> <td>Th</td><td>Pa</td><td>U</td><td>Np</td><td>Pu</td><td>Am</td><td>Cm</td><td>Bk</td><td>Cf</td><td>Es</td><td>Fm</td><td>Md</td><td>No</td><td>Lr</td> </tr> </tbody> </table>																		Ce	Pr	Nd	Pm	Sm	Eu	Gd	Tb	Dy	Ho	Er	Tm	Yb	Lu	Th	Pa	U	Np	Pu	Am	Cm	Bk	Cf	Es	Fm	Md	No	Lr
Ce	Pr	Nd	Pm	Sm	Eu	Gd	Tb	Dy	Ho	Er	Tm	Yb	Lu																																
Th	Pa	U	Np	Pu	Am	Cm	Bk	Cf	Es	Fm	Md	No	Lr																																

# Schéma de notre spectromètre SIMS

Le type d'ions 2<sup>aires</sup> à analyser  
(positif/négatif)  
conditionne le choix de la source.

Les sources choisies servent à  
pulvériser le matériau  
et  
renforcer l'émission ionique 2<sup>aire</sup>.

Source	O <sub>2</sub> <sup>+</sup>	Cs <sup>+</sup>
Courant 1 <sup>aire</sup> maximal	2-3 μA	0.25 μA
Taille de sonde minimale	1 μm	0.5 μm

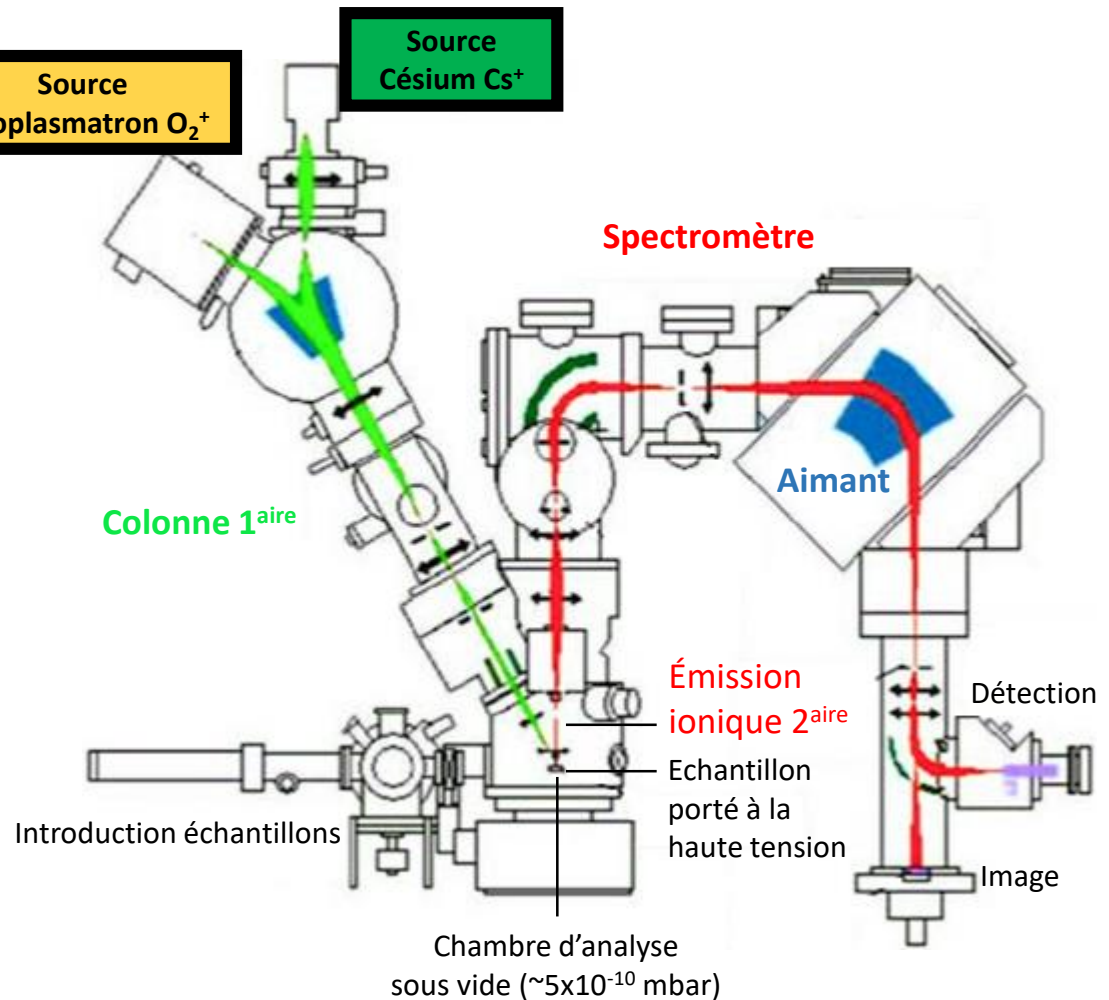
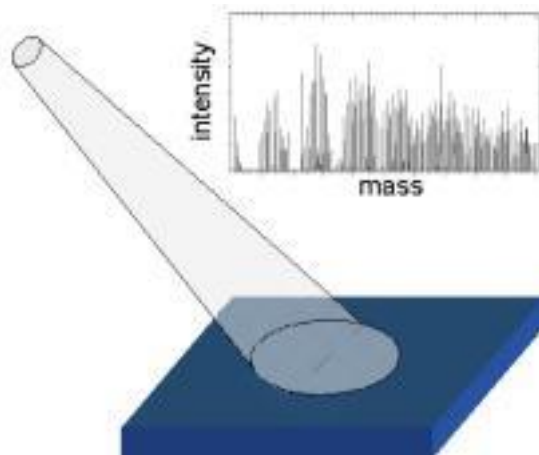


Image extraite des archives CAMECA pour l'IMS7f

# 3 types d'utilisation

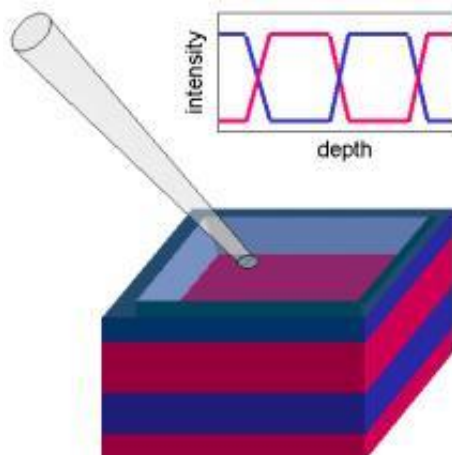
## Spectre de masse



en masse

$M/\Delta M = 10\ 000$

## Profil en profondeur

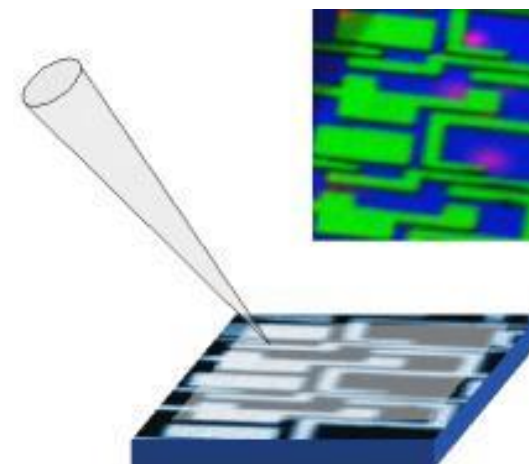


résolution  
↓  
en profondeur

~2-4 nm/décade

Le plus utilisé au GEMaC

## Image chimique



latérale

0.5  $\mu\text{m}$

# Profilométrie avec détection de MCs<sup>+</sup>

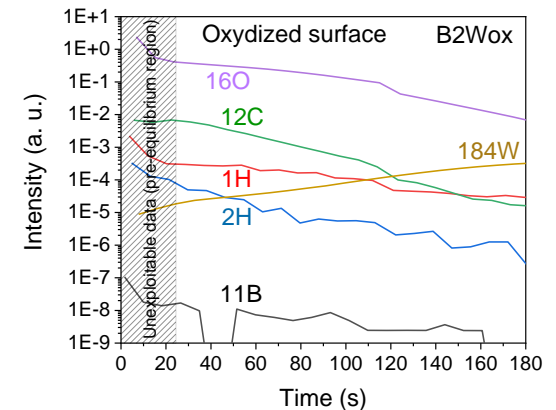
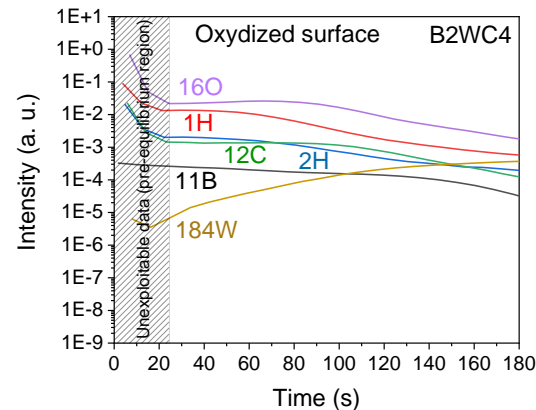
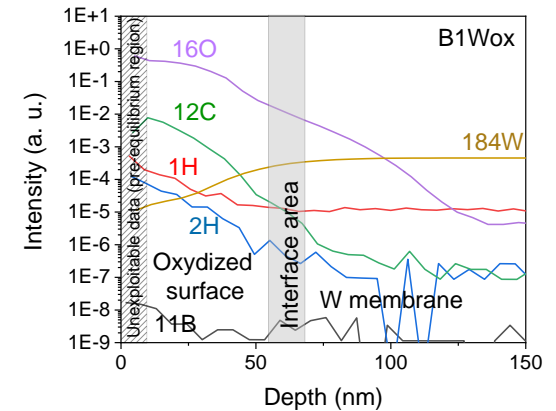
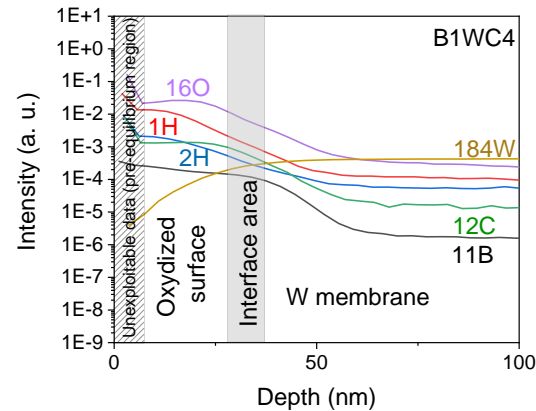
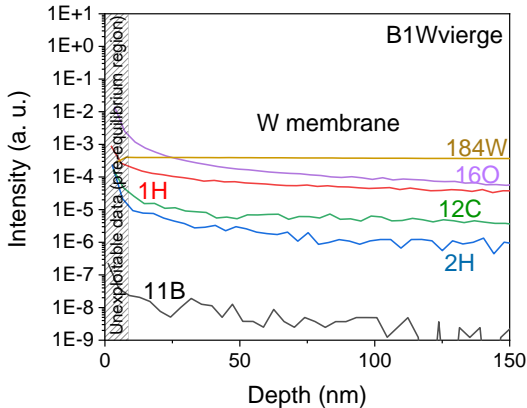
Echantillons de tungsten provenant de l'IRFM de Cadarache

W vierge

W exposé (C4 WEST)

W oxydé

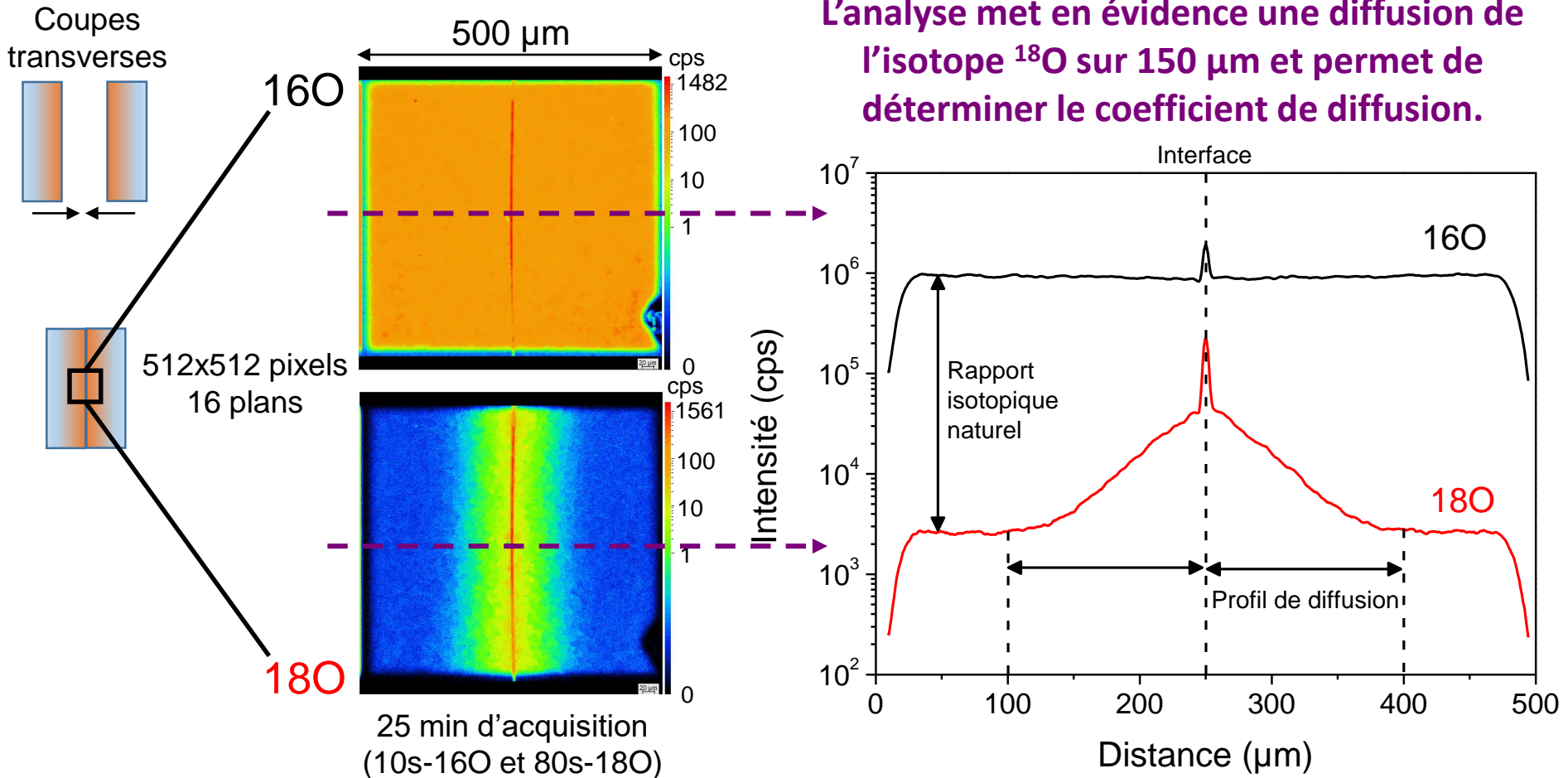
Profils normalisés à l'ion parent  
(Cs ou Cs<sub>2</sub>)



L'analyse révèle la présence d'une couche d'oxyde (<sup>16</sup>O)  
d'environ 180 nm et contenant <sup>1</sup>H, <sup>2</sup>D, <sup>12</sup>C  
ainsi qu'une présence significative de <sup>11</sup>B dans WC4 contrairement à Wox.

# Images ioniques balayées pour scan en ligne

Echantillon d'oxyde complexe provenant de l'Université Technique de Clausthal (Allemagne)

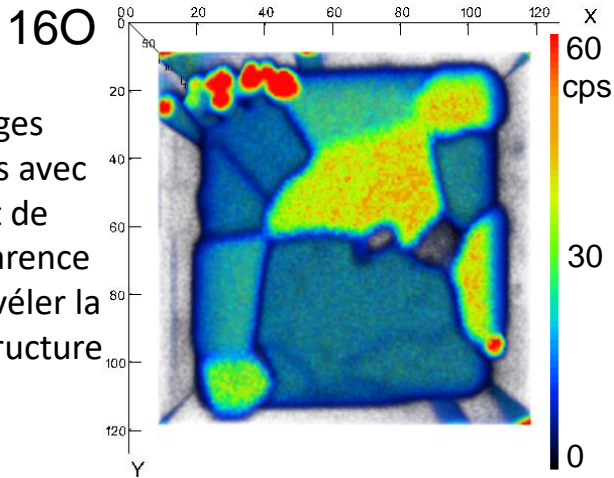


L'analyse met en évidence une diffusion de l'isotope <sup>18</sup>O sur 150  $\mu\text{m}$  et permet de déterminer le coefficient de diffusion.

# Checker board → profils de concentration

Echantillon de fer polycristallin implanté en oxygène provenant du CEMHTI d'Orléans

300 plans images successifs



La vitesse de pulvérisation varie d'un grain de fer à un autre.

L'apparition du pic d'implantation de l'isotope  $^{16}\text{O}$  apparaît donc à des temps différents.

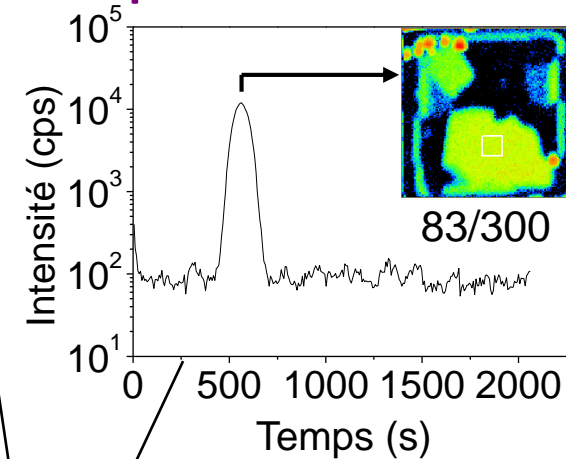
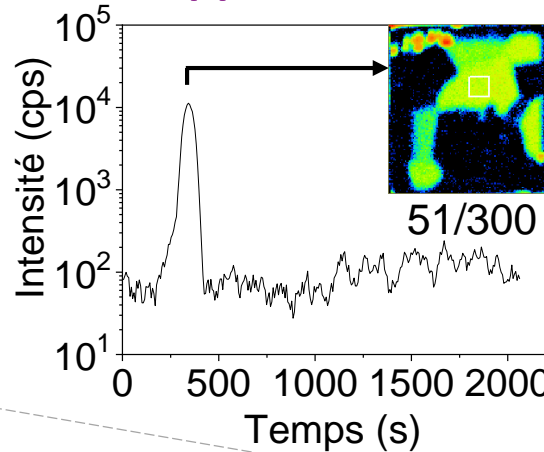
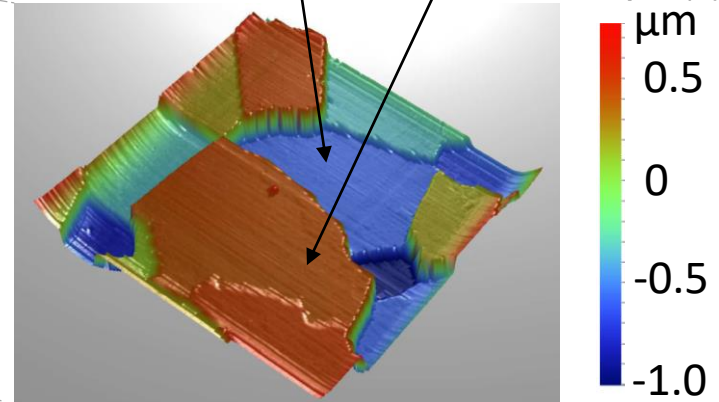
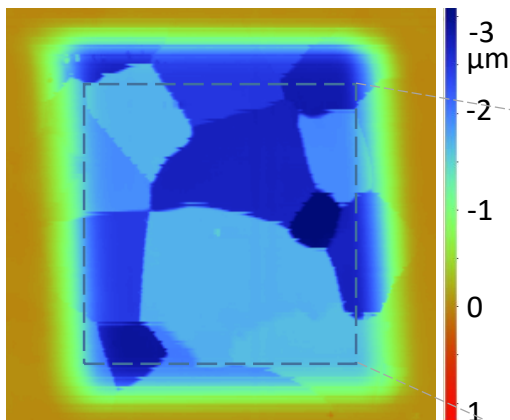


Image physique réalisée par profilométrie (Dektak8)





# Le SIMS se rarifie en milieu académique. Celui du GEMaC est accessible à la communauté scientifique.

*Acheté et financé pour servir tous les domaines scientifiques qui en ont besoin*

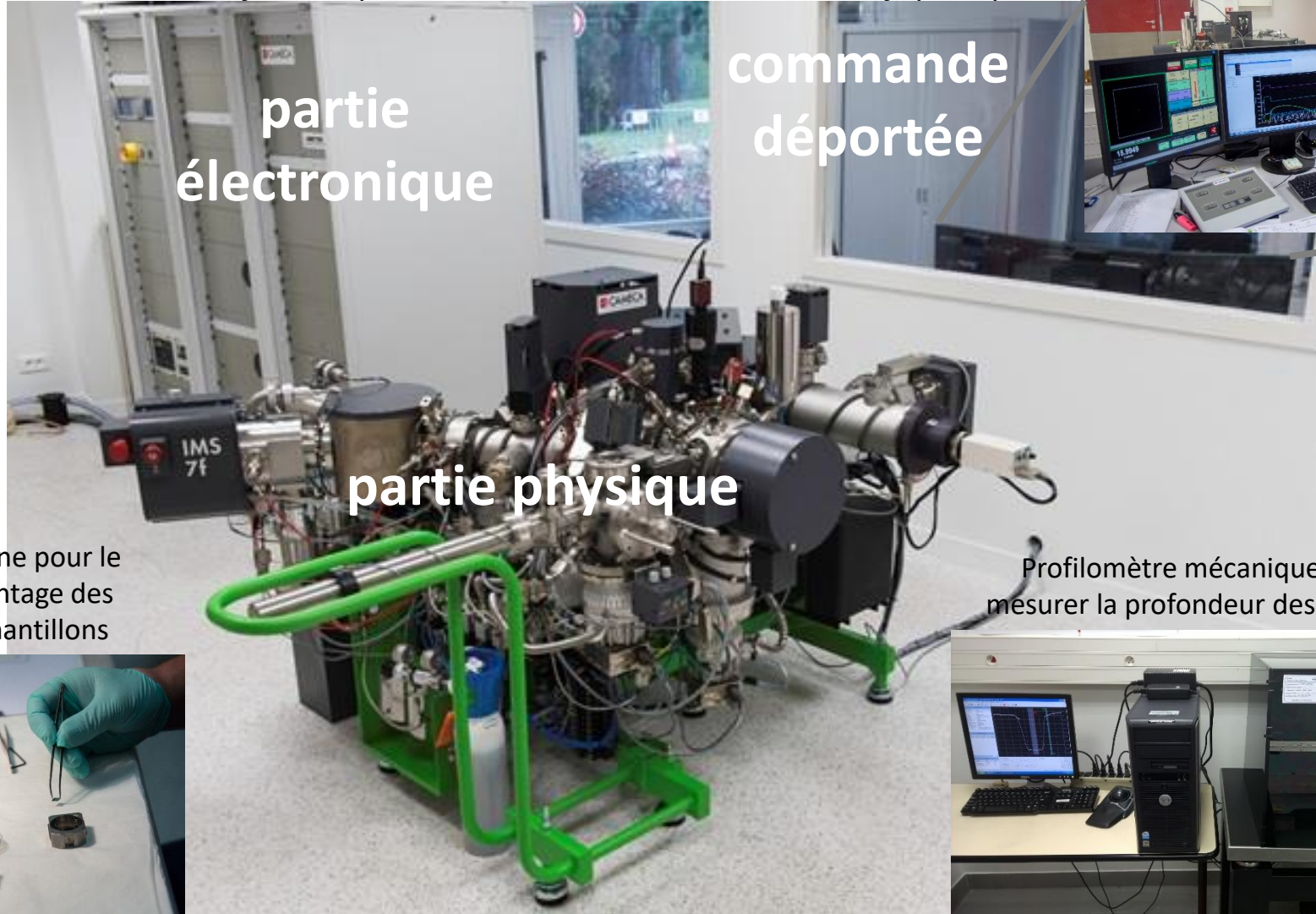
partie  
électronique

commande  
déportée

partie physique

1 zone pour le  
montage des  
échantillons

Profilomètre mécanique pour  
mesurer la profondeur des cratères



# Vous y êtes les bienvenu.e.s !

*Pour les conditions d'accès, n'hésitez pas à me contacter.*

Le SIMS du GEMaC, c'est :

- Un ingénieur de recherche « SIMS » avec près de 30 ans d'expertise;
- Une chargée de recherche « matériau » (synthèse et mesures physiques);
- Une ouverture à tous les programmes de recherche sur les matériaux solides;
- Un fonctionnement par autofinancement (pas de demande d'analyse, plus de SIMS !).

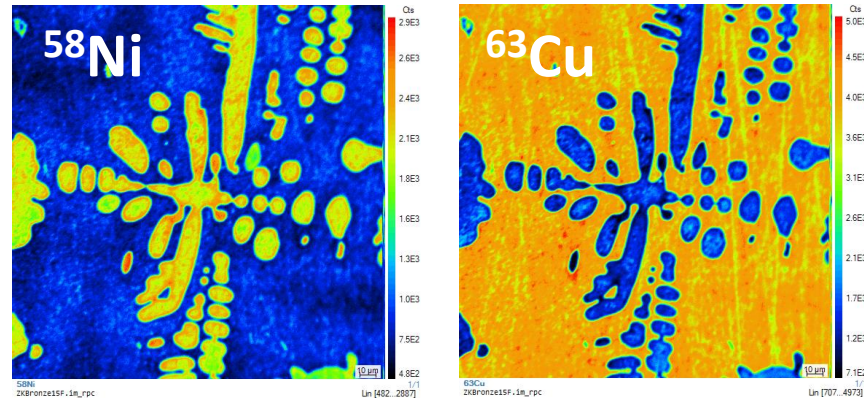
L'analyse d'un échantillon prend du temps qui varie d'un matériau à un autre et est fonction des questions auxquelles le SIMS est invité à répondre (de qq h à une semaine... ou plus !).

**La quantification des résultats est un travail qui peut être difficile.  
Une référence du matériau implanté est indispensable (besoin d'implanteurs).**

# Vous y êtes les bienvenu.e.s !

*Pour les conditions d'accès, n'hésitez pas à me contacter.*

*Un peu « d'art » avec de belles images d'un bronze...*



*...à ne pas confondre avec le tachisme, technique de peinture abstraite.*