

# LA SPECTROMETRIE DE MASSE D'IONS SECONDAIRES

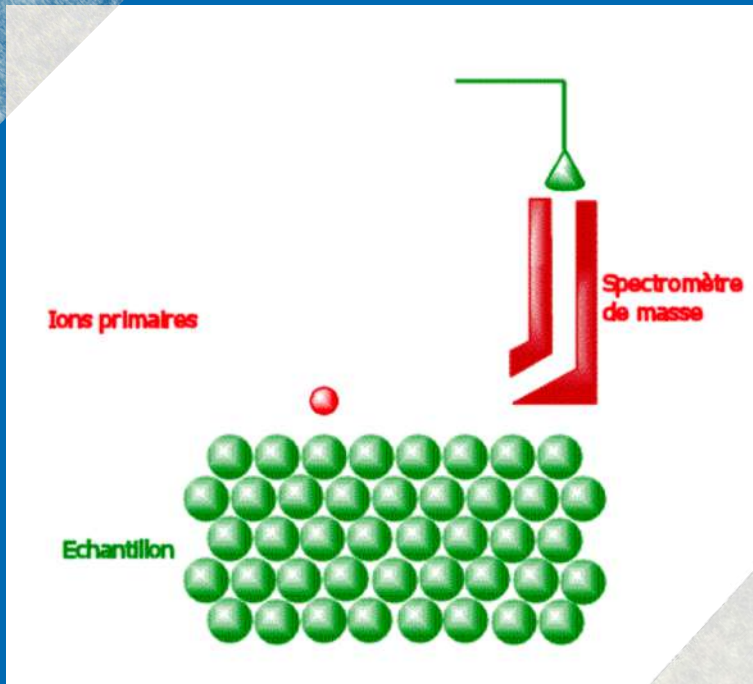
(SIMS POUR SECONDARY  
ION MASS SPECTROMETRY)

## DE QUOI S'AGIT-IL ?

**L'appareil présenté ici est un spectromètre de masse d'ions secondaires.**

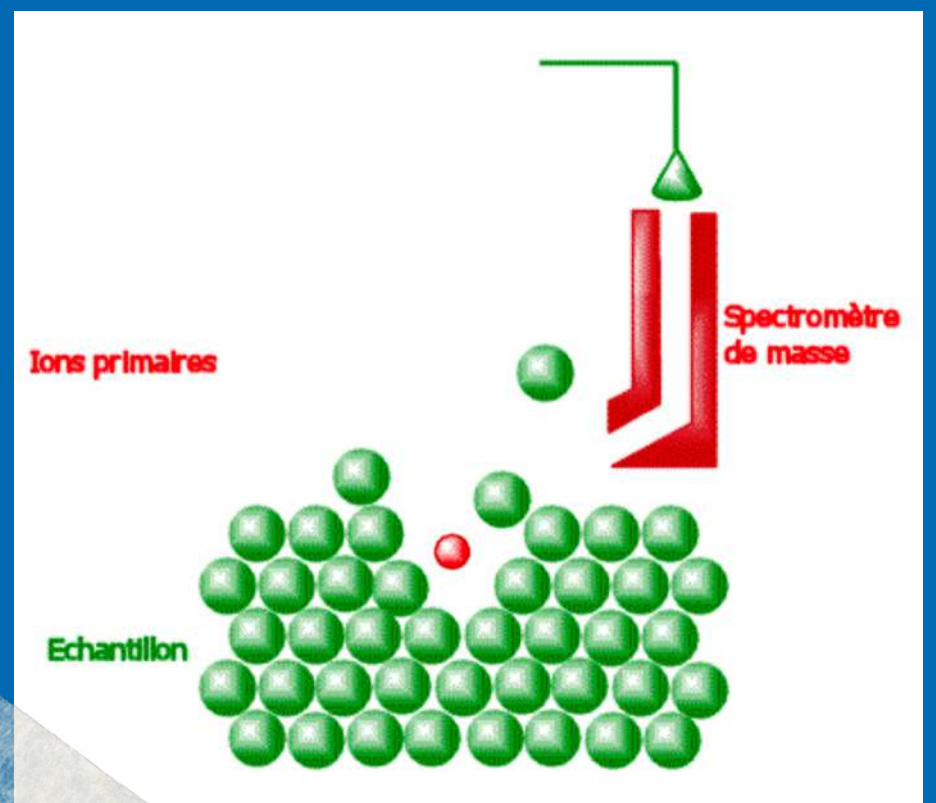
Il s'agit d'une technique d'analyse chimique des surfaces des matériaux solides qui permet de détecter tous les éléments présents à la surface d'un échantillon sur une épaisseur variant de un nanomètre à quelques microns avec une très haute sensibilité (partie par million)

# SIMS PRINCIPE

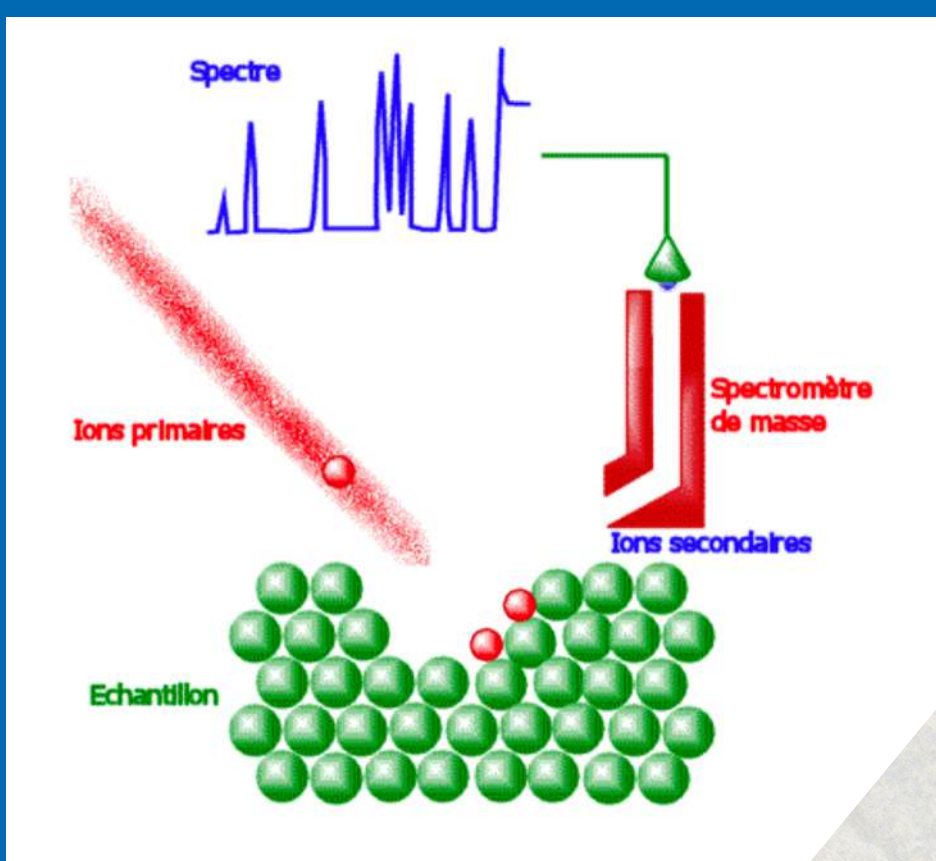


L'ÉCHANTILLON EST SOUMIS À UN FAISCEAU D'IONS PRIMAIRES DE QUELQUES KILO ÉLECTRON-VOLT D'ÉNERGIE

LES IONS PRIMAIRES VIENNENT S'IMPLANTER DANS L'ÉCHANTILLON ET LE PULVÉRISENT SUR UNE ÉPAISSEUR DE L'ORDRE DU NANOMÈTRE



CERTAINES ESPÈCES PEUVENT ÊTRE PULVÉRISÉES SOUS LA FORME D'IONS (ON PARLE D'IONS SECONDAIRES). LES IONS SECONDAIRES SONT FILTRÉS PAR UN SPECTROMÈTRE DE MASSE ET DÉTECTÉS




# SIMS AVANTAGES



1.


Tous les éléments de la classification périodique peuvent être détectés (y-compris l'hydrogène)

2.



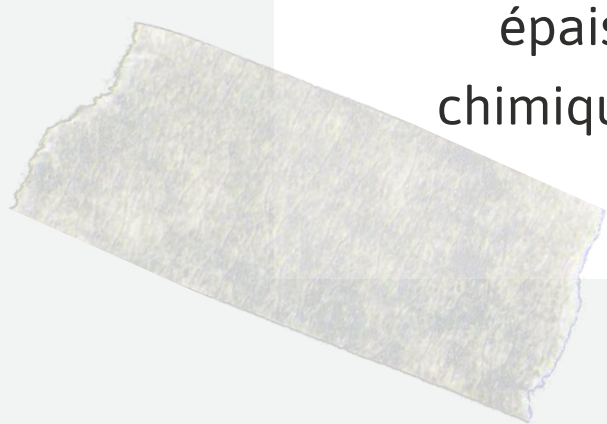
La sensibilité de la technique est très grande (il est possible de détecter des éléments sous forme de traces à des concentrations inférieures à la partie par million)

3.



La spectrométrie de masse permet des mesures de rapports isotopiques (technique utilisée pour la datation)

4.



La mesure est réalisée sur une épaisseur très faible (analyse chimique de toute proche surface)

# SIMS INCONVÉNIENTS



1.


L'échantillon est consommé pendant l'analyse (technique d'analyse destructive)



2.

La pulvérisation induit des déplacements atomiques dans l'échantillon et potentiellement de la rugosité

3.



Les intensités mesurées pour les ions secondaires sont très rarement proportionnelles aux concentrations (analyse quantitative difficile)

# SIMS CONDITIONS D'ANALYSE

**Comme la profondeur d'analyse est de l'ordre du nanomètre il est indispensable de travailler sous vide (et même sous ultra-haut vide)**

Pression nécessaire  $\approx 10^{-8}$  Pa ou  $10^{-9}$  Torr

Pour éviter de polluer la surface :

à  $10^{-6}$  Torr, une surface de  $10^{15}$  at/cm<sup>2</sup> est recouverte par 1 monocouche de gaz en qq secondes

à  $10^{-9}$  Torr, une surface de  $10^{15}$  at/cm<sup>2</sup> est recouverte par 1 monocouche de gaz en 1000 secondes

**PIÈCE EN INOX**

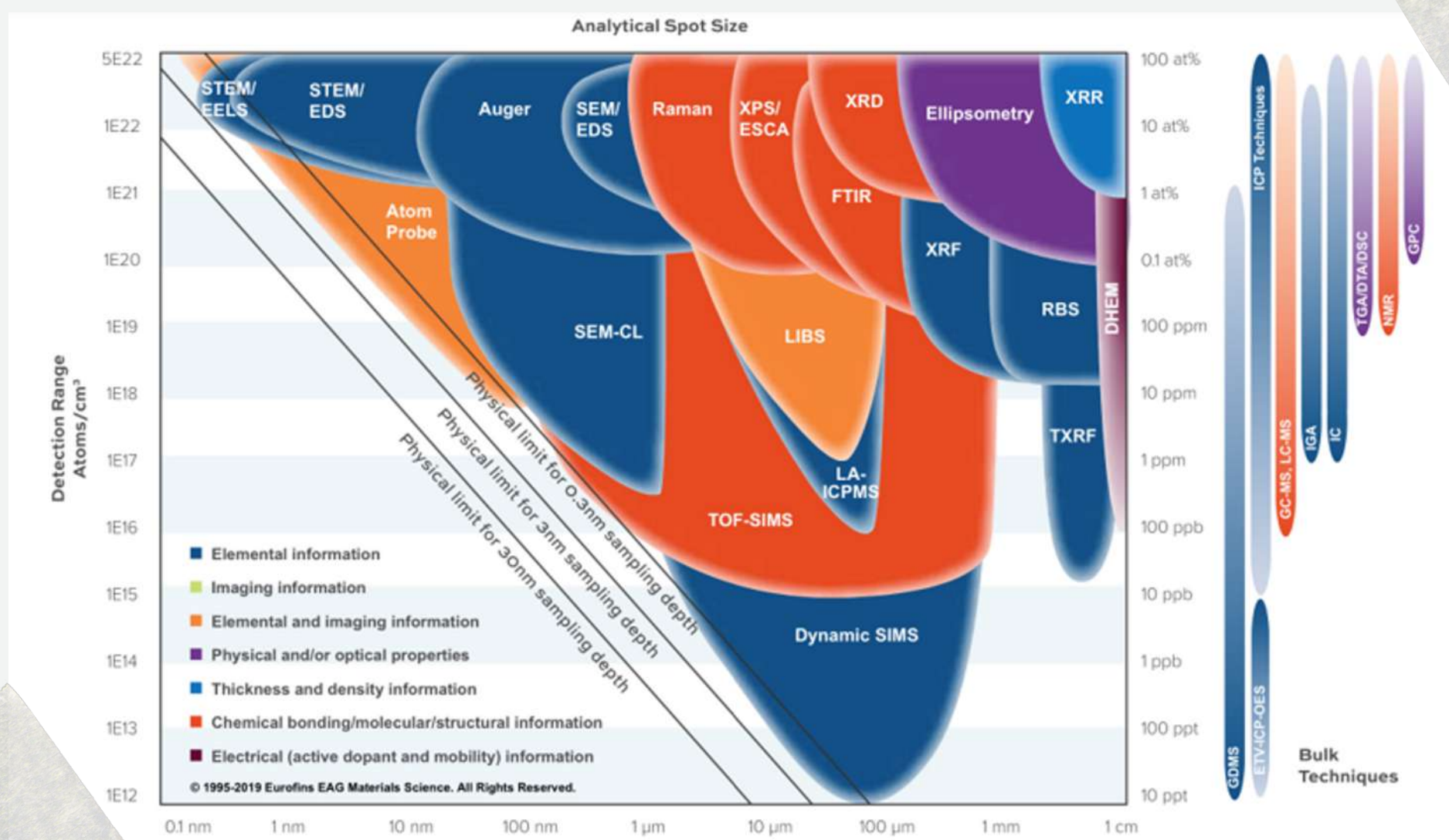
**JOINT EN CUIVRE**



**SEULS LES ÉCHANTILLONS SOLIDES QUI "SUPPORTENT" LE VIDE PEUVENT ÊTRE ANALYSÉS.**

**UNE ATTENTION PARTICULIÈRE EST APPORTÉE À LA PRESSION QUI DOIT ÊTRE LA PLUS FAIBLE POSSIBLE : ENCEINTE EN INOX, ROULEMENTS EN SAPHIRE (PAS DE LUBRIFIANT), JOINTS EN CUIVRE À USAGE UNIQUE...**

# SIMS VS AUTRES TECHNIQUES



Le SIMS est la technique d'analyse des solides la plus sensible (concentrations détectées très faibles)

La plus petite taille des objets analysables (résolution latérale) est de l'ordre de 100 nanomètres

# SIMS DOMAINES D'APPLICATIONS



CORROSION



SOUDURE



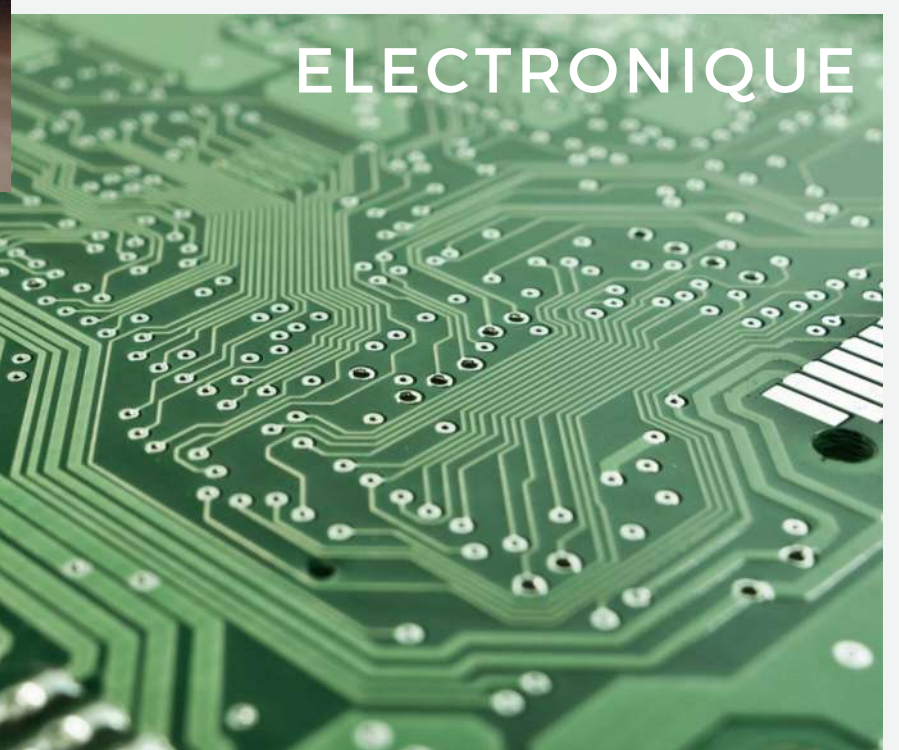
OPTIQUE



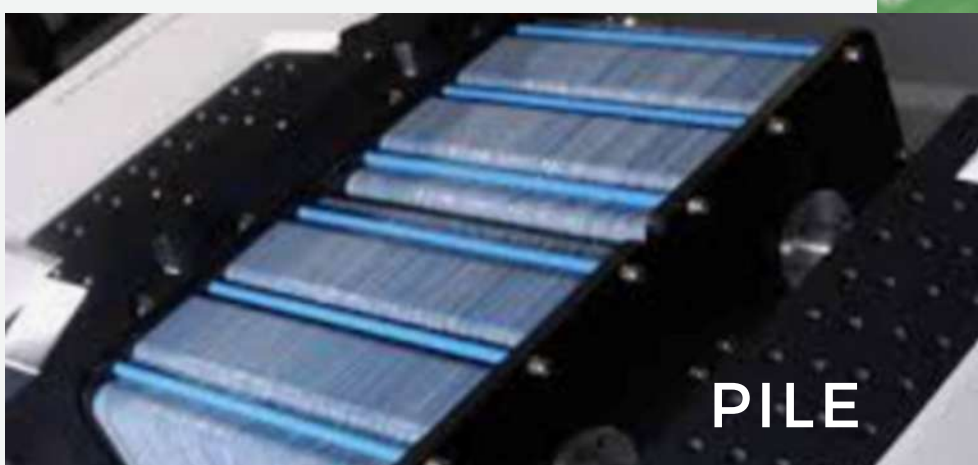
AUTOMOBILE



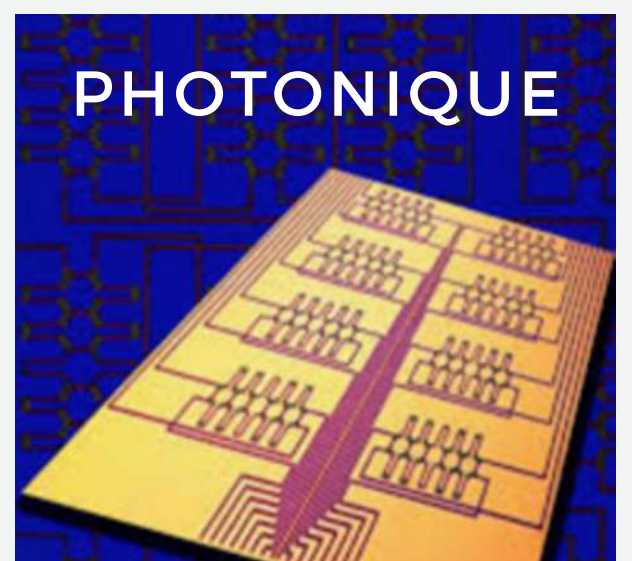
AÉRONAUTIQUE



ELECTRONIQUE



PILE



PHOTONIQUE

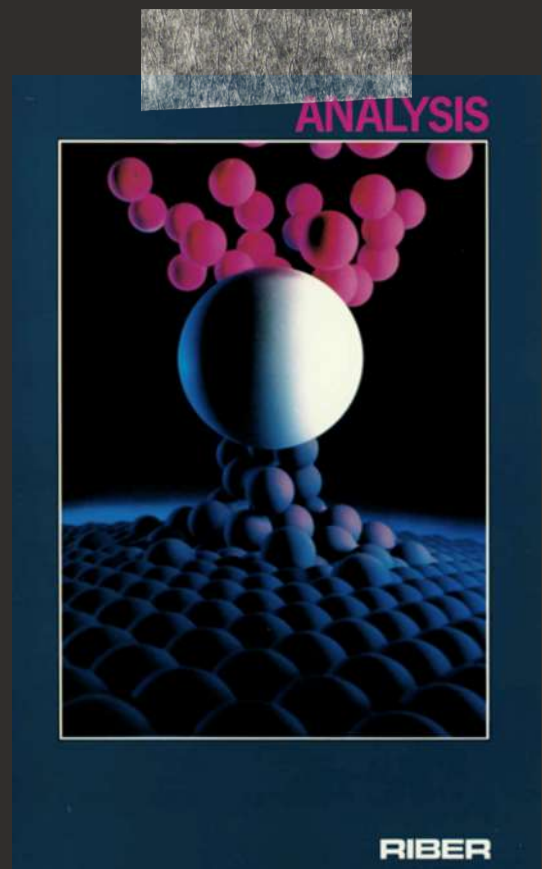


## SIMS UN PEU D'HISTOIRE...

La machine présentée ici a été acquise en 1989 par l'Université de Bourgogne pour le compte du Laboratoire Interdisciplinaire Carnot de Bourgogne



Cette machine (MIQ 256) était fabriquée par Riber une société française



**ANALYSIS application laboratory**  
The laboratory is equipped with an ion microscope, an Auger microscope, an Auger/ESCA spectrometer, a microprofiler and an IBS system (Fig. 20).

Fig. 20

### SIMS ANALYSES

Riber offers the following systems:

- the SMS 156 for static SIMS;
- the MIQ 256, under ultra-high vacuum with a quadrupole mass spectrometer;
- a range of combined SIMS/AES/XPS systems of the LAS series.

### ION MICROPROBE MIQ 256

Secondary ion mass spectrometry is a highly sensitive technique for both surface analysis and depth concentration profile determination. It also enables hydrogen to be analysed and can be performed on insulating materials.

To obtain optimum results, the sensitivity must be achieved through:

- clean, ultrahigh vacuum. The MIQ 256 operates at  $7 \times 10^{-10}$  Torr during analysis;
- use of a sensitive mass spectrometer;
- mass filtering the primary ion beam.

Figure 20 shows the sensitivity obtained in a concentration profile of magnesium in silicon. The detection limit is  $4 \times 10^{-11}$  at. cm<sup>-1</sup>.

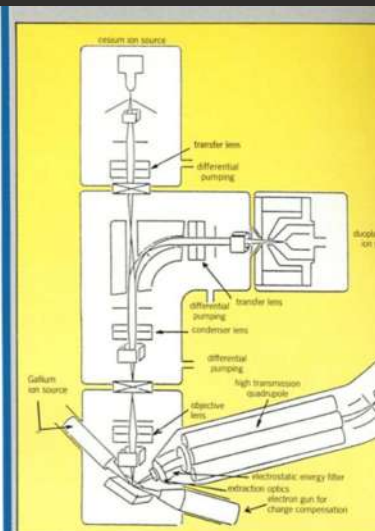


Fig. 19

# SIMS UN PEU D'HISTOIRE...

## THE SIA SERIES: AUGER AND ESCA ANALYSIS

The SIA (Surface & Interface Analyzer) systems are optimized for Auger, ESCA and ELS. They are of modular design and include:

- an ultra high vacuum chamber;
- an introduction chamber (several models available);
- a sample manipulator;
- an electron gun for Auger and ELS analysis (several models available);
- an X-ray source for ESCA;
- a computer control system for data acquisition and processing.

## NANOSCAN 50

The Ribet Nanoscan 50 is the only available Auger Microprobe simultaneously featuring a top level electron source, a high performance energy analyzer, and sophisticated computer controlled automation.

It offers:

- very high spatial resolution in SEM/SAM, thanks to a low energy, high brightness, electrostatically focused field emission gun of unique design which delivers a primary current of 1 nA into a 500 Å spot at 15 keV primary energy (10 nA into 1000 Å at 15 keV).
- high sensitivity and chemical information with the high-resolution, high-transmission, MAC 2 electron energy analyzer.
- ease of use and reproducibility through computer control of electron gun, digital scanning unit, electron energy analyzer and motorized sample holder (2" diameter), enabling automatic overnight operation. Deported processors are used to control the system and acquire spectra and SEM/SAM images. This enables true foreground/background operation for the main computer.

Great care has been taken with the system's ergonomics. Two work stations have been designed:

- the SEM/SAM control board commands electron gun parameters, scanning parameters and the digital image acquisition unit. This board, though interfaced to the computer, is manipulated in an analogical manner making system use simple and rapid.
  - the spectra acquisition and data treatment station houses the computer and peripherals. A high level of interaction is achieved through the mouse and powerful software featuring:
    - control of system electronics
    - control of the deported acquisition unit for transfer of spectra to the main computer, and processing
    - transfer of SEM or SAM images acquired by the digital image acquisition unit to the computer, and processing.
- An x-ray source for XPS and ion sources for sputtering are available as options.

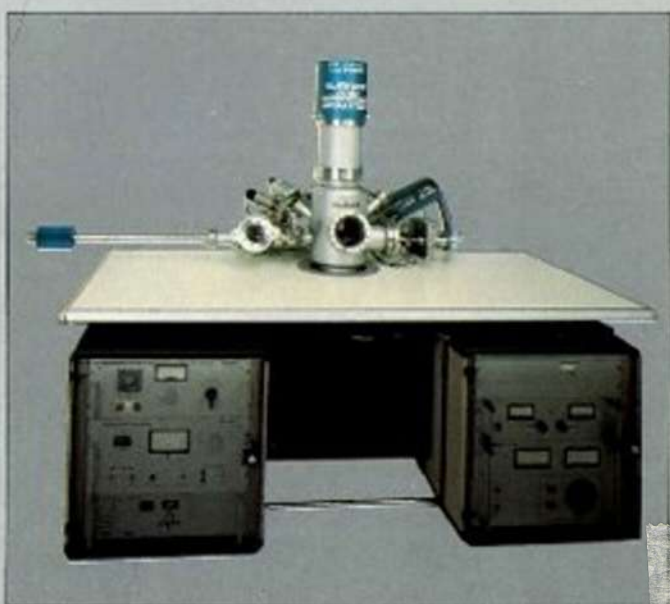
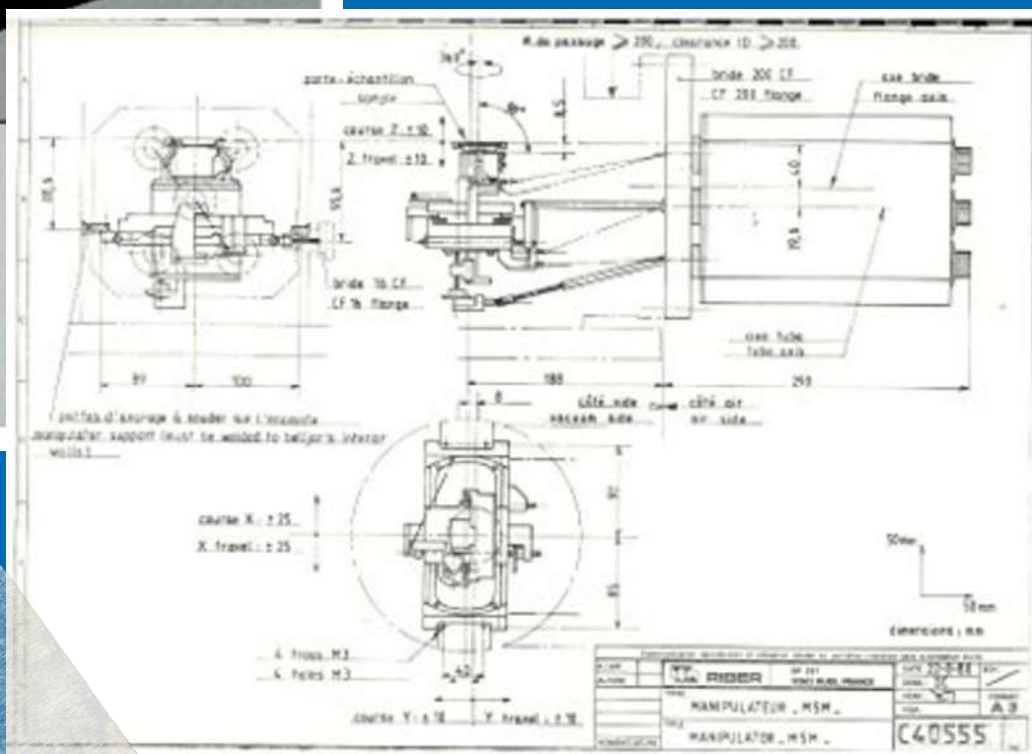


Fig. 14



# SIMS UN PEU D'HISTOIRE...

SIMS  
Microscope ionique  
(1968)

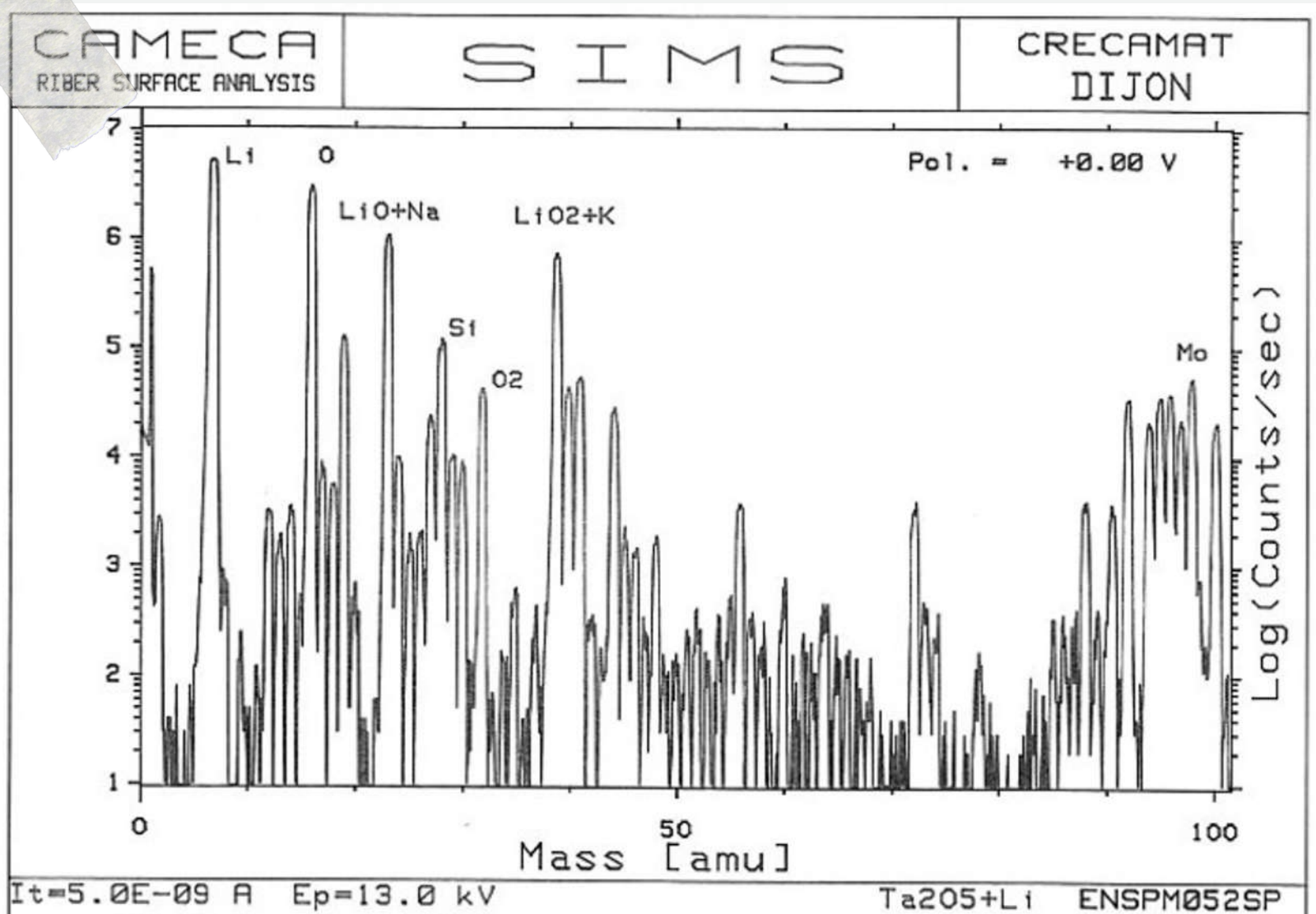


SIMS quadripolaire  
(1975)

SIMS quadripolaire  
(1984)

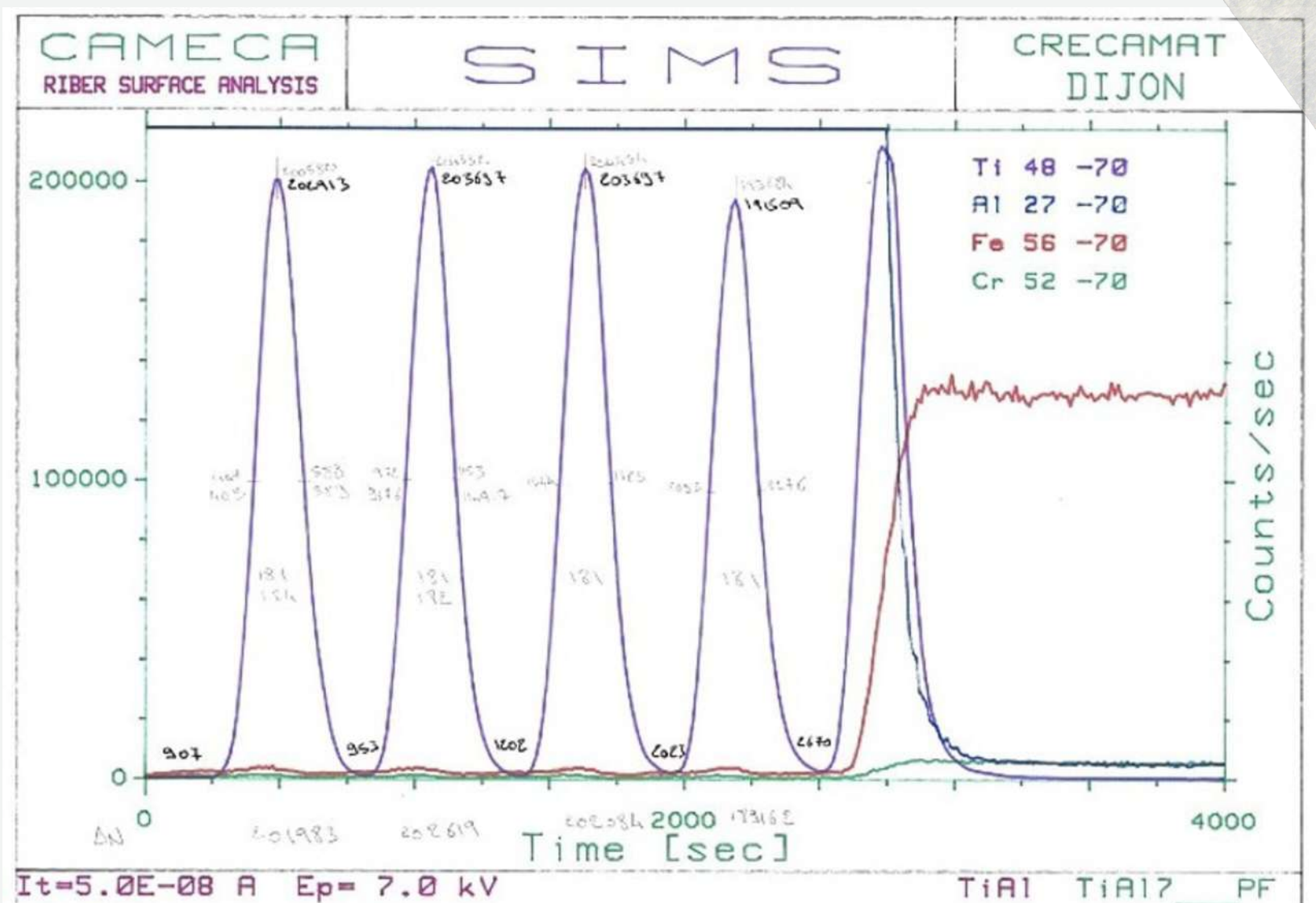


# SIMS EXEMPLES



SPECTRE DE MASSE OBTENU PAR SIMS SUR UN ÉCHANTILLON CONTENANT DU LITHIUM, DE L'OXYGÈNE ET DU MOLYBDÈNE.

(LES IONS SECONDAIRES SONT "RANGÉS" SOUS LA FORME D'UN SPECTRE PAR MASSES CROISSANTES)



PROFIL D'INTENSITÉS OBTENU PAR SIMS SUR UN ÉCHANTILLON MULTICOUCHES DE TITANE ET D'ALUMINIUM (ALTERNANCES)

LES IONS PRIMAIRES PULVÉRISENT L'ÉCHANTILLONS ET L'INTENSITÉ DES IONS SECONDAIRE EST MESURÉE EN FONCTION DU TEMPS DE PULVÉRISATION (ÉCHELLE DE TEMPS QUI CORRESPOND À UNE ÉCHELLE D'ÉPAISSEUR)

# SIMS EXEMPLES

IMAGES DE RÉPARTITION D'ÉLÉMENTS À LA SURFACE D'UN ÉCHANTILLON

LES IONS PRIMAIRES BALAIENT LA SURFACE ET L'INTENSITÉ D'UN ION SECONDAIRE EST MESURÉE EN CHAQUE POINT DE BALAYAGE

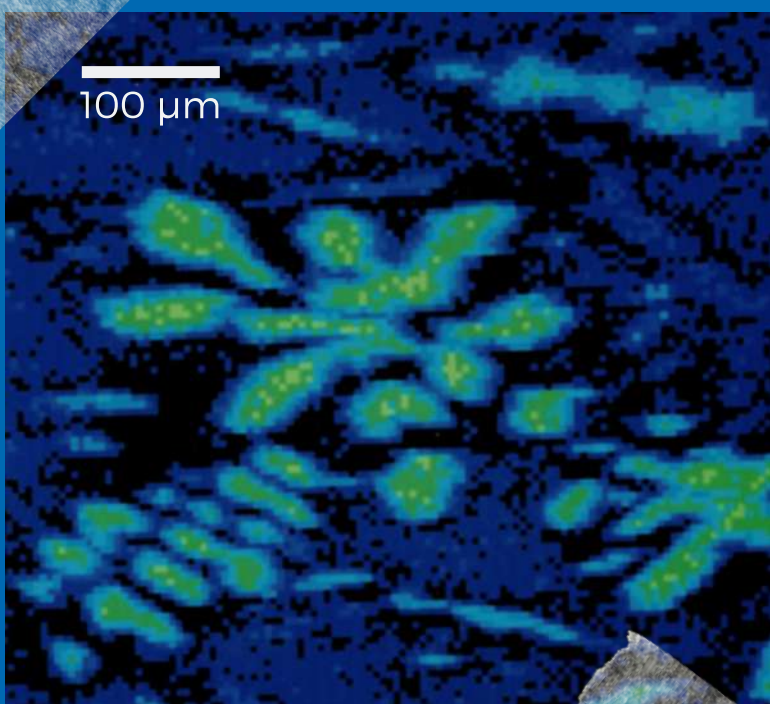
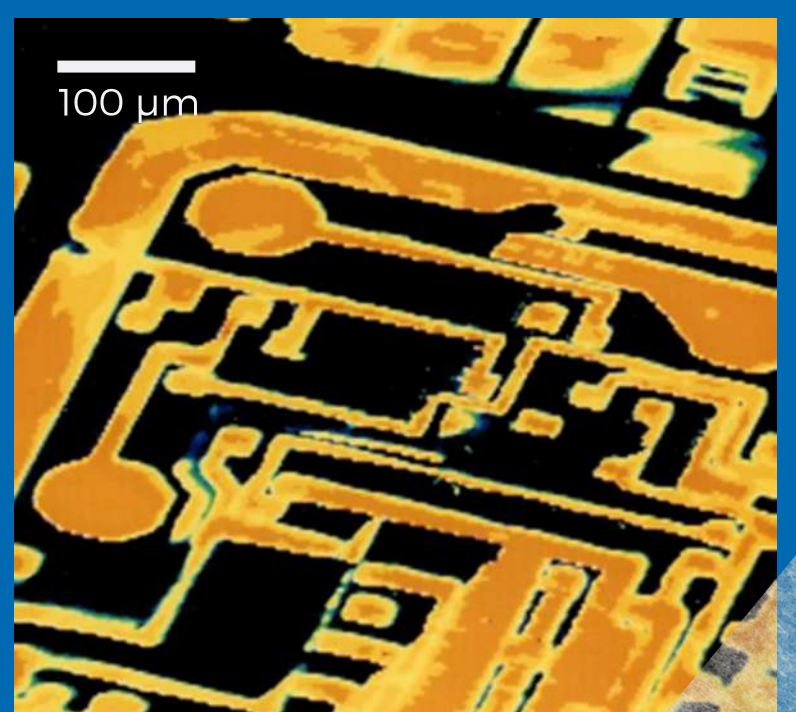


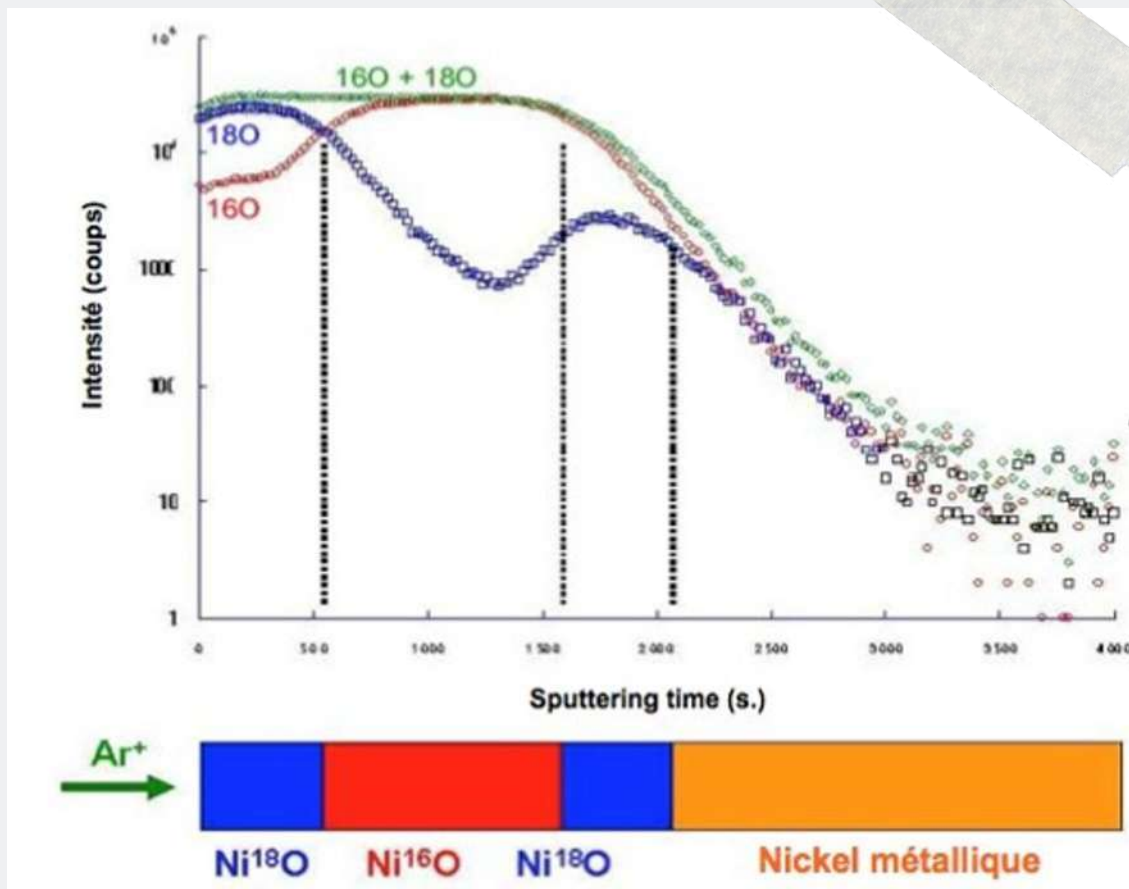
Image de répartition  
du nickel dans un  
bronze

Image de répartition  
De l'aluminium dans un  
circuit imprimé



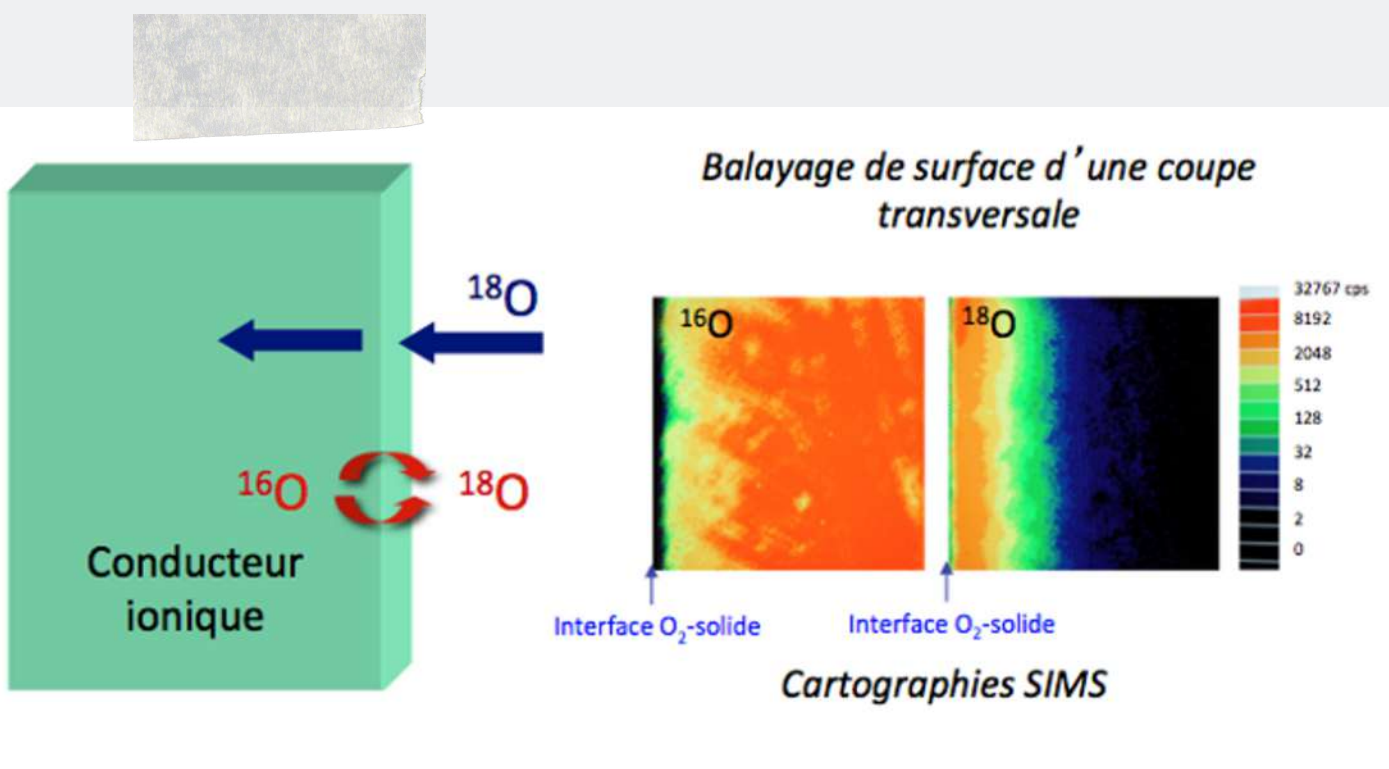
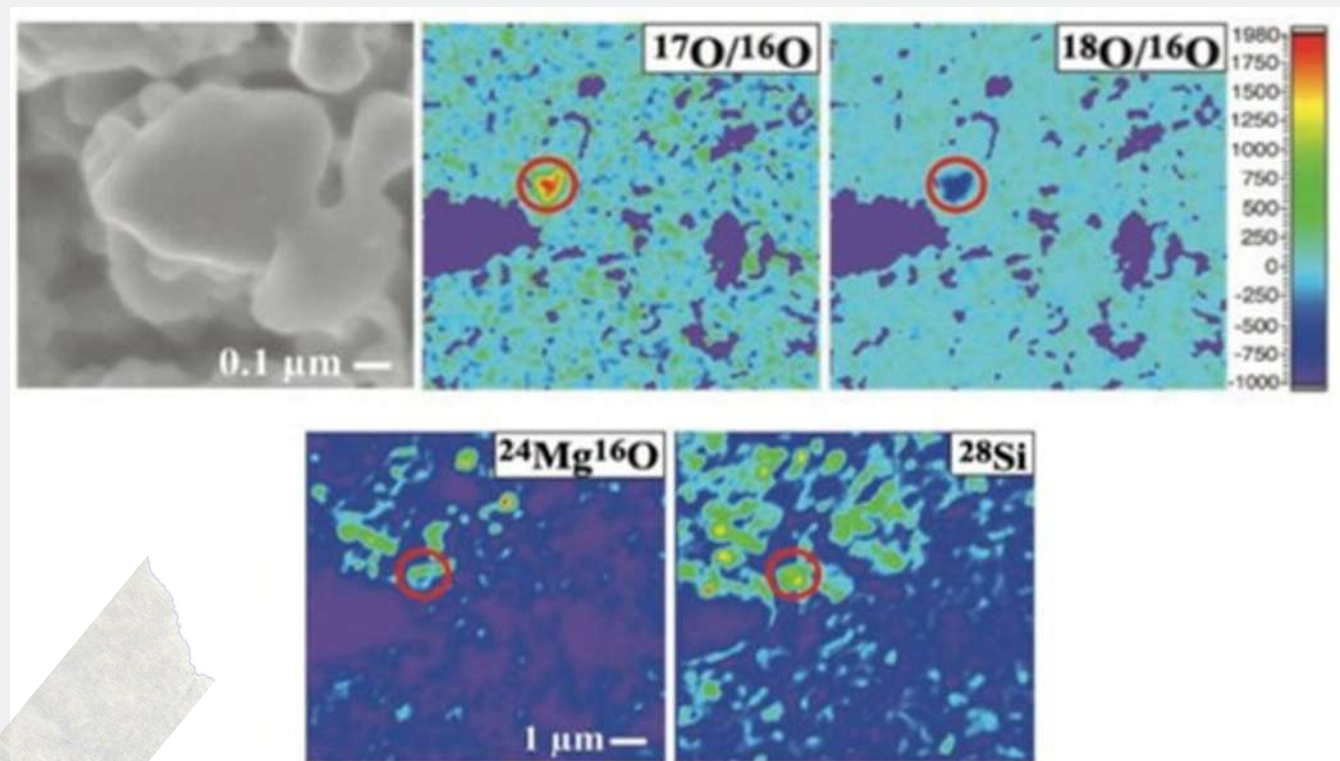
# SIMS EXEMPLES

MESURES DE RAPPORT ISOTOPIQUES ( $^{16}\text{O}/^{18}\text{O}$ )



Mécanismes d'oxydation

Datation de météorites



Diffusion de l'oxygène dans une pile combustible

# PRÉSENTATION À LA NUIT DES CHERCHEURS 2018

