



Le MEB-FIB : état de l'art, principe et applications

Lundi 4 décembre 2023

09h00 - 09h30 Accueil des participants

09h30 - 09h45 **Présentation générale du MEB-FIB** - Florence ROBAUT, SIMaP Grenoble INP

L'objet de cet exposé introductif est de présenter brièvement :

- la configuration géométrique des colonnes MEB, FiB et de l'échantillon
- le principe et l'intérêt de ce microscope double colonne
- les éléments qui le constituent
- ses différentes fonctionnalités

09h45 - 10h30 **Description des différentes sources et colonnes ioniques** - Frédéric CHARLOT, CMTIC Grenoble INP

Cette présentation aura pour but premier d'éclaircir le fonctionnement de différentes sources des canons ioniques (Ga, plasma pour les principales) et d'explicitier le fonctionnement des colonnes ioniques.

Le faisceau d'ions ainsi obtenu permet des usinages de qualité pour différentes applications.

10h30 – 11h00 Pause

11h00 - 11h30 **Revue historique du développement du FIB ; source d'ions à métal liquide (LMIS)** - Nicholas BLANCHARD, Institut Lumière Matière, Université Claude Bernard Lyon 1

Le développement des faisceaux d'ions focalisés a débuté quasiment en parallèle avec celui des faisceaux d'électrons focalisés.

Cependant, les instruments désignés sous le nom de FIB ont fait leur entrée dans le domaine scientifique et technologique beaucoup plus tard que les microscopes électroniques.

C'est surtout grâce aux avancées dans les sources électro-hydrodynamiques, plus communément connues sous le nom de sources d'ions à métal liquide (LMIS), notamment celles utilisant le gallium, que l'on a pu surmonter les obstacles technologiques entravant l'exploitation des faisceaux d'ions focalisés

Au cours de cette présentation, j'aborderai quelques étapes clés du développement des FIB et éclaircirai l'origine de certains termes couramment employés par ceux qui travaillent avec ces instruments.

11h30 - 12h00 Les matériaux préparés par FIB : limitations, artefacts, autres "bizarreries" et quelques solutions - Imène ESTEVE, IMPMC, Sorbonne Université, Jussieu Paris

Le FIB, comme toute technique de préparation, n'est pas exempte d'artefacts.

On peut en lister quelques-uns comme l'implantation ionique, l'effet rideau dit « curtaining » ou encore l'amorphisation.

Cet exposé explicitera, du point de vue des matériaux et des technologies, les phénomènes responsables de ces artefacts tout en proposant des solutions pour les éliminer.

Enfin, il s'agit également de montrer un bestiaire de « bizarreries » ou quand le résultat escompté n'est pas au rendez-vous !

12h00 - 13h30 Déjeuner libre

13h30 – 14h00 Assemblée Générale du GN-MEBA

14h00 – 14h30 Principes physiques mis en jeu au FIB, influence des conditions opératoires - Emmanuel CADEL, GPM, Université de Rouen

L'usinage par faisceau d'ions focalisés est aujourd'hui une méthode répandue de préparation d'échantillons notamment pour la microscopie électronique en transmission et la sonde atomique.

Différentes sources d'ions (Gallium, Xenon, Argon,...) permettent à l'utilisateur de façonner facilement un objet, rarement exempt de défauts, dans tout type de matériaux. Le Graal reste, encore et toujours, de réaliser un échantillon représentatif du matériau d'origine.

Après une présentation succincte des principes physiques de l'interaction ion-matière, l'influence des conditions opératoires sur la qualité des objets obtenus sera discutée : nature de l'ion incident, tension d'accélération, courant, angle d'incidence, nature de la cible, température, ...

Des exemples de préparation, à température ambiante ou en mode cryo, viendront illustrer cet exposé.

14h30 – 15h00 FIB 3D : applications et défis dans le domaine de la microélectronique, des énergies nouvelles et de la biologie - Constantin MATEI, LETI CEA Grenoble

Le principe de cette technique est basé sur l'acquisition successive et la compilation d'images MEB afin d'obtenir un volume 3D de l'échantillon.

Le FIB génère par gravure localisée des vues transverses (cross sections) dont le pas entre deux vues peut varier de quelques nanomètres à quelques dizaines de nanomètres en fonction de la résolution recherchée.

Les images MEB sont ensuite réalignées pour obtenir un volume en 3 dimensions.

Cette technique offre également la possibilité de générer des vues orthogonales aux plans de coupes pour imager des interfaces par exemple.

Certains traitements de données peuvent donner accès à des informations sur la porosité ou sur des défauts.

Cette présentation aura pour but d'expliquer la technique, de donner quelques exemples pratiques et les défis sur des échantillons en microélectronique, dans le domaine des énergies nouvelles et de la biologie.

15h00 – 15h30 Le MEB-FIB "cryo" : un véritable couteau suisse pour le biologiste - Benoit GALLET, IBS Grenoble

Le cryo-MEB-FIB est un instrument popularisé ces dernières années avec de nombreux travaux sur l'exploration de l'architecture cellulaire, notamment à haute résolution, en condition native.

Malgré les avancées technologiques, ces approches ne sont pas forcément évidentes et nécessitent du temps de développement.

Mais cet instrument offre de nombreuses autres applications en biologie que je mettrai en avant dans cette présentation.

15h30 – 16h00 Pause

16h00 - 16h30 MEB FIB plasma pour l'analyse 3D de "grands" volumes (visioconférence) - Alexis NICOLAY, CEMEF MINES Paris Sophia Antipolis

Après une rapide présentation de l'équipement du CEMEF (MEB-FIB plasma Xénon) et des possibilités offertes par cet équipement en termes de préparations et d'analyses volumiques, l'accent sera mis sur l'analyse de volumes de grandes dimensions.

Il sera notamment question de nano-tomographie FIB et d'EBS 3D sur des volumes ayant des dimensions de l'ordre de 100 μm de côté.

Bien que le plasma FIB permette aussi de travailler à faible courant, pour l'analyse de grands volumes, il est souhaitable de travailler avec des courants FIB élevés (typiquement entre 100 et 300 nA à 30 kV) pour obtenir des durées d'analyse raisonnables. Cependant, dans ces conditions de forts courants, les artefacts (comme le curtaining) produits lors de l'abrasion, peuvent détériorer significativement la qualité des données acquises.

En fonction des échantillons, des solutions permettent de limiter les artefacts de préparation FIB et donc d'améliorer la qualité des données collectées, tout en travaillant à courant élevé.

Un exemple détaillé sera présenté pour les superalliages base Ni.

16h30 – 17h00 Fonctionnement d'un laser femtoseconde installé sur le sas d'introduction d'un MEB FIB - David TROADEC, IEMN Université de Lille

Depuis l'apparition des microscopes à double faisceau (MEB-FIB), les constructeurs n'ont cessé d'en améliorer les performances : courant maximum, résolution spatiale, automatisation...

L'avènement des sources d'ions plasma a ainsi apporté un gain d'un ordre de grandeur sur la valeur du courant ionique (2-3 μA) assurant une abrasion plus rapide.

Malgré tout, il n'est pas possible de graver à l'échelle millimétrique dans un temps raisonnable.

Nous verrons dans cet exposé une alternative permettant de graver à cette échelle.

17h00 - 17h30 Dépôts assistés par faisceaux d'ions et d'électrons : mécanismes et aspects pratiques - Alexandra FRACZKIEWICZ, LETI CEA Grenoble

Les dépôts surfaciques locaux de matériaux au sein d'un MEB-FIB sont devenus un aspect incontournable de l'utilisation de ces instruments. Il peut s'agir de dépôts assistés par faisceaux d'ions ou d'électrons, à des fins, entre autres, de protection de surface, de réduction des artefacts, ou de soudure entre deux éléments.

Cette présentation aura pour but d'expliquer les différents mécanismes qui régissent ces dépôts, d'illustrer les paramètres principaux qui permettent de les optimiser, et de fournir quelques exemples pratiques de leur utilisation.

17h30 – 18h00 Etapes d'usinage FIB d'un semiconducteur nitrure III-V pour l'obtention de lames MET en section transversale et en section plane - Marie-Pierre CHAUVAT, CIMAP Ensicaen

La caractérisation d'un matériau par MET requiert d'en extraire une lame très mince (de l'ordre d'une centaine de nanomètres). Le MEB-FIB est un outil idéal pour l'obtention de ces lames dont la localisation peut, par ailleurs, être définie de manière extrêmement précise.

On abordera ici, de façon technique, sur des semi-conducteurs nitrure III-V, les différentes étapes nécessaires pour obtenir des lames en coupe transversale (perpendiculaire à la surface), essentielles pour une première caractérisation.

Le cas des sections planes (lame parallèle à la surface ou à une interface) est, lui aussi, développé car les informations apportées sont complémentaires et parfois essentielles à la compréhension de certains aspects du matériau étudié.

Le semi-conducteur nitrure III-V est épitaxié sur substrat tel que saphir, carbure de silicium ou silicium.

Mardi 5 décembre 2023

09h00 – 09h30 Tomographie Tribeam (MEB-FIB-Laser) : un outil pour la reconstruction 3D de microstructures - Henry PROUDHON, Centre des Matériaux MINES Paris Evry

La microstructure contrôle l'essentiel des propriétés mécaniques des matériaux et la caractérisation tridimensionnelle de celle-ci joue un rôle de plus en plus important en microscopie.

Les techniques de caractérisation 3D ont fait des progrès considérables au cours des quinze dernières années notamment avec les techniques de tomographie qui permettent d'imager des volumes s'approchant du millimètre cube avec une résolution spatiale de l'ordre du micromètre.

Cette présentation sera principalement dédiée à la technique de l'ablation laser qui permet de reconstruire des volumes coupe par coupe.

Pour les matériaux polycristallins, la technique EBSD est compatible avec cette technique de l'ablation laser, ce qui permet d'obtenir l'orientation cristallographique et la forme des grains en 3D.

Un exemple sera présenté sur un matériau TiAl. Les résultats seront comparés à des mesures non destructives, obtenues sur le même échantillon, par tomographie aux rayons X en contraste de diffraction ce qui permettra de présenter les avantages et les inconvénients de chaque technique.

09h30 – 10h00 Réalisation à l'aide du FIB de microéchantillons dans le combustible irradié - Thierry BLAY, CEA Cadarache

Le combustible nucléaire sortant de centrales électriques est un matériau complexe à étudier. Il est d'une part dangereux car très irradiant et contaminant, et d'autre part, sous irradiation, il subit d'importantes évolutions physico-chimiques. Son étude nécessite des installations adaptées, et les outils de caractérisation doivent être modifiés et installés dans des cellules blindées étanches.

Au sein du laboratoire, la surface dédiée aux appareils de caractérisation est limitée, et la mise en œuvre de nouveaux moyens est un processus complexe, long et coûteux.

Dans cet environnement nucléaire, la réduction de la taille des échantillons peut être une approche très intéressante car elle permet de réduire la dangerosité du matériau. Les échantillons de petite taille peuvent être ensuite caractérisés sur des équipements situés dans d'autres laboratoires.

Plusieurs exemples de fabrication au MEB-FIB de microéchantillons seront présentés :

la fabrication de micro-poutres pour réaliser des essais mécaniques de flexion, le prélèvement d'un cube pour analyse sur synchrotron, la réalisation de lames MET et de pointes pour analyse par sonde atomique.

10h00 - 10h30 Nucléarisation d'un MEB-FIB pour l'expertise de composants issus de centrales nucléaires - Rémi MERCIER, Clara GABRIELA PANAIT, EDF CNPE Chinon

Après une présentation succincte des missions du laboratoire LIDEC d'EDF, nous détaillerons les modifications réalisées sur un MEB-FIB pour permettre son installation dans une cellule haute activité. Les accessoires, dont un détecteur TOF-SIMS, installés sur ce MEB-FIB seront également présentés.

Enfin, quelques exemples d'utilisation du MEB-FIB pour l'expertise de composants issus de centrales nucléaires seront présentés.

10h30 – 14h00 Exposition Constructeurs au Centre International de Congrès de Sorbonne Université (salle 102, Tour 44, 1er étage)

Pause-café et Buffet de midi offerts par l'ensemble des constructeurs et le GN-MEBA.

14h00 – 14h30 Imagerie 3D par tomographie MEB FIB - Développements récents MEB FIB SIMS 3D - Claudie JOSSE et Teresa HUNGRIA, Centre de Microcaractérisation Raimond Castaing Toulouse

La tomographie MEB-FIB est une technique d'imagerie tridimensionnelle qui combine un faisceau d'ions focalisés (FIB) avec un microscope électronique à balayage (MEB) pour obtenir des informations sur la structure interne d'échantillons solides. Elle permet d'obtenir une résolution suffisamment élevée pour visualiser des composants allant du micromètre jusqu'au nanomètre avec des volumes reconstruits pouvant atteindre plusieurs milliers de μm^3 .

Cette technique peut également être couplée à des systèmes analytiques, par exemple EDS-3D, EBSD-3D qui ne seront pas abordés lors de cet exposé, et SIMS-3D.

La Spectrométrie de Masse des Ions Secondaires (SIMS) est une technique de caractérisation qui permet l'analyse de la matière pulvérisée pendant la gravure FIB. Les ions secondaires formés lors de la pulvérisation sont extraits et analysés à l'aide d'un spectromètre de masse jusqu'à des niveaux à l'état de traces (inférieurs au ppm).

Lors de cet exposé, différents équipements et exemples de résultats seront présentés.

14h30 – 15h00 Essais micromécaniques dans un MEB-FIB - Eva HERIPRE, PIMM Arts et Métiers Paris

L'ajout à un MEB d'une colonne ionique, d'un micromanipulateur et d'un injecteur de gaz a permis de transformer nos microscopes en véritables micro-laboratoires de mécanique, rendant possible l'extraction et l'usinage d'échantillons de tailles micrométriques.

Ajoutez ensuite un capteur de force, trois platines de déplacement piézoélectriques, une équipe motivée avec de bonnes idées et vous pourrez solliciter mécaniquement ces échantillons.

Au travers de différentes applications, je vous montrerai les possibilités offertes par l'ensemble de ces outils afin d'analyser le comportement mécanique d'objets micrométriques. J'essaierai de mettre en avant les difficultés et astuces mises en œuvre à chacune des étapes : de l'usinage de l'échantillon jusqu'à l'essai mécanique et la mesure in-situ.

15h00 – 15h30 Le FIB et la sonde atomique tomographique au service de la caractérisation des joints de grains irradiés aux ions - Quentin BARRES, ONERA Châtillon

La caractérisation de joints de grains à la sonde atomique tomographie (SAT) nécessite une préparation d'échantillon soignée.

L'objectif est d'obtenir une pointe avec un rayon de courbure de 50 nm contenant un joint de grains dans ses 200 premiers nanomètres, ce qui implique l'utilisation d'un MEB-FIB.

Couplé à l'EBSD et à la configuration en transmission (TKD), cela permet d'avoir une caractérisation de la structure du joint de grains ainsi qu'un contrôle des différentes étapes d'usinage sous faisceau d'ions

15h30 – 16h00 Traitement d'images MEB-FIB et segmentation IA - Sabrina CLUSIAU, McGill University, Montréal

Les acquisitions 3D effectuées avec les MEB-FIB produisent des volumes à haute résolution dans tous les axes spatiaux, ce qui nous permet d'avoir un maximum d'informations sur nos échantillons.

En revanche, les tâches d'analyse et de traitement d'images qui suivent les acquisitions sont complexifiées par l'importante quantité de données générées, d'où la nécessité d'utiliser des logiciels de traitement d'images.

De plus, les acquisitions étant rarement parfaites, elles requièrent l'utilisation d'algorithmes de recalage, de filtrage de bruit et de segmentation.

De nombreux outils sont disponibles pour les utilisateurs ayant besoin de traitements et d'améliorations des images. Par la suite, comme il est souvent requis d'effectuer des analyses quantitatives, la segmentation des composantes est nécessaire. Cette étape peut être effectuée à l'aide d'une variété d'algorithmes incluant l'apprentissage profond.

L'apprentissage profond a révolutionné le domaine de la segmentation et c'est une approche que les microscopistes doivent connaître.

L'exposé couvrira les principales techniques à envisager pour le traitement d'acquisitions MEB-FIB

Fin des Journées pédagogiques