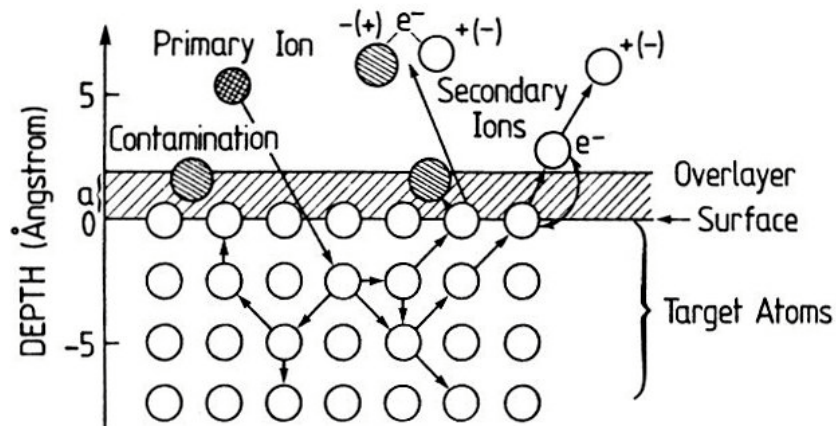


## Spectrométrie d'émission d'ions secondaires.

Secondary Ions Mass Spectrometry SIMS,  
Scanning Ion Microscope SIM.

### ➤ Principe.

**Analyse des ions secondaires** (masse/charge) produits par **pulvérisation ionique** de la surface de l'échantillon.



**Spectrométrie destructive - Pulvérisation** de la surface de l'échantillon par des ions primaires de grande énergie (1 à 10 keV)

*Cascades de collisions atomiques - Création de défauts - Implantation d'ions primaires - Désorption d'atomes, d'ions de la surface.*

La pulvérisation de la surface produit une émission d'ions (dits *secondaires* ~ 1%) et d'atomes neutres (~ 99%). La fraction ionisée est analysée, en termes de rapports masse/charge, par un spectromètre de masse.

- .ions monoatomiques à charge simple:  $A^+$ ,  $A^-$  (~ 95 %),
- .ions des isotopes naturels (abondance naturelle),
- .ions monoatomiques à charge multiple:  $A^{q+}$ ,  $A^{q-}$  (< 1 %),
- .ions polyatomiques homonucléaires:  $(A_m)^+$ ,  $(A_m)^-$  (< 1 %),
- .ions polyatomiques hétéronucléaires (composés):  $(A_m B_n)^+$ ,  $(A_m B_n)^-$  (< 1 %)...

## Spectrométrie d'émission d'ions secondaires.

### ➤ Principe - Intensité du signal d'ions secondaires.

L'intensité du signal d'ions secondaires  $I_{\text{ions secondaires A}} [A]$  d'un élément A est proportionnelle:

.à la densité de courant en ions primaires  $J_0 (Z_{\text{ions pri.}}) [A/L^2]$ ,

.à la surface pulvérisée  $S [L^2]$ ,

.à la fraction massique (resp. atomique) en élément A de masse molaire  $M_A$  de l'échantillon  $C_A = m_A/m$ , (resp.  $c_A = n_A/n = (M_{\text{éch.}}/M_A)C_A$ )  $[\emptyset]$ ,

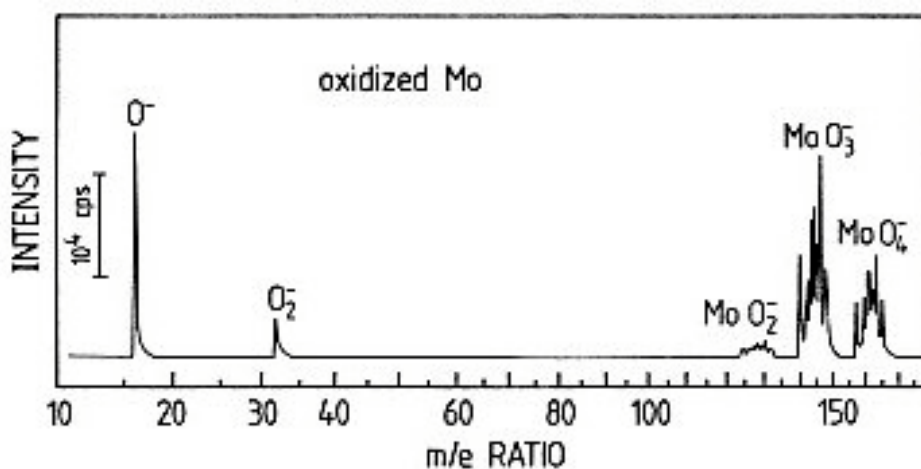
.au taux de pulvérisation  $Y_A(Z_{\text{ions primaires}}, Z_A)$  de l'élément A, soit le nombre d'atomes A éjectés par ion primaire incident  $[\emptyset]$ ,

.au **degré d'ionisation de l'élément A**  $\alpha_A(Z_{\text{ions pri.}}, Z_A)$ , soit la fraction d'atomes A éjectés sous forme d'ions  $(Y_A^+ / Y_A) [\emptyset]$ ,

.aux effets de matrice sur l'élément A  $M_A$ : modifications du taux de pulvérisation  $Y_A(Z_{\text{ions primaires}}, Z_A)$  suivant les natures respectives de la matrice et des ions primaires  $[\emptyset]$ ,

.au facteur de transmission du spectromètre  $\tau_A [\emptyset]$ ,

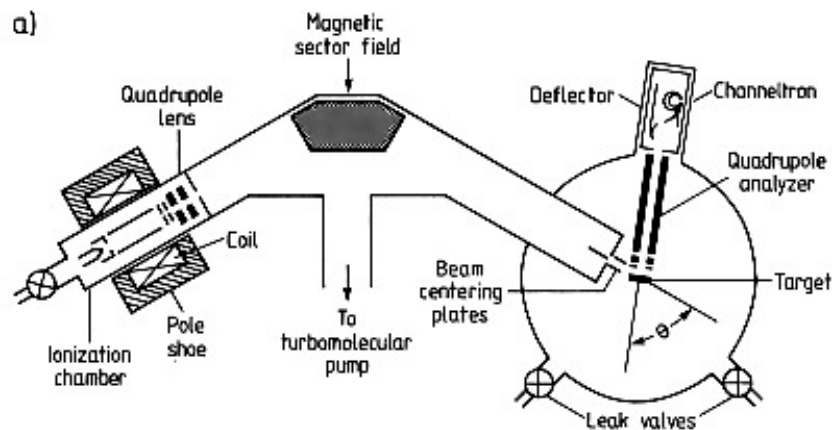
$$I_{\text{ions secondaires A}} \propto \frac{M_{\text{éch.}}}{M_A} J_0 S Y_A \alpha_A C_A M_A \tau_A$$



Spectre SIMS d'un échantillon de Mo après exposition à 100 Langmuirs (L) de  $O_2$ . A. Benninghoven FL 9496 Balzers - *Analytik* (1971) KG2.

## Spectrométrie d'émission d'ions secondaires.

➤ Mise en œuvre de la spectrométrie d'émission d'ions secondaires.



**Système ultra-vide** (Ultra-High Vacuum UHV)  $P \sim 1.10^{-10}$  mb

**Sources d'ions primaires (déterminent en partie Y, a)**

.Canons à ions (émission thermo-ionique) - Ions de gaz rares  $Ar^+$ ,  $Xe^+$  ...

.Sources à décharge plasma (*duoplasmatron*)  $O^-$ ,  $(O_2)^+$ ,

.Canon à ionisation de surface ou à métal liquide  $Cs^+$  ...

**Secteur magnétique (« monochromateur »)**

.Sélecteur de masse  $\Rightarrow$  faisceau monoionique,

**Spectromètre de masse** - Analyse en **rapport (masse/charge)**

Analyseur quadrupolaire (QMS), à secteurs magnétiques : résolution  $(m/e)/\Delta(m/e) \approx 10\ 000$ , à temps de vol (**T**ime **O**f **F**light).

Principe d'un analyseur **TOF SIMS** :

1) Accélération sous champ, 2) Mesure de la vitesse, soit  $\frac{1}{2}m\left(\frac{\ell}{t}\right)^2 = e\Delta V$ .

**Détecteur**

.Electrode de conversion + multiplicateur à dynodes (channeltron),

**Système d'acquisition et de traitement des données.**

## Spectrométrie d'émission d'ions secondaires.

### ➤ Applications de la spectrométrie d'émission d'ions secondaires.

#### .Analyse qualitative - Composition de surface (static SIMS),

*Analyse globale* faisceau de  $\varnothing$  millimétrique,

*Microanalyse* faisceau de  $\varnothing$  micrométrique,

Concentration massique minimale détectable  $\approx 0.01 \%$

#### .Analyse quantitative de surface (static SIMS) précision $\pm 20 \%$

Densité de courant d'ions primaires faible  $10^{-9}$  à  $10^{-10}$  A/cm<sup>2</sup>,

Taux de pulvérisation bas  $10^{-4}$  à  $10^{-5}$  MC/s,

Concentration massique minimale détectable  $\approx 0.01 \%$

#### .Etude de profils de concentration (dynamic SIMS)

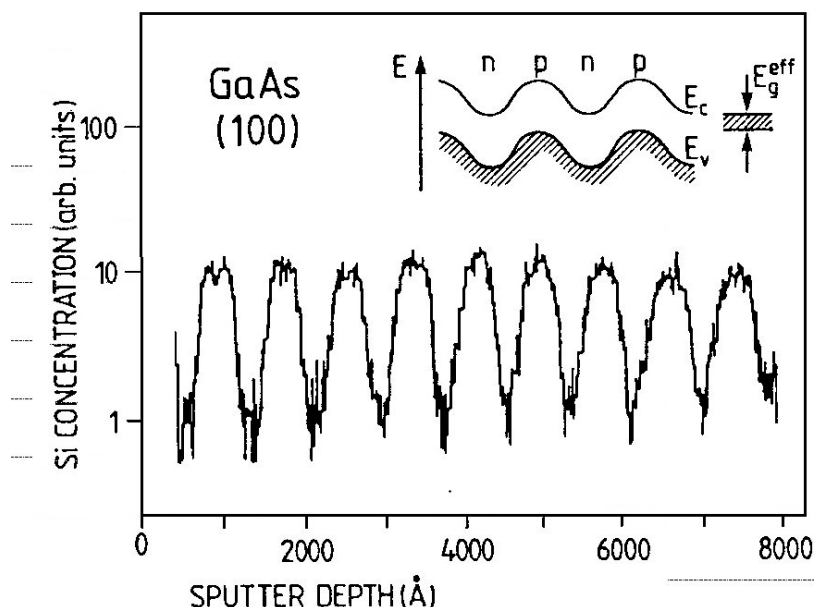
Densité de courant d'ions primaires forte  $10^{-4}$  à  $10^{-5}$  A/cm<sup>2</sup>,

Taux de pulvérisation élevés quelques MC/s,

Balayage du faisceau primaire (cratère à fond plat),

Concentration massique minimale détectable  $\approx 0.5$  ppm ( $1 \cdot 10^{-6}$ ),

Résolution en profondeur  $\approx 100$  Å.



Super-réseau GaAs(100) à dopage alterné: p (C), n (Si), dopage  $10^{18}$  atomes/cm<sup>3</sup>. H. Heinecke *et al.* *J. Crystal Growth* **81** (1987) 270.

## Spectrométrie d'émission d'ions secondaires.

### ➤ Applications de la spectrométrie d'émission d'ions secondaires.

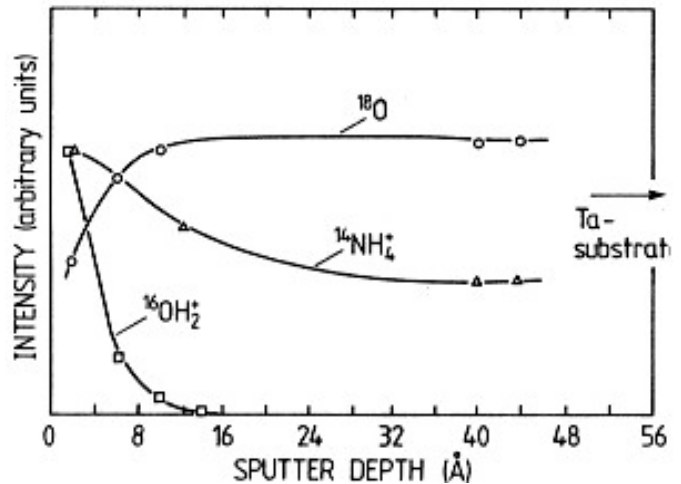
#### .Analyse isotopique - Résolution en masse excellente $\approx 10\ 000$ .

Profil d'un oxyde de Ta obtenu par oxydation anodique en solution aqueuse de citrate d'ammonium enrichie en  $^{18}\text{O}$ ,

Suivi de la masse 18 a.m.u (atomic mass unit) :

$^{18}\text{O}$	17.999161 amu,
$\text{H}_2\text{O}$	18.010565 amu,
$\text{NH}_4$	18.034374 amu.

R. Hernandez *et al.* *Rech. Aéronautique* 6 (1972)  
313



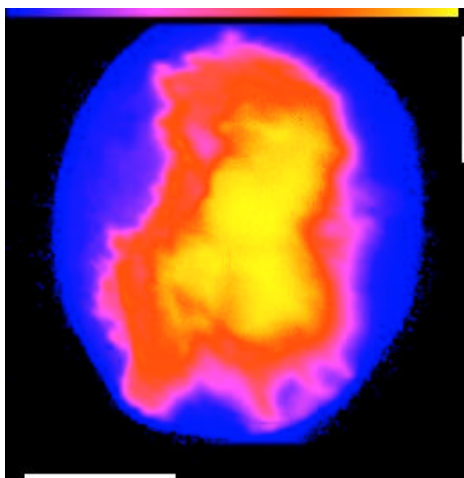
#### .Analyse d'éléments légers.

Analyse de *tous les éléments*, quel que soit leur numéro atomique Z, notamment les éléments légers H, Li, B...

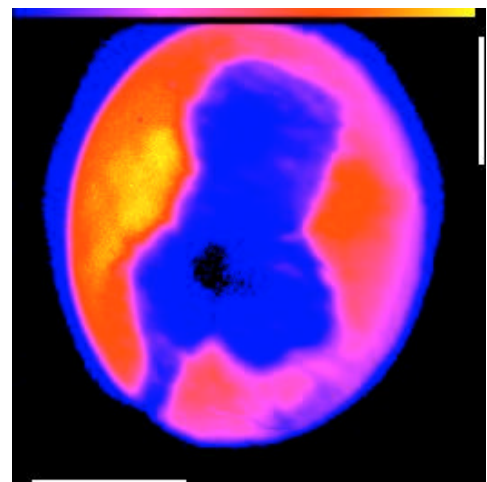
#### .Imagerie.

Microscope à émission ionique - Scanning Ion Microscope SIM  
- sensible chimiquement - résolution latérale  $\approx 1\ \mu\text{m}$ .

Détecteur MOS - Interplanetary Dust Experiment - LDEF NASA.



Signal Si masse = 28  
échelle 50  $\mu\text{m}$



Signal Al masse = 27  
échelle 50  $\mu\text{m}$