

BULLETIN n°5 – janvier 2005

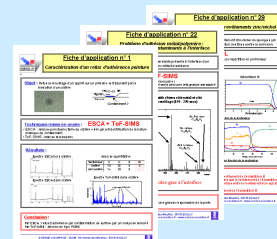
des nouvelles de l'activité – zoom sur les avancées ToF-SIMS
applications TEM et GD-OES



L'analyse de surface

Depuis sa création en 1985, Science et Surface a élargi son offre et propose aujourd'hui une gamme étendue de prestations en analyse de surface, par les techniques suivantes : ESCA/XPS - AES - ToF-SIMS - SIMS - SDL/GD-OES - MEB et MEB-FEG - MET et MET-FEG.

Sur notre site web (www.science-et-surface.fr), vous trouverez un descriptif des techniques et des exemples d'application. De nouvelles fiches d'application sont régulièrement mises en ligne.



La prise en charge

L'équipe de Science et Surface est à votre écoute pour vous apporter :

- un conseil,
- la proposition d'un programme d'analyse,
- l'établissement d'un devis,
- le traitement de votre étude en respectant délai, qualité et confidentialité.



L'équipe de Science et Surface : de droite à gauche, Brigitte Georges, Jacques Brissot, Carol Grossiord et Didier Parrat.

La formation en analyse de surface

Depuis 2002, Science et Surface a accueilli une cinquantaine de stagiaires. Deux sessions de deux journées de formation sont proposées chaque année. Les prochaines dates ont été fixées aux 5-6 avril et 8-9 novembre 2005.

Renseignements, programme et bulletin d'inscription disponibles sur notre site web, au 04 72 86 00 45 ou par e-mail à contact@science-et-surface.fr

Evolution de l'activité depuis 2000

Depuis 2000, nous observons une augmentation de notre activité. Parallèlement, de plus en plus d'entreprises nous font confiance.

Sujets d'étude en hausse : contamination – emballage – assemblage – remplacement du Cr VI dans les procédés de traitement de surface (voir application sur les couches anodisées, au dos)...



Zoom sur les avancées ToF-SIMS

La technique ToF-SIMS continue de connaître des avancées très substantielles dans ses performances. Les progrès actuels concernent principalement les sources qui ont connu une grande diversification ces dernières années.

Les sources d'or à métal liquide (LMIG), grâce notamment à la possibilité d'utiliser des sources d'ions Au_2^+ , Au_3^+ , ... avaient déjà permis d'améliorer sensiblement l'émission des fragments et ions moléculaires de masse élevée*. L'application directe est de diminuer fortement les temps d'acquisition pour la réalisation d'imageries moléculaires. En 2004, la société ION-TOF a proposé de nouvelles sources à métal liquide qui utilisent le bismuth en remplacement de l'or. Ces sources permettent de gagner encore au moins un ordre de grandeur dans l'émission d'ions secondaires "lourds" tout en conservant une excellente résolution spatiale (< 100 nm). En effet, le bismuth a la particularité de former des clusters Bi_3^+ beaucoup plus facilement que l'or (clusters Au_3^+). En outre, le choix des ions primaires peut être étendu jusqu'à Bi_7^{++} ! Il est donc fort probable que les sources d'or soient progressivement abandonnées au profit des sources de bismuth.

Les sources de Ga sont, quant à elles, toujours utilisées car elles présentent les meilleures performances en terme de résolution spatiale (< 50 nm). Enfin, les sources C_{60} semblent aussi assez prometteuses pour certaines applications, en particulier la réalisation de profils sur des couches organiques. Ces sources ne sont pas aussi ponctuelles que les sources à métal liquide (résolution spatiale de 3 à 5 μm), mais déjà des premiers exemples de profils organiques ont été récemment présentés à SIMS Europe 2004 (Münster).

*En effet, plus la masse de l'ion primaire est importante, plus le rendement ionique des ions secondaires de haute masse est élevé.

Grâce à son partenariat privilégié, Science et Surface continue de bénéficier des nouvelles évolutions de la technique. C'est ainsi que, depuis 2004, nous proposons des prestations ToF-SIMS avec la source bismuth.

APPLICATION

Apport des techniques MET (Microscopie Electronique en Transmission) et SDL (Spectrométrie à Décharge Luminescente) à la caractérisation de couches d'aluminium anodisé

Les procédés d'anodisation permettent d'améliorer les propriétés superficielles de l'aluminium et de ses alliages en augmentant l'épaisseur de la couche d'oxyde protectrice naturellement présente à la surface.

L'oxydation anodique chromique reste la technique la plus utilisée, par exemple dans l'industrie aéronautique. La couche ainsi formée présente une bonne résistance à la corrosion. Or, ce procédé est condamné à brève échéance pour des raisons liées à la toxicité du chrome hexavalent. De nouvelles couches anodiques contenant des inhibiteurs de corrosion sont donc à l'étude pour trouver un substitut non nocif au chrome hexavalent. Les modifications morphologiques des couches (augmentation des épaisseurs, diminution de la porosité...) ainsi que l'incorporation des inhibiteurs de corrosion dans ces films d'oxyde sont des paramètres qui peuvent expliquer des différences de tenue à la corrosion.

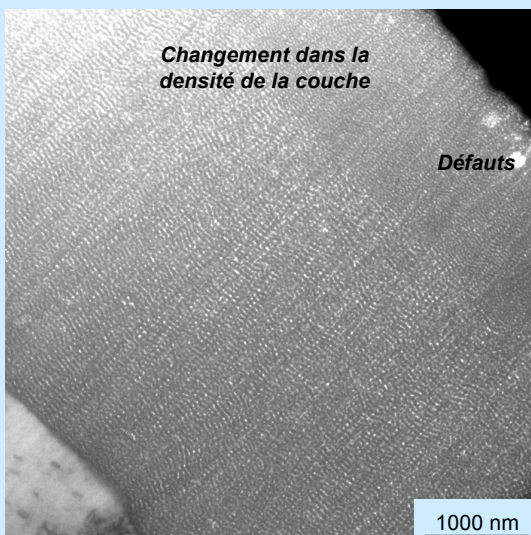


Fig.1 : observation MET de la totalité de la couche

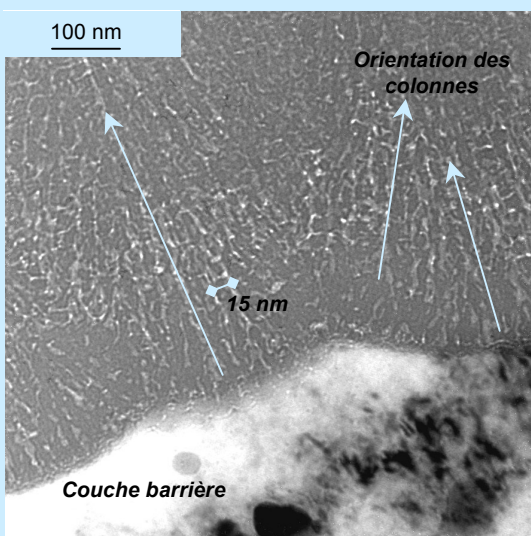


Fig.2 : visualisation de l'interface substrat/couche anodisée

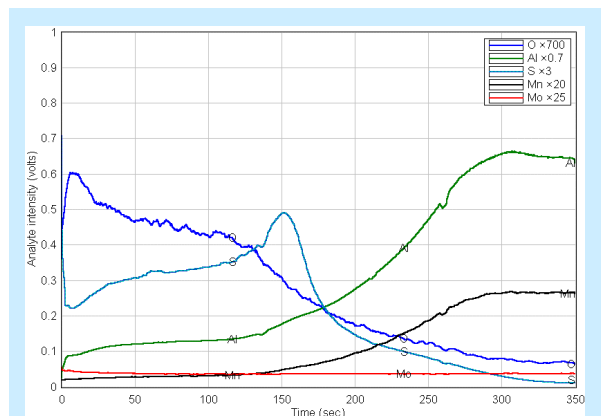


Fig.3 : profils SDL sur couche anodisée sans inhibiteur sur alliage 2024

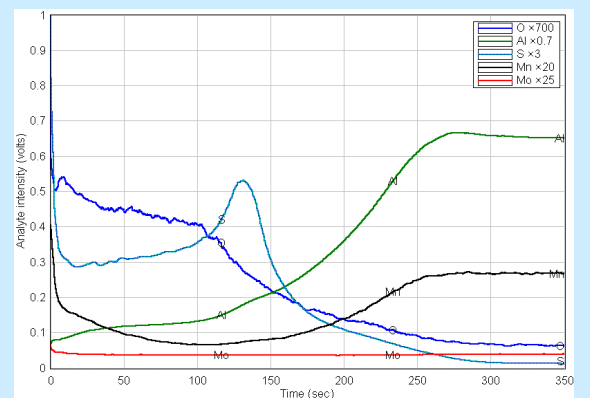


Fig.4 : avec incorporation de permanganate

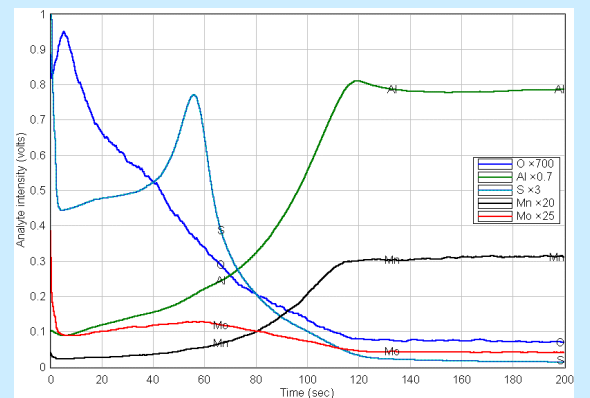


Fig.5 : avec incorporation de molybdate

La microscopie électronique en transmission (MET) et la spectrométrie à décharge lumineuse (SDL) permettent de caractériser les couches du point de vue :

- de leur structure : croissance colonnaire, homogénéité (fig.1), densité, taille des pores, épaisseur de la couche barrière (fig.2)...
- de leur composition chimique : incorporation des inhibiteurs de corrosion (fig.3 à 5), profondeur du colmatage...

