



Découpes au p-FIB et Ga-FIB de grains de météorites et astéroïde

Léna Jossé

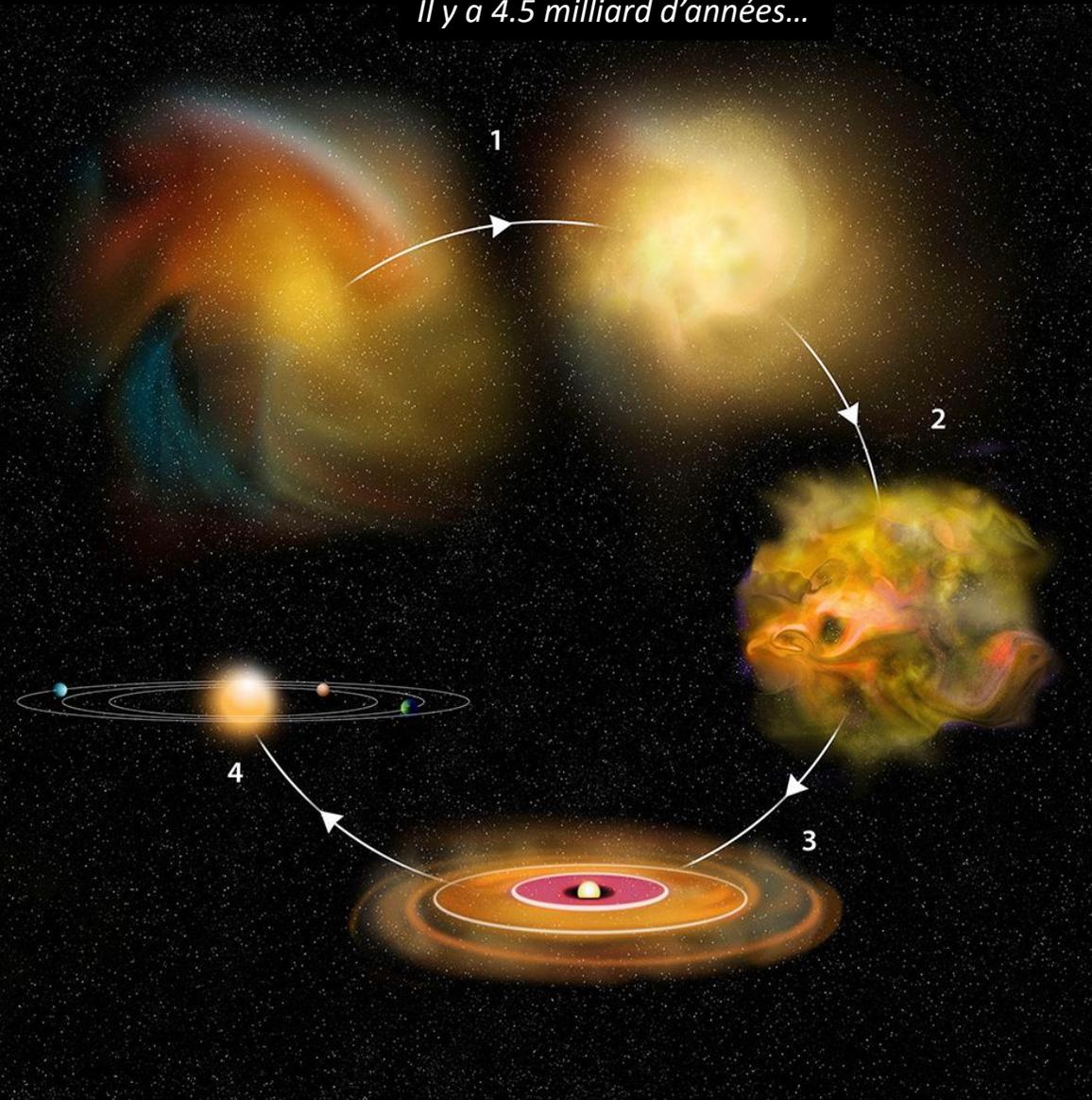
A. Aleon-Toppani, Z. Dionnet, R. Brunetto, E. Gardés, E. Heripré, F. Brisset, A. Tanguy, A. King, D. Baklouti, Z. Djouadi, C. Lantz & K. Hatakeda



CONTEXTE



Il y a 4.5 milliard d'années...

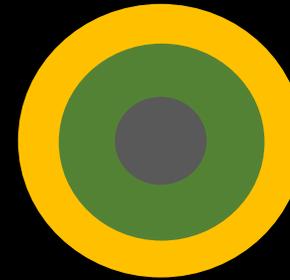


Accrétion

Taille grande = fonte

=> Différenciation

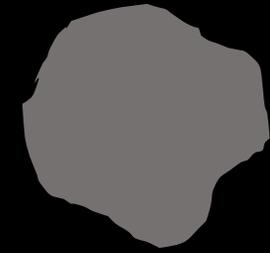
Planètes, gros astéroïdes...



Taille moindre = ~~fonte~~

=> ~~Différenciation~~

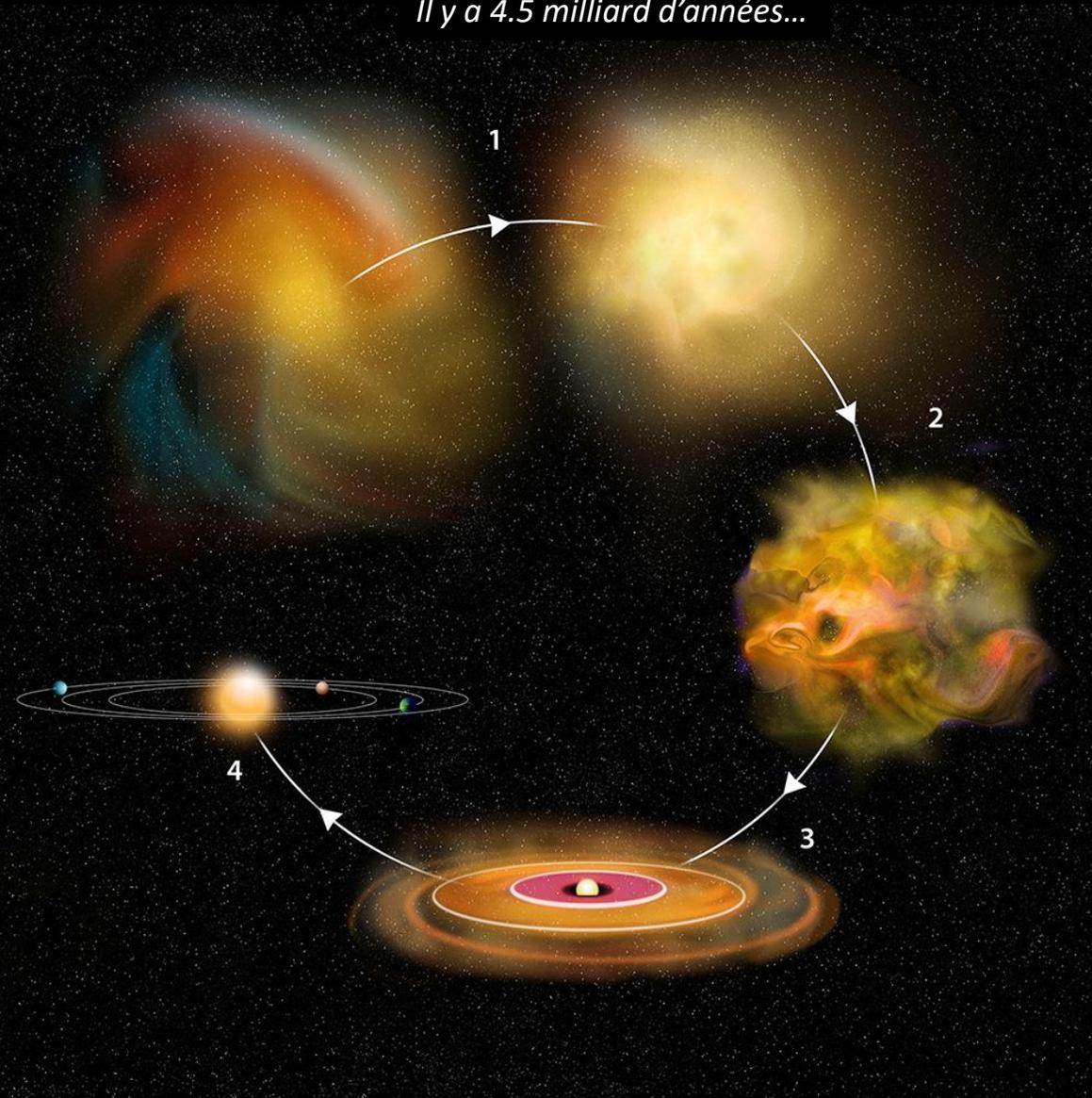
Comètes, astéroïdes



CONTEXTE



Il y a 4.5 milliard d'années...

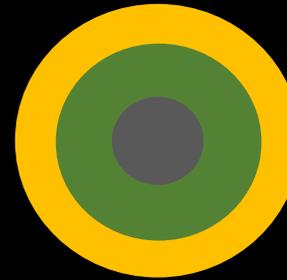


Accrétion

Taille grande = fonte

=> Différenciation

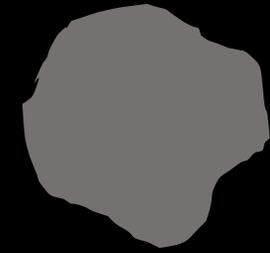
Planètes, gros astéroïdes...



Taille moindre = ~~fonte~~

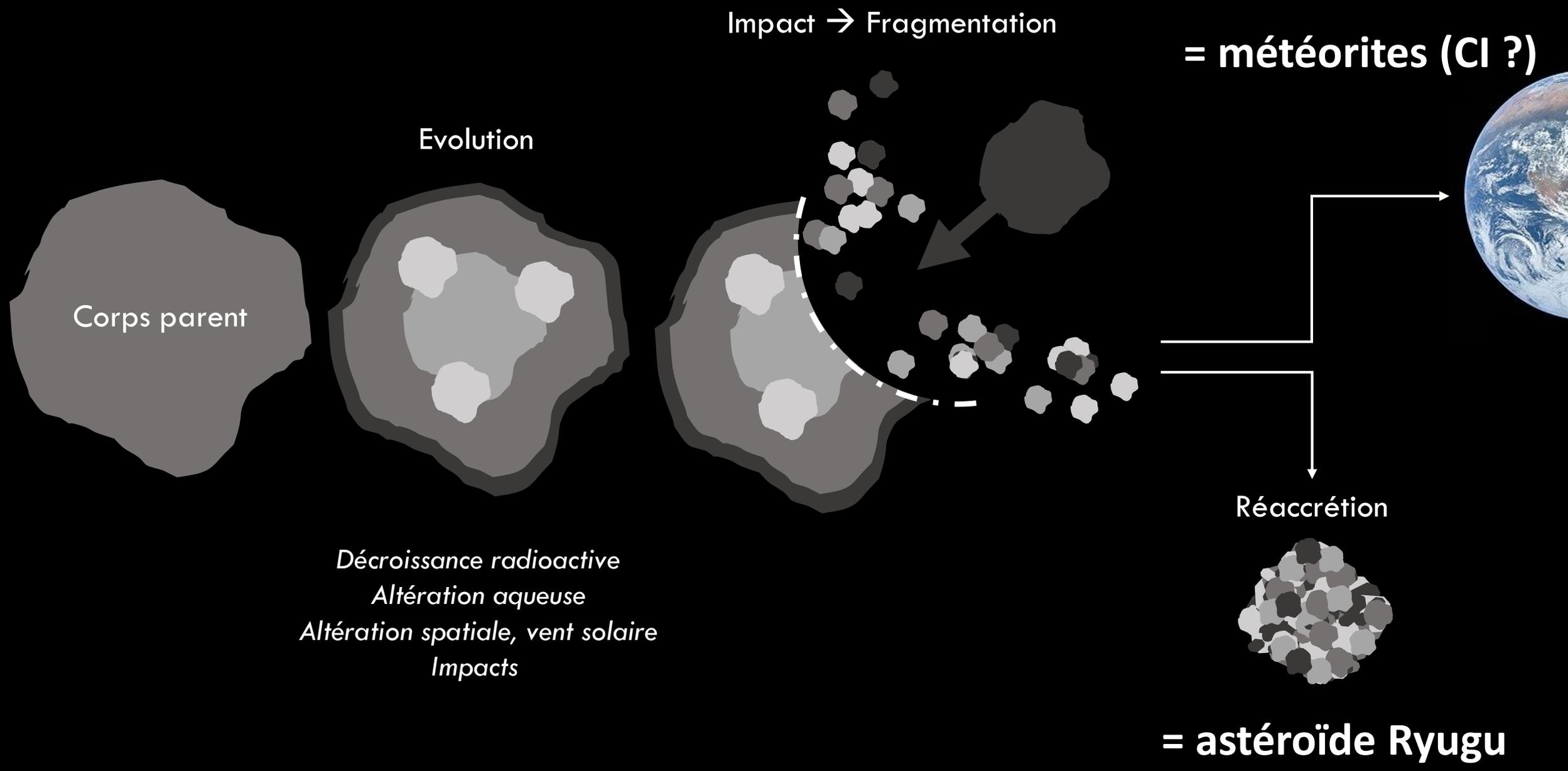
=> ~~Différenciation~~

Comètes, astéroïdes

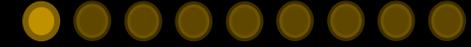


Primitifs, informations uniques!

CONTEXTE

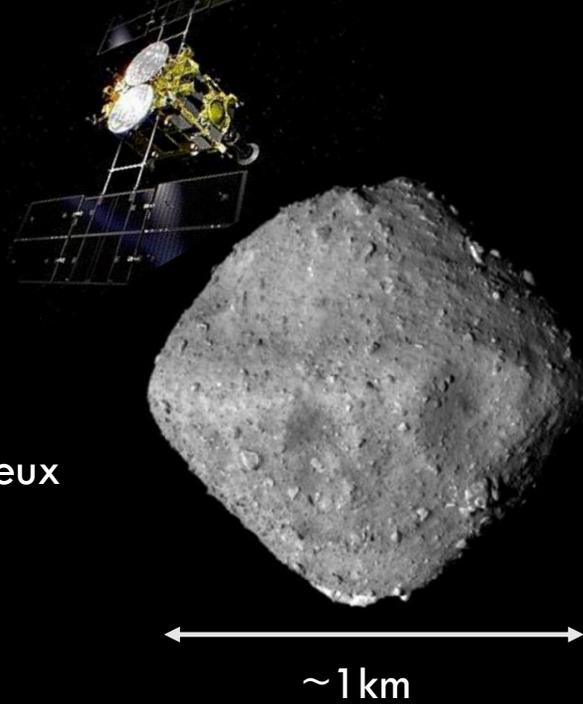


CONTEXTE



Astéroïde C Ryugu

- Indifférenciés = primitifs
- Carbonés, hydratés et poreux
- Cible Hayabusa2, retour échantillon (2020)

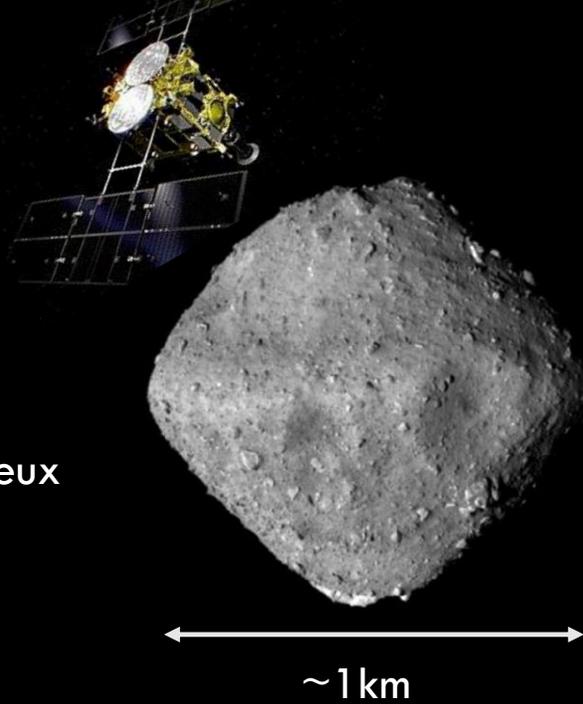


Credit: JAXA et NASA

CONTEXTE

Astéroïde C Ryugu

- Indifférenciés = **primitifs**
- Carbonés, hydratés et poreux
- Cible Hayabusa2, retour échantillon (2020)



Credit: JAXA et NASA



Orgueil, 14kg, tombée en 1864

Météorites CI

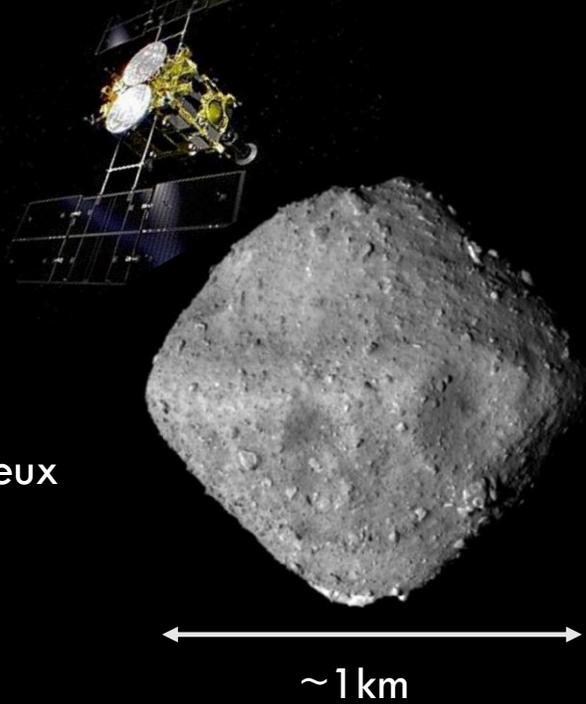
- Météorites les plus **primitives** !



CONTEXTE

Astéroïde C Ryugu

- Indifférenciés = primitifs
- Carbonés, hydratés et poreux
- Cible Hayabusa2, retour échantillon (2020)



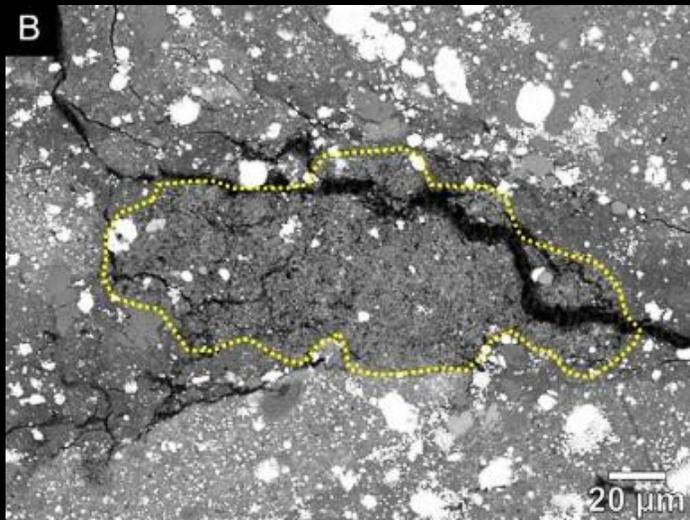
Credit: JAXA et NASA



Orgueil, 14kg, tombée en 1864

Météorites CI

- Météorites les plus primitives !

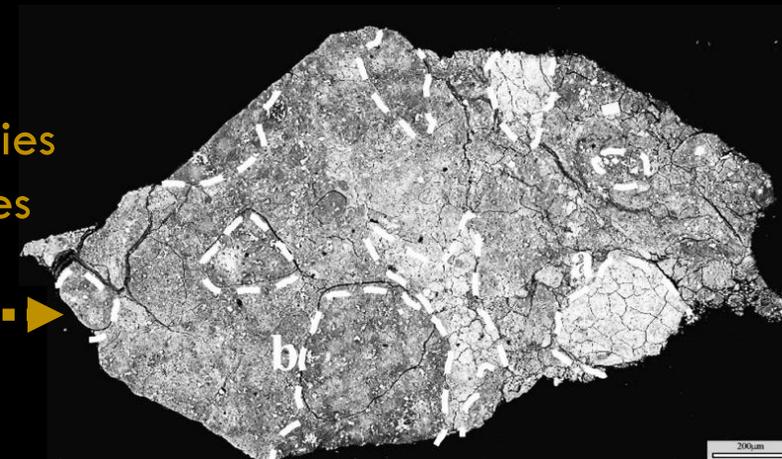


Nakamura, T+ 2022 ; Vis, NIR, MID, FIR

En 2D : brèches, fragments avec des lithologies variées → évolution et formation différentes



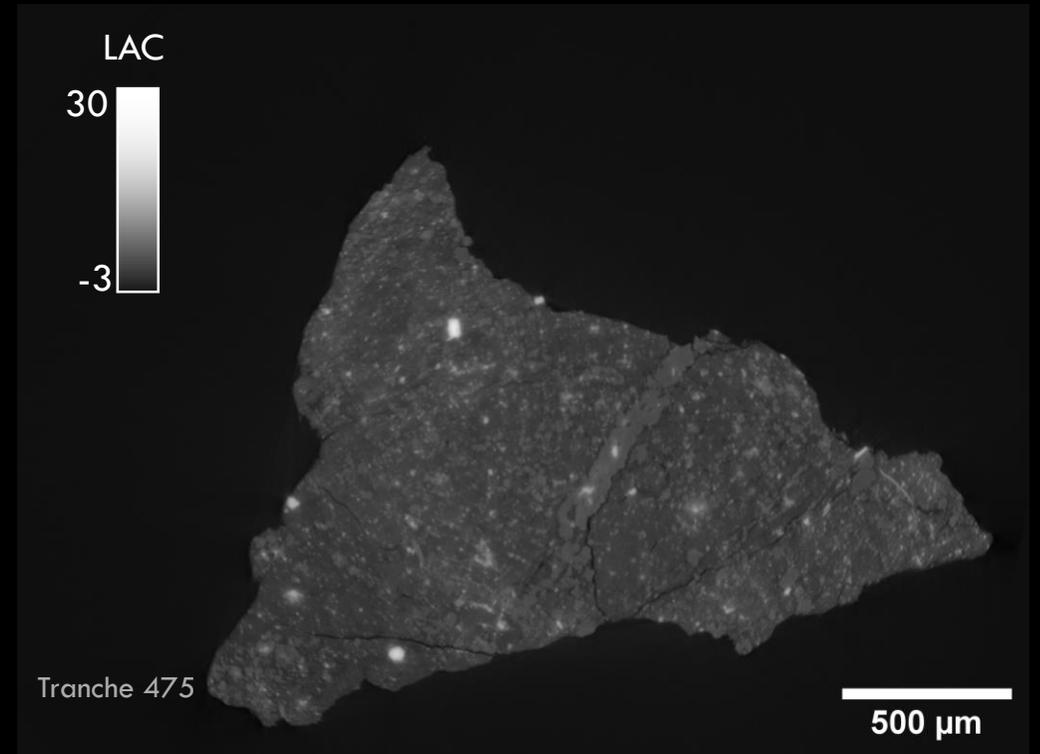
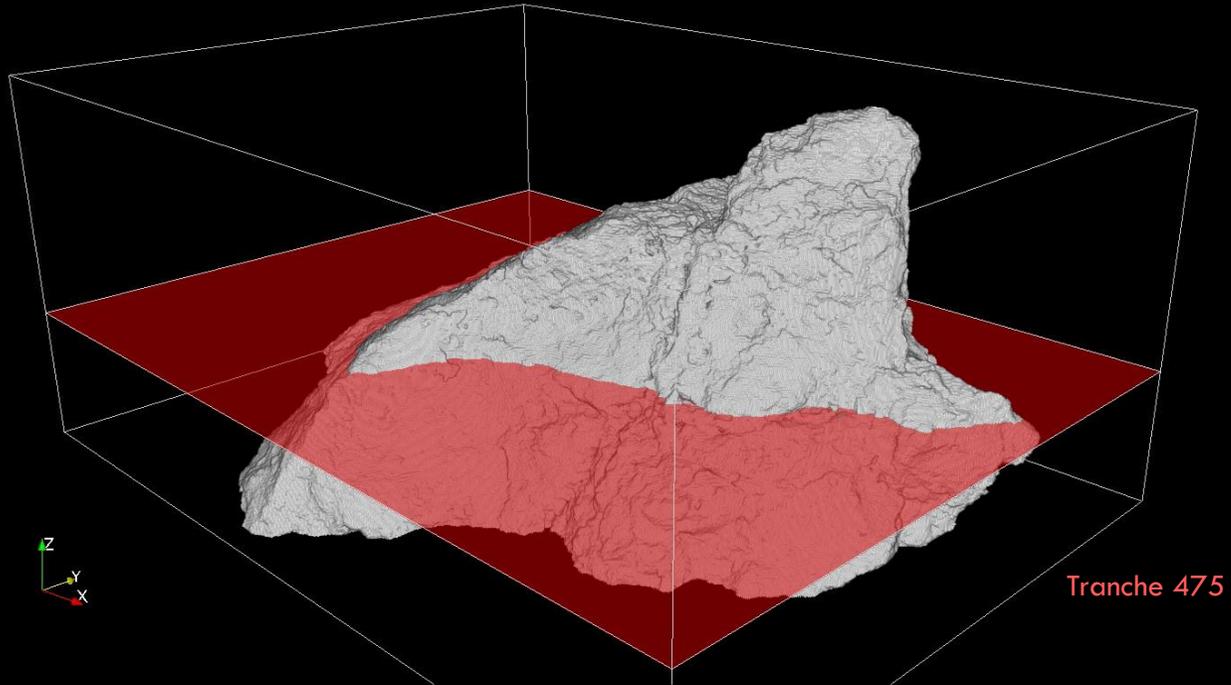
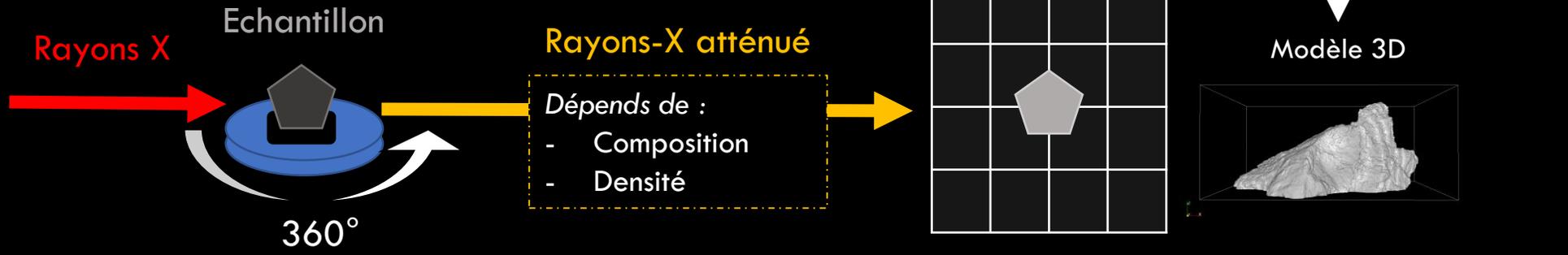
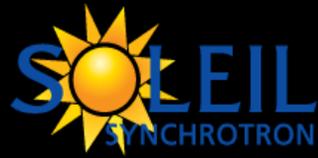
Silicates hydratés = phyllosilicates
Carbonates, sulfures, oxides, anhydres...

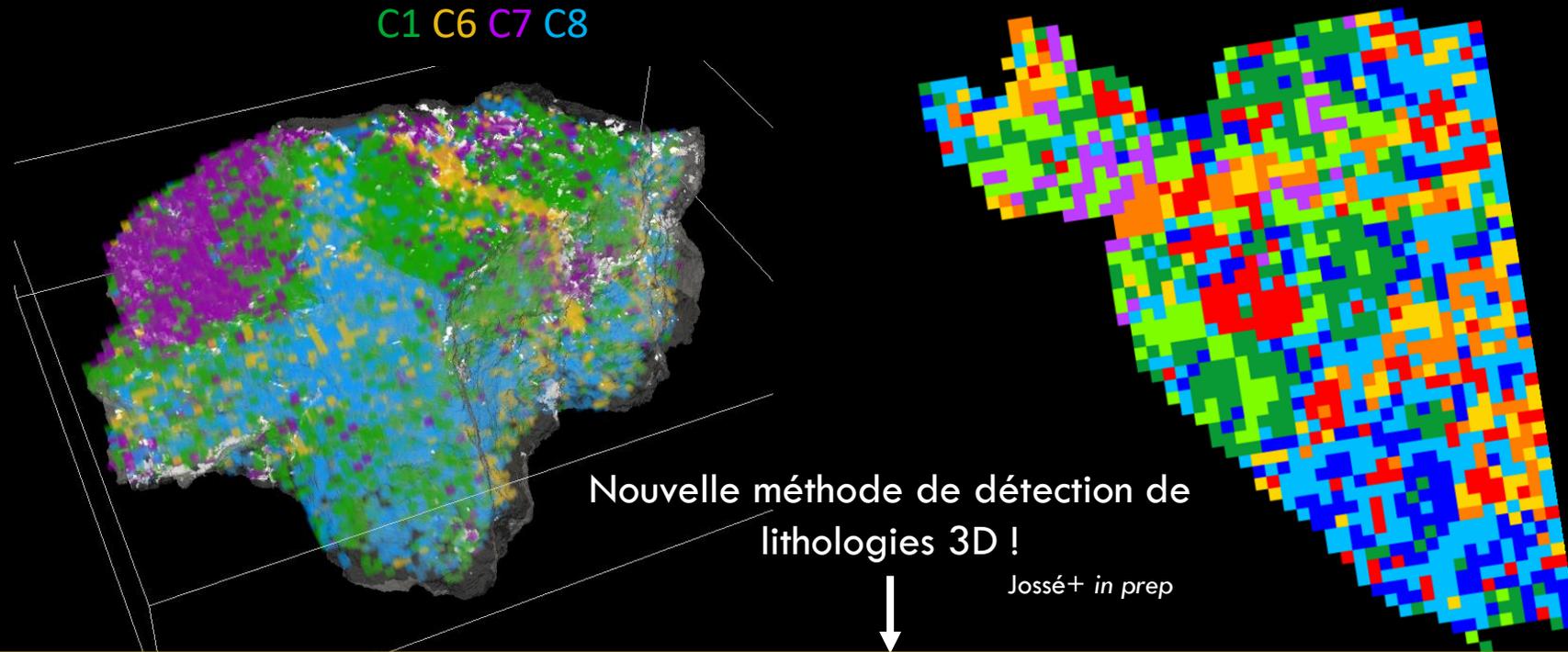


Morlok+ 2006 ; SEM, BSE, EDX, TOF-SMIS

→ Mieux comprendre les processus **altération aqueuse** et **bréchification** en **3D**

CONTEXTE



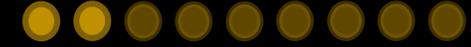


Découpes p-FIB et Ga-FIB

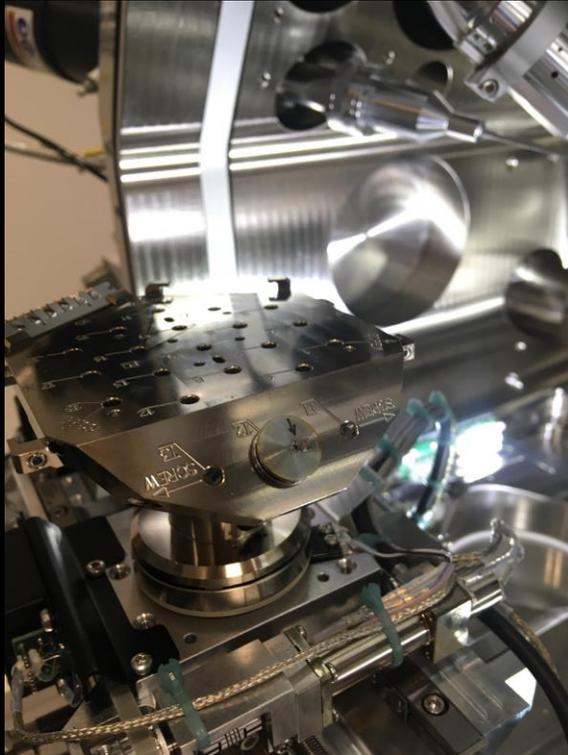
Pour pouvoir mieux comprendre la composition et structure des lithologies 3D:

- ❑ Extraction d'une tranche de plusieurs 100s μm au p-FIB
Vérification des lithologies, analyses MEB-EDX, IR, repérage...
- ❑ Extraire des cubes de plusieurs 10s μm au Ga-FIB
Même chose à plus petite échelle, analyses MEB, n-XCT, chimie élémentaire, IR...

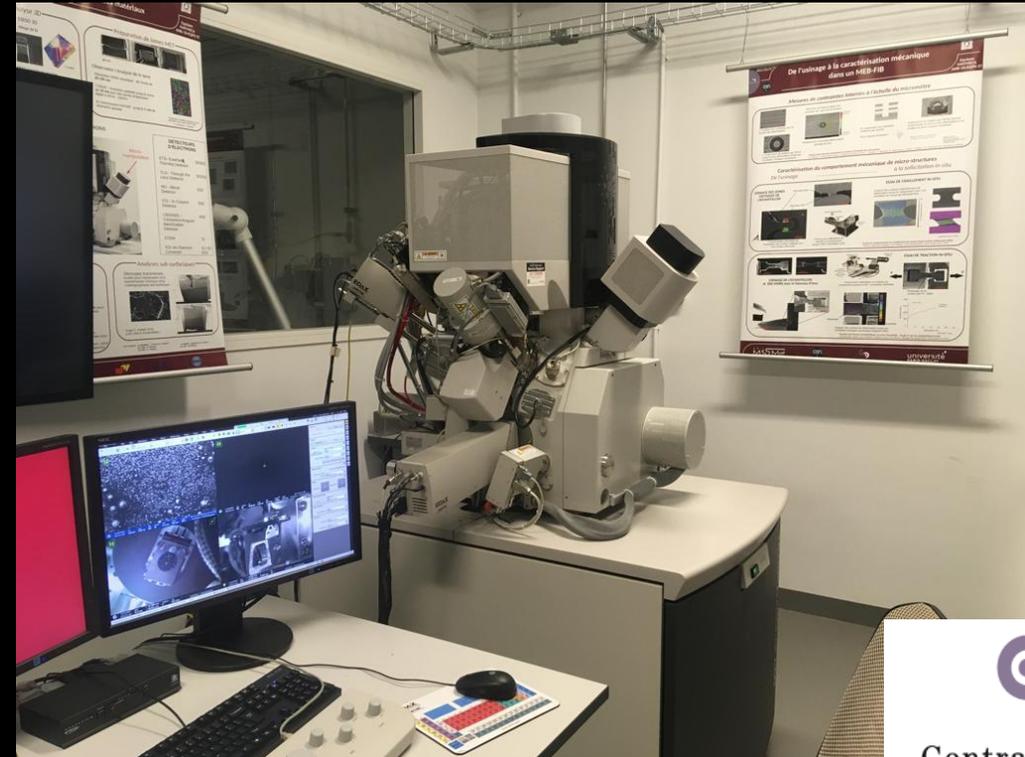
Instruments & préparation d'échantillons



Réalisation de surfaces millimétriques au Xe-pFIB:
Helios 5, ThermoFisher au LMV Clermont Ferrand avec
Emmanuel Gardès



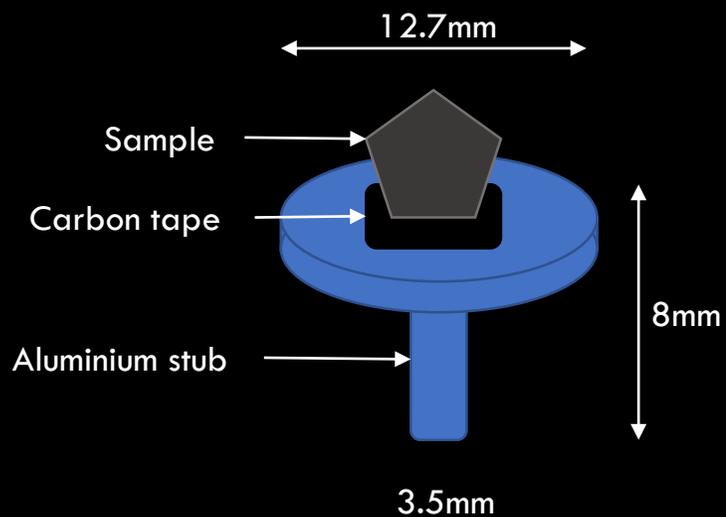
Extraction de cubes micrométrique au Ga-FIB :
FEI ThermoFisher Helios Nanolab 660 SEM-FIB à Centrale-
Paris (Université Paris-Saclay) avec Eva Héripéré



Instruments & préparation d'échantillons

Recette :

- Stub alu + scotch carbone + délicatesse
- Pas de pinces !
- Croire en l'efficacité du scotch

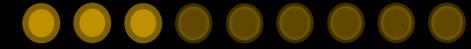


Orgueil – IPAG3

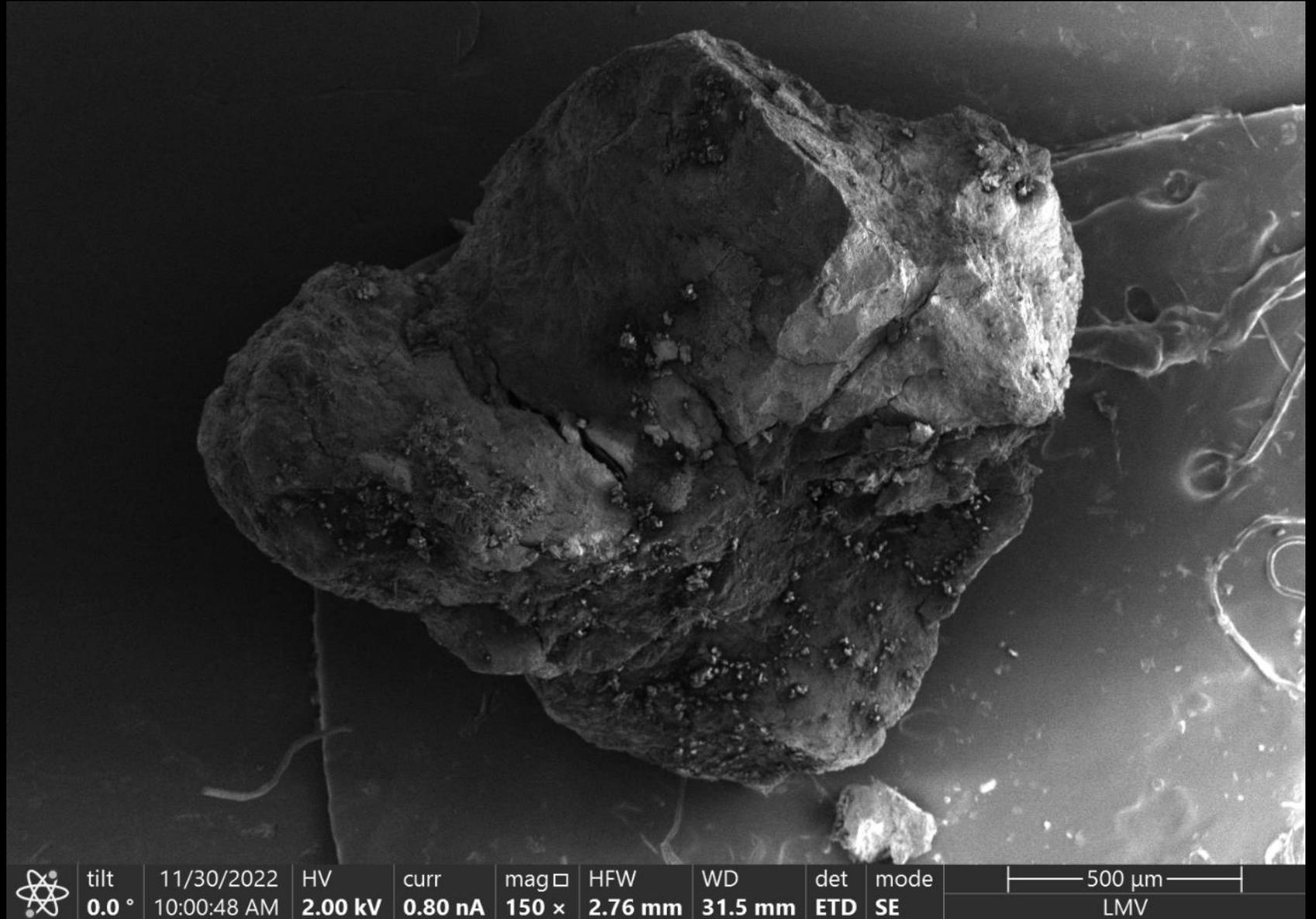


Métallisation carbone : 5s x différents angles

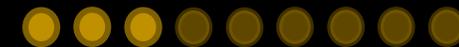
Extraction d'une section 100s μm : 1ers tests



Météorite Orgueil - IPAG3 - cut1



Extraction d'une section 100s μm : 1ers tests



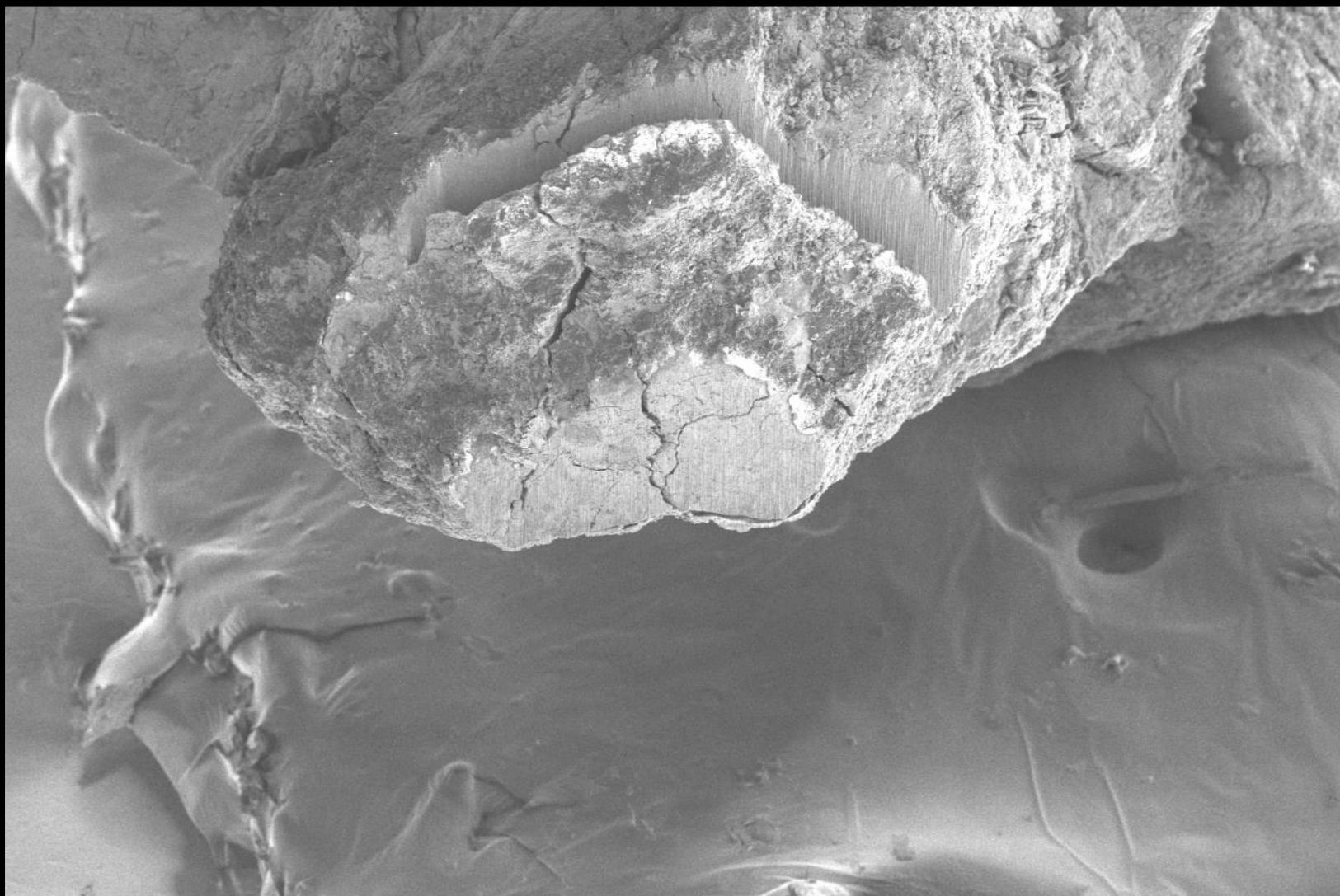
Tension : 30kV ; mode = rectangle

Face avant:

- courant 60nA \rightarrow 500nA
- Fractures++

Face arrière:

- Courant plus intense : 500nA \rightarrow 2500nA
- 50 μm de large pour éviter la redéposition mais, inévitable



	tilt	11/30/2022	HV	curr	mag \square	HFW	WD	det	-----200 μm ----- LMV
	50.0 $^\circ$	4:48:23 PM	2.00 kV	0.80 nA	350 \times	1.18 mm	4.2 mm	ETD	

Extraction d'une section 100s μm : 1ers tests



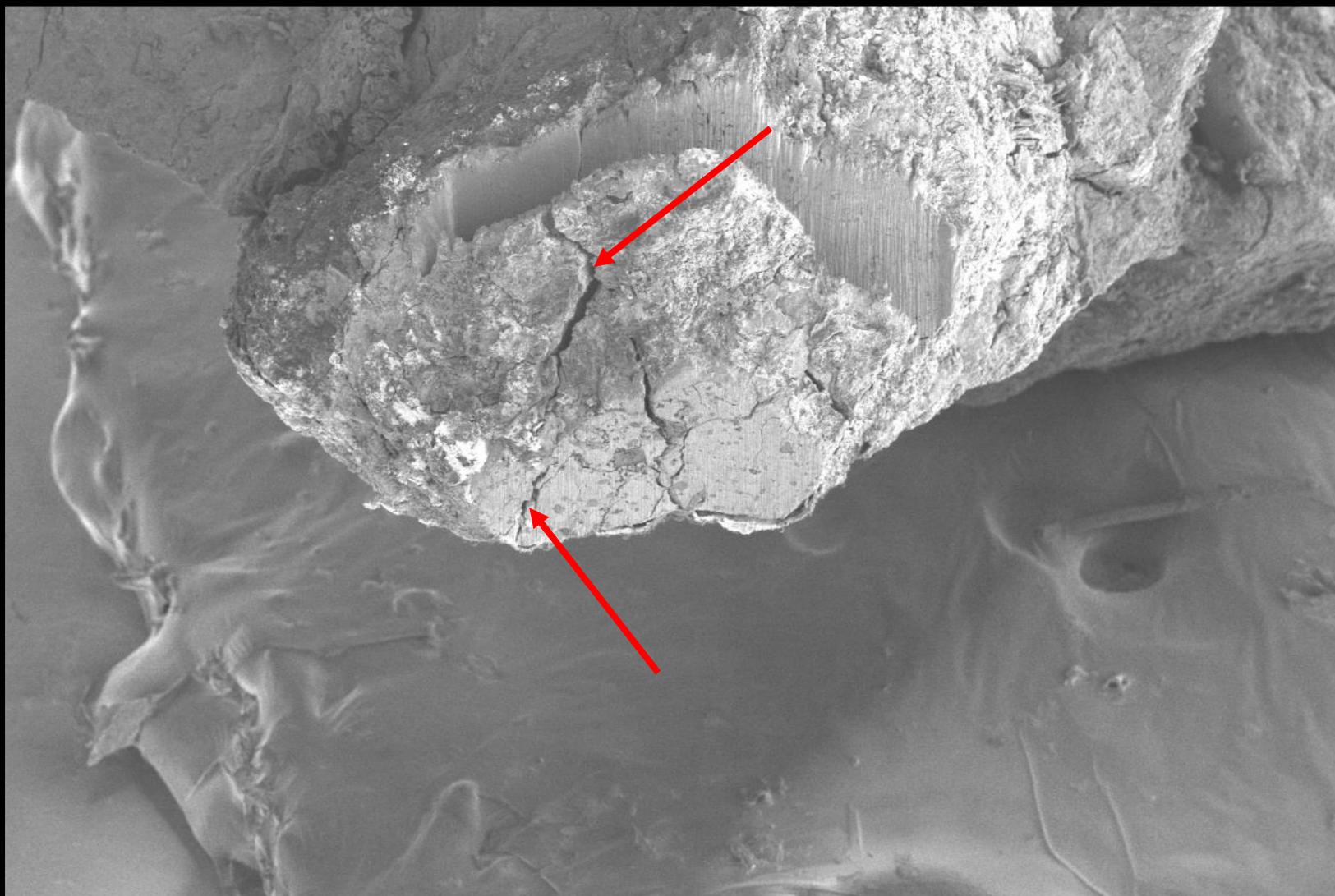
Tension : 30kV ; mode = rectangle

Face avant:

- courant 60nA \rightarrow 500nA
- Fractures++

Face arrière:

- Courant plus intense : 500nA \rightarrow 2500nA
- 50 μm de large pour éviter la redéposition mais, inévitable
- Ouverture fractures...



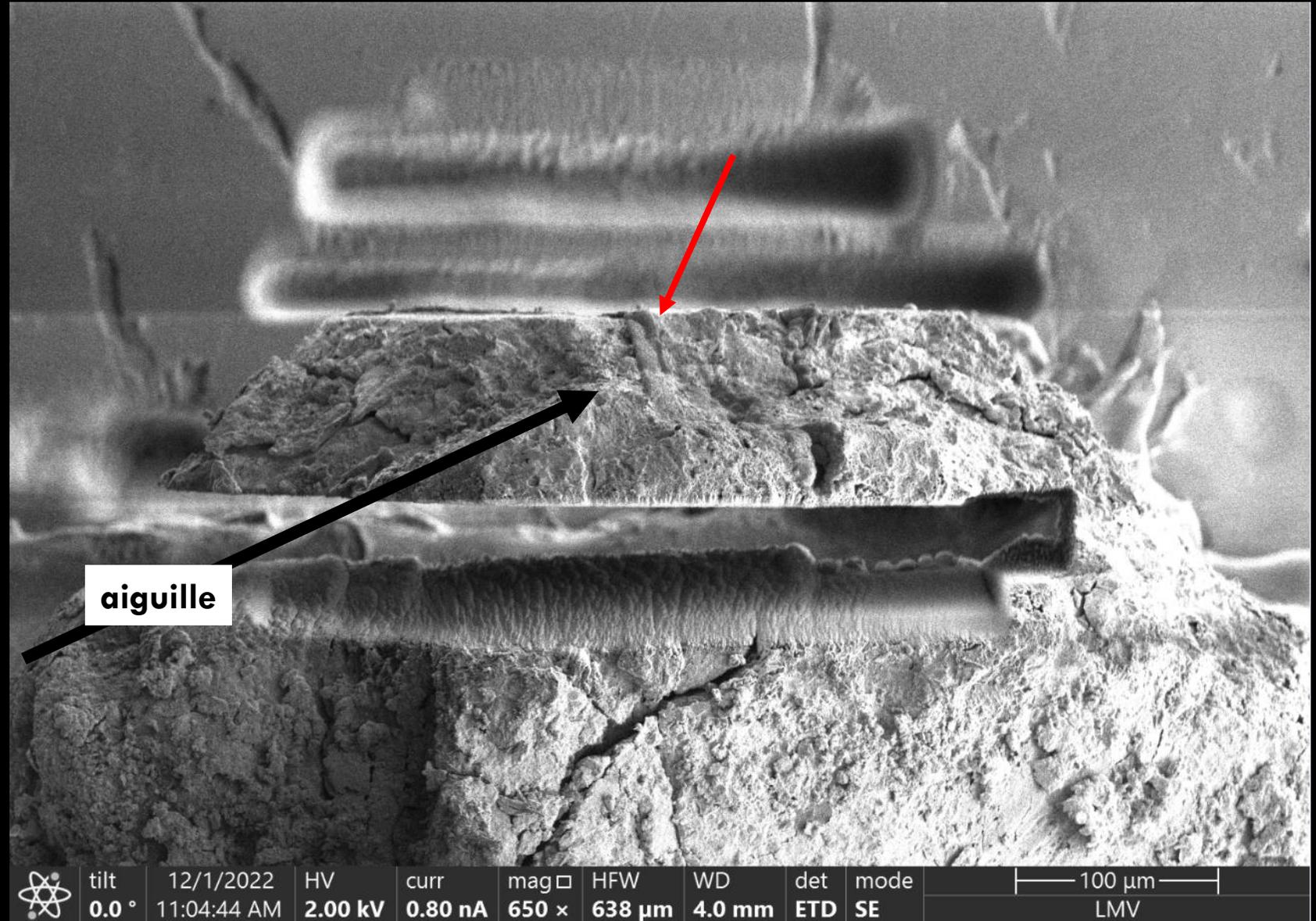
	tilt	11/30/2022	HV	curr	mag \square	HFW	WD	det	-----200 μm -----	
	50.0 $^\circ$	5:14:06 PM	2.00 kV	0.80 nA	350 \times	1.18 mm	4.2 mm	ETD	LMV	

Extraction d'une section 100s μm : 1ers tests



Extraction:

- Pansements carbone sur fractures (4nA, 5 μm d'épaisseur)

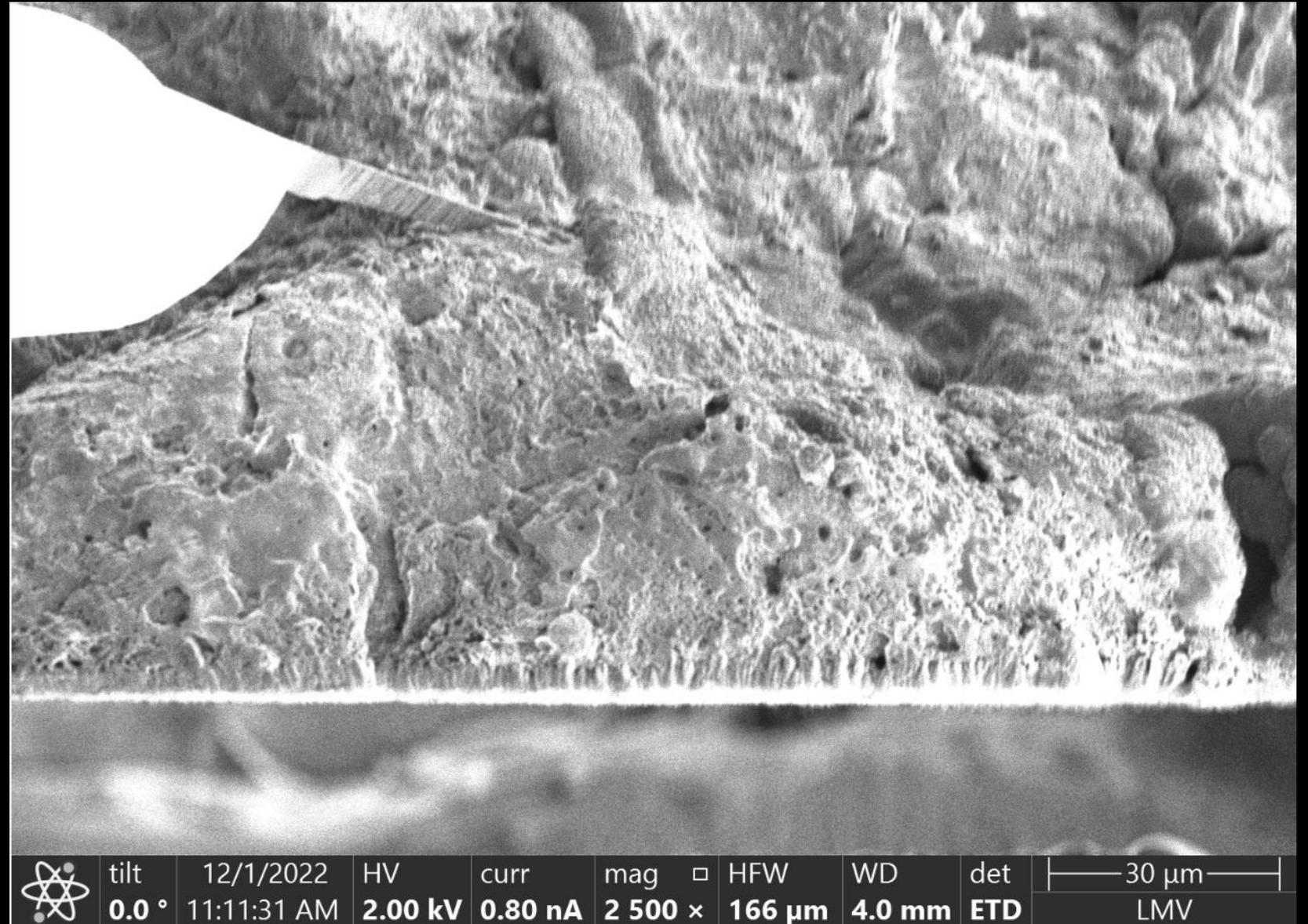


Extraction d'une section 100s μm : 1ers tests



Extraction:

- Pansements carbone sur fractures (4nA, 5 μm d'épaisseur)
- Insertion aiguille easy-lift

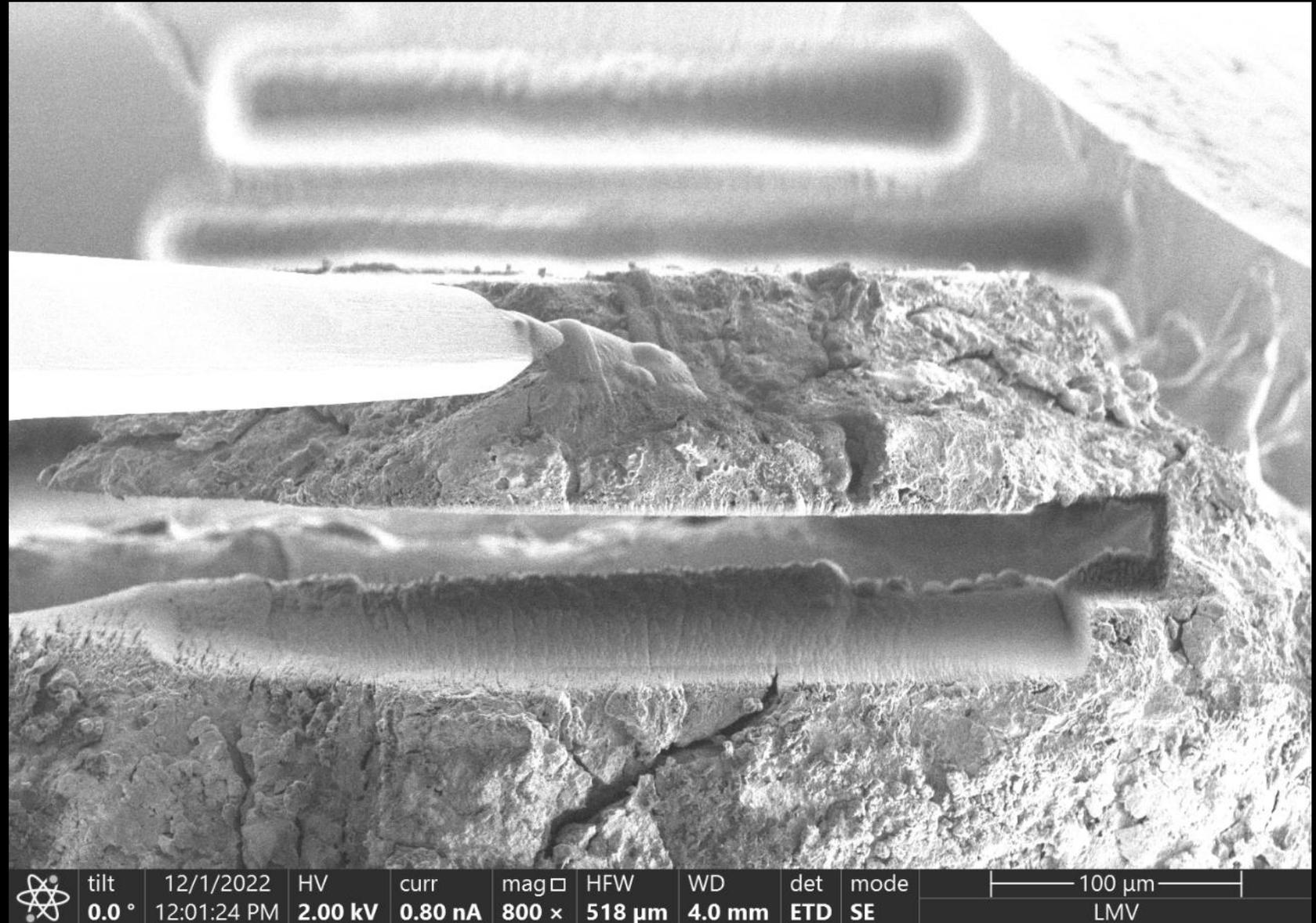


Extraction d'une section 100s μm : 1ers tests



Extraction:

- Pansements carbone sur fractures (4nA, 5 μm d'épaisseur)
- Insertion aiguille easy-lift, soudure (15nA), ablation à droite (2500nA)

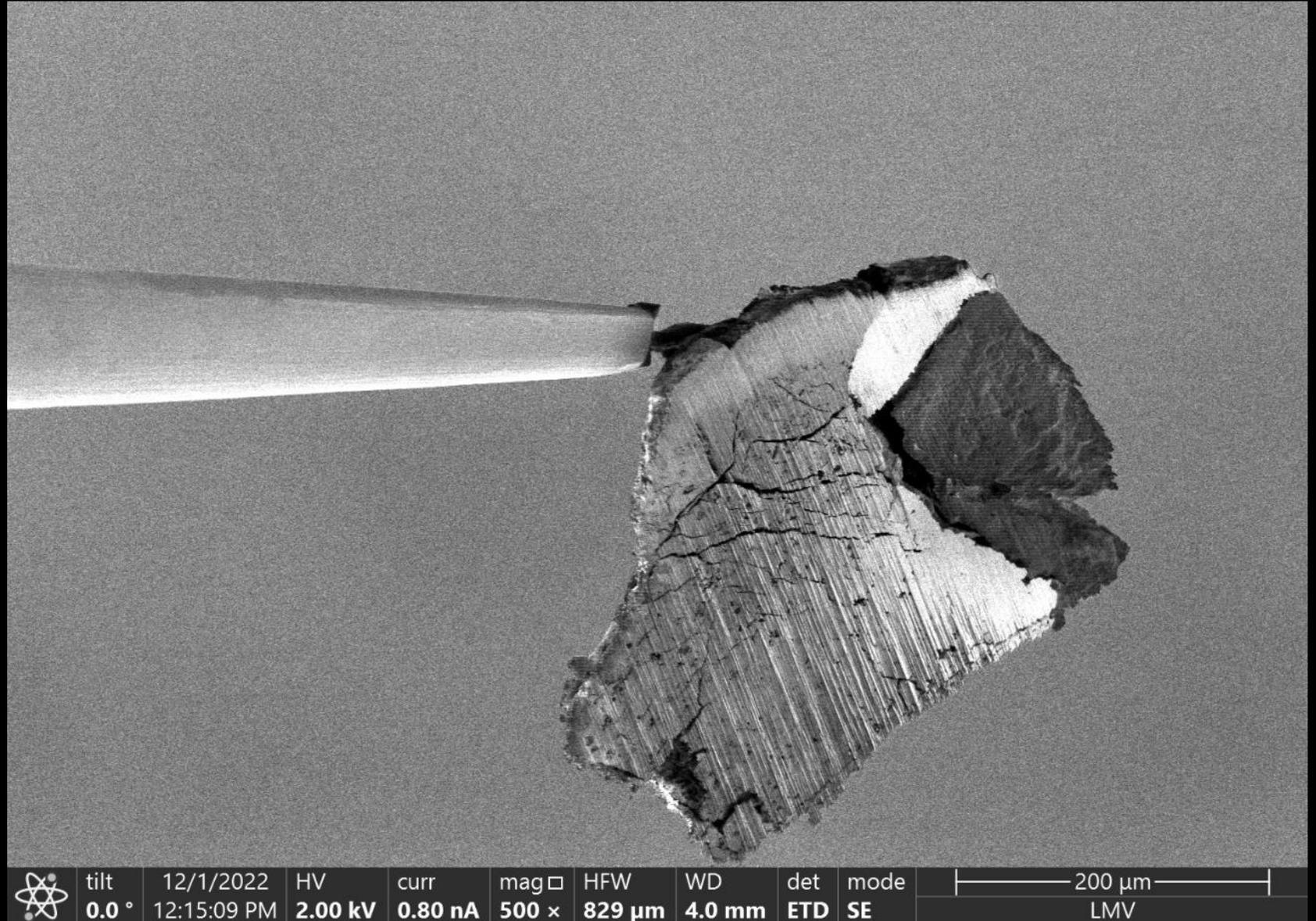


Extraction d'une section 100s μm : 1ers tests

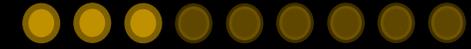


Extraction:

- Pansements carbone sur fractures (4nA, 5 μm d'épaisseur)
- Insertion aiguille easy-lift, soudure (15nA), ablation à droite (2500nA)
- Face arrière ! Très \neq face avant

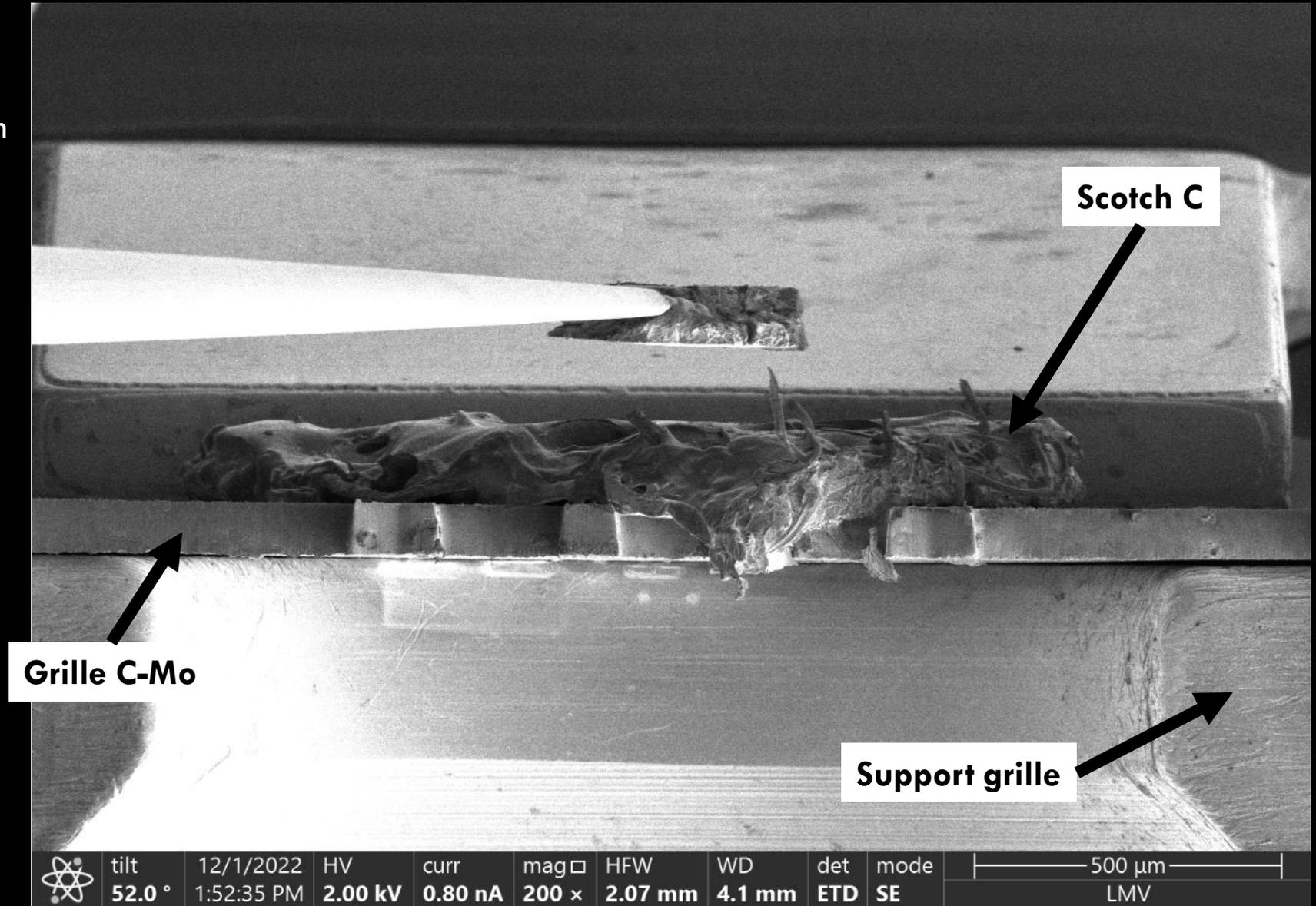


Extraction d'une section 100s μm : 1ers tests



Montage:

- Grille C+Mo FIB grid + scotch carbone



Extraction d'une section 100s μm : 1ers tests



Montage:

- Grille C+Mo FIB grid + scotch carbone
- + échantillon
- Soudures supplémentaires (60nA) + découpe aiguille (60nA)



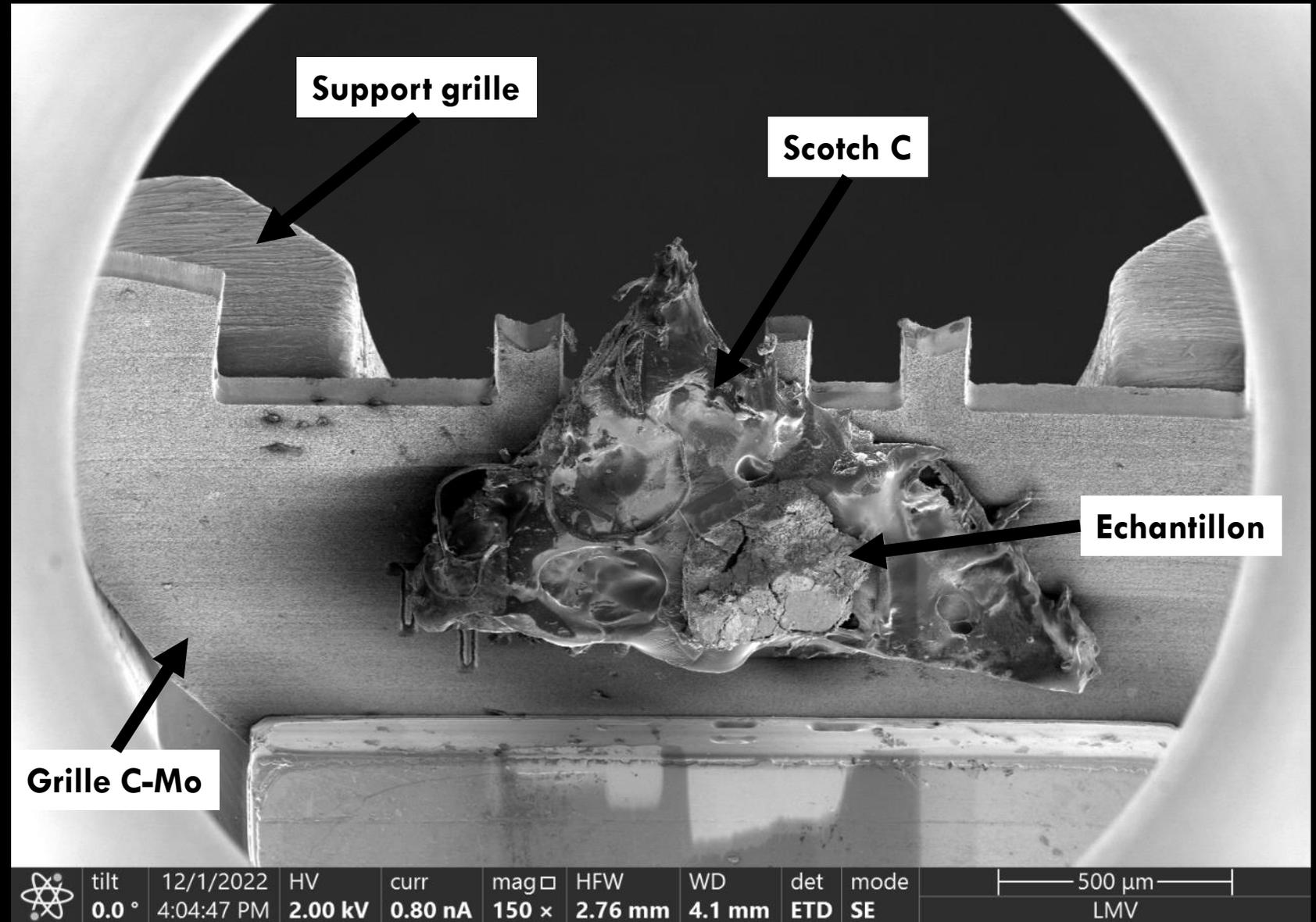
	tilt	12/1/2022	HV	curr	mag □	HFW	WD	det	— 100 μm — LMV
	0.0 °	3:24:12 PM	2.00 kV	0.80 nA	500 ×	829 μm	4.1 mm	ETD	

Extraction d'une section 100s μm : 1ers tests

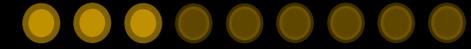


Montage:

- Grille C+Mo FIB grid + scotch carbone
- + échantillon
- Soudures supplémentaires (60nA) + découpe aiguille (60nA)



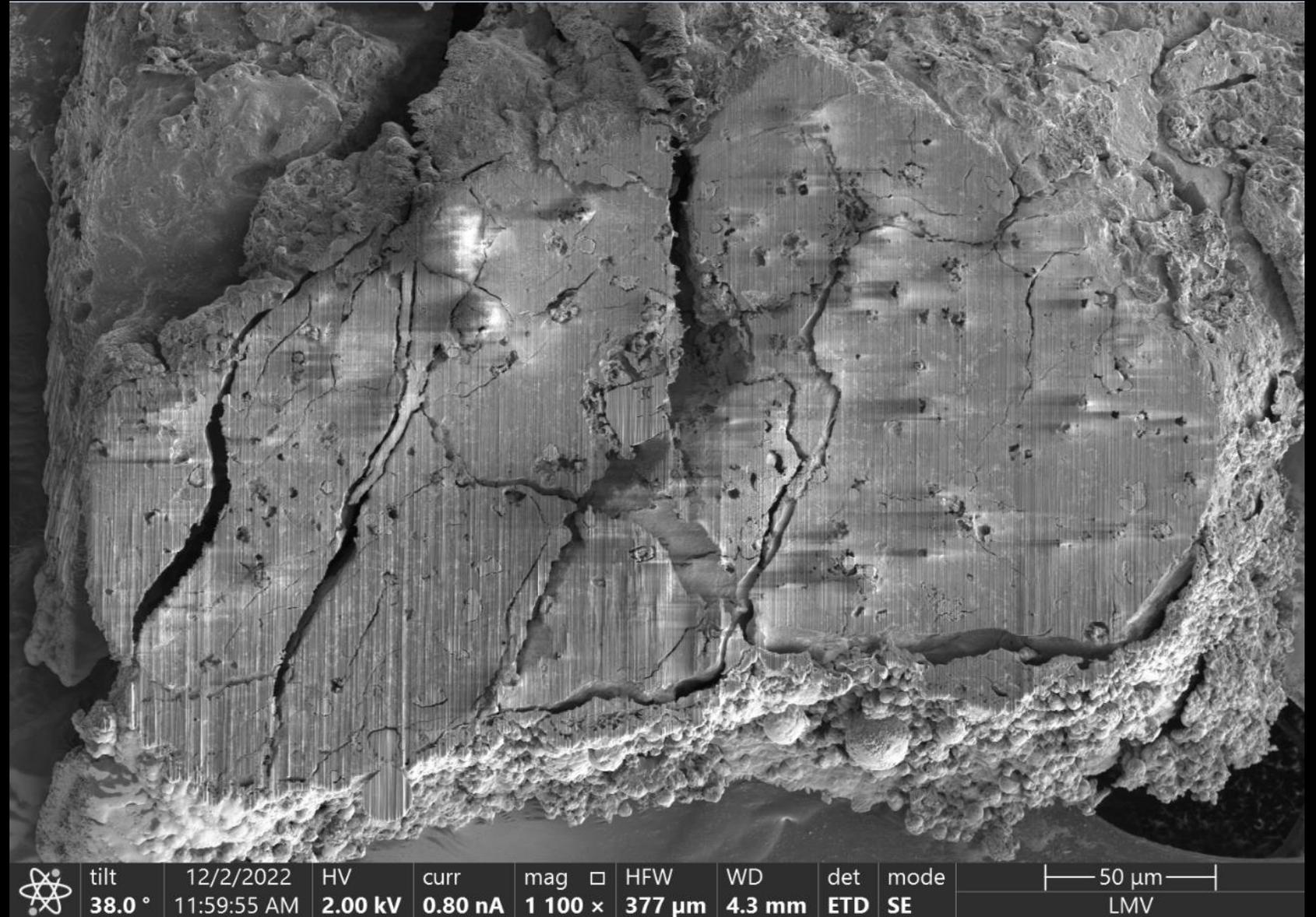
Extraction d'une section 100s μm : 1ers tests



Tension : 30kV ; mode = rectangle

Polissage:

- 500nA, Z=100, 15min pour égaliser
- 4nA, Z=100, 11h, incomplete
- 15nA, Z=300, 2h, sur fenêtre de 100 μm



Extraction d'une section 100s μm : 1ers tests

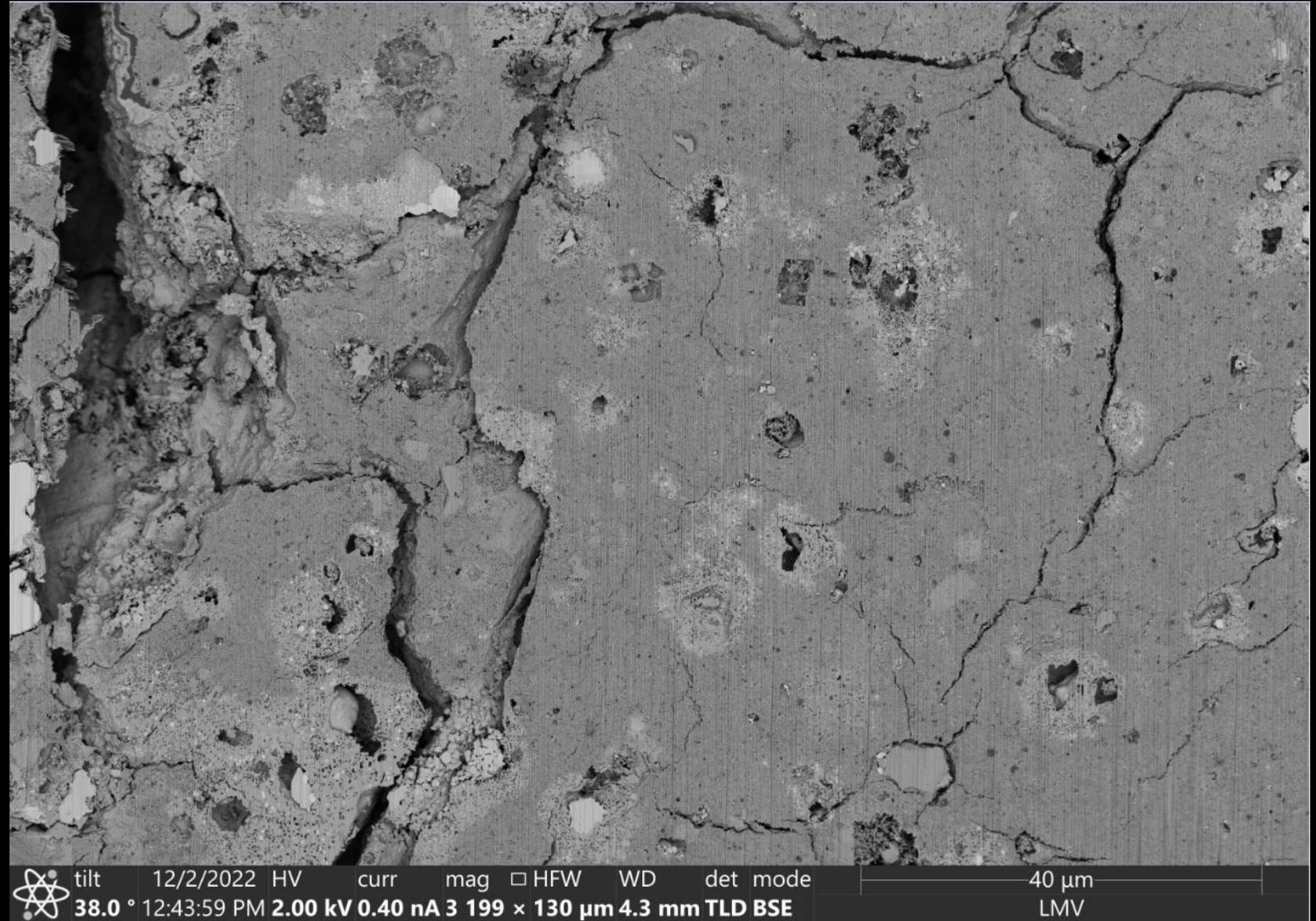


Résultat:

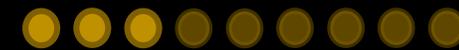
- Face avant: 350x200 μm
- Face arrière: 400x300 μm
- Epaisseur: 100 μm

Sauf que... aspect fondu à certains endroits ?

Auréoles autour des vides, et opaques



Extraction d'une section 100s μm : 1ers tests



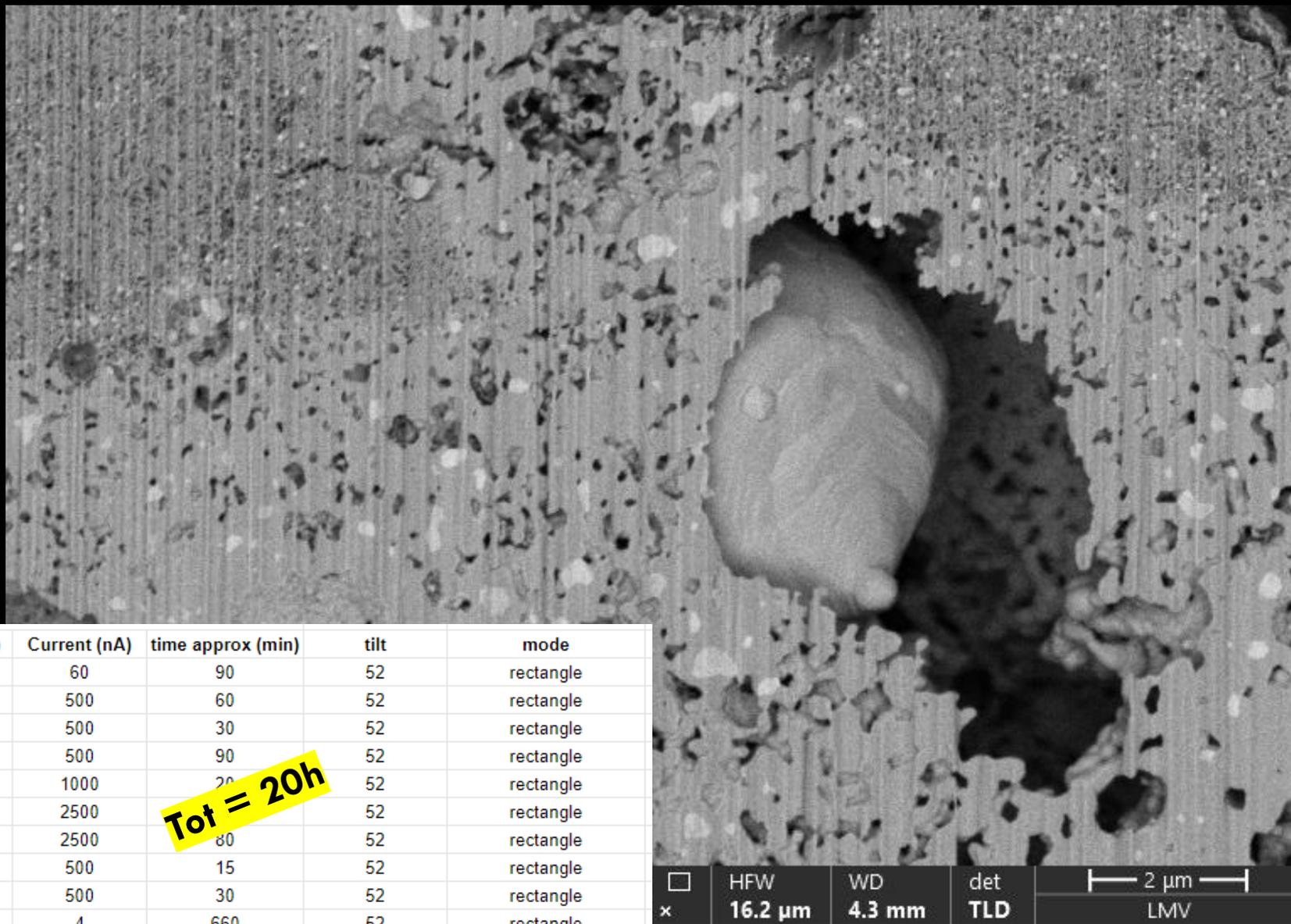
Résultat:

- Face avant: 350x200 μm
- Face arrière: 400x300 μm
- Epaisseur: 100 μm

Sauf que... aspect fondu à certains endroits ?

Auréoles autour des vides, et opaques

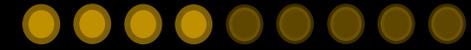
Mission inaccomplie ☹️ : protocole à revoir, à développer...



Tot = 20h

	Tension velocity ions (kV)	Current (nA)	time approx (min)	tilt	mode
IPAG3 - cut1 - front cutting	30	60	90	52	rectangle
IPAG3 - cut1 - front cutting	30	500	60	52	rectangle
IPAG3 - cut1 - front cutting	30	500	30	52	rectangle
IPAG3 - cut1 - back cutting	30	500	90	52	rectangle
IPAG3 - cut1 - back cutting	30	1000	20	52	rectangle
IPAG3 - cut1 - back cutting	30	2500	80	52	rectangle
IPAG3 - cut1 - back cutting	30	2500	80	52	rectangle
IPAG3 - cut1 - back cutting	30	500	15	52	rectangle
IPAG3 - cut1 - polishing	30	500	30	52	rectangle
IPAG3 - cut1 - polishing	30	4	660	52	rectangle
IPAG3 - cut1 - polishing	30	15	120	52	rectangle

Nouveau protocole : réalisation d'une surface 100s μm

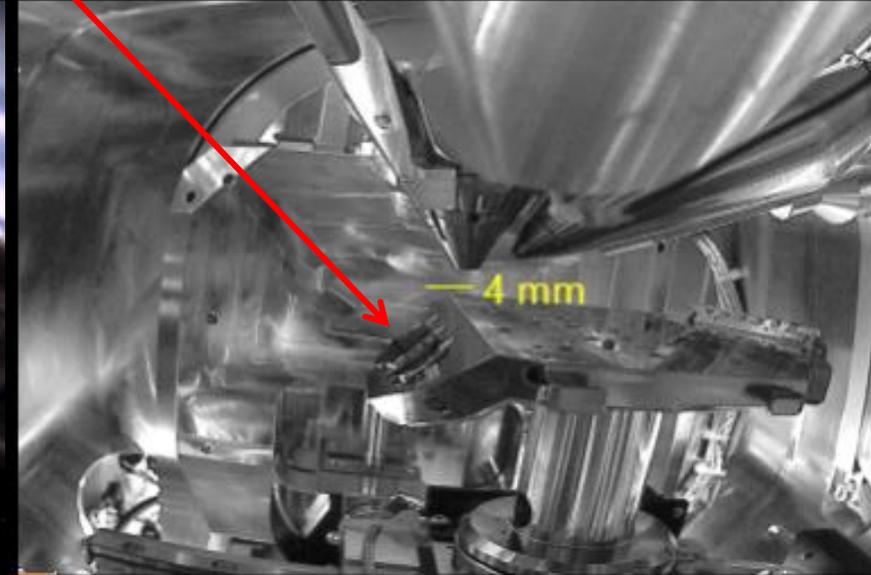
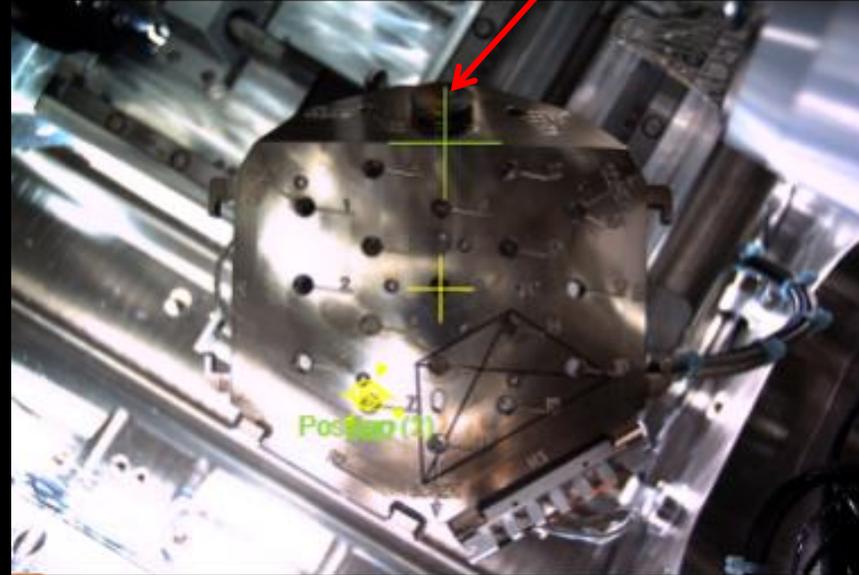


Echantillon

Météorite Orgueil - IPAG3 – cut3

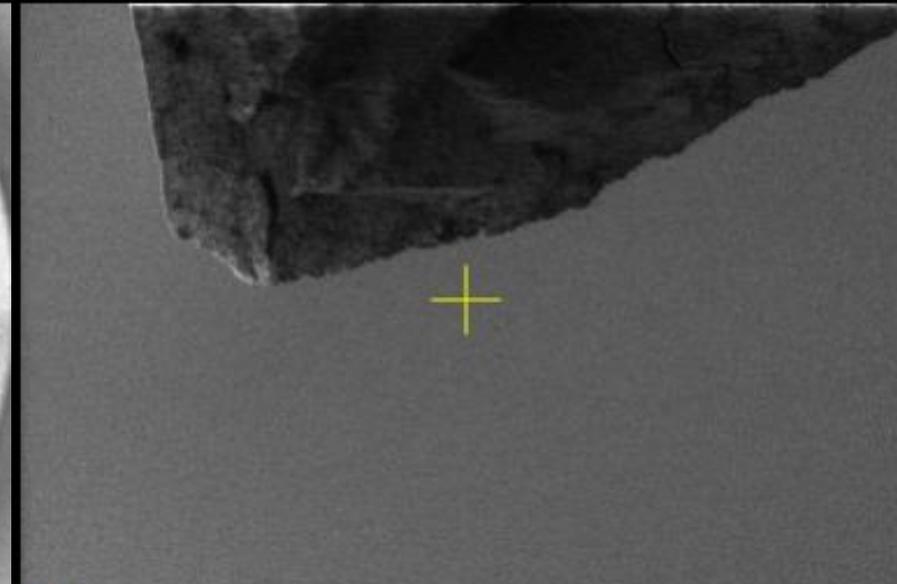
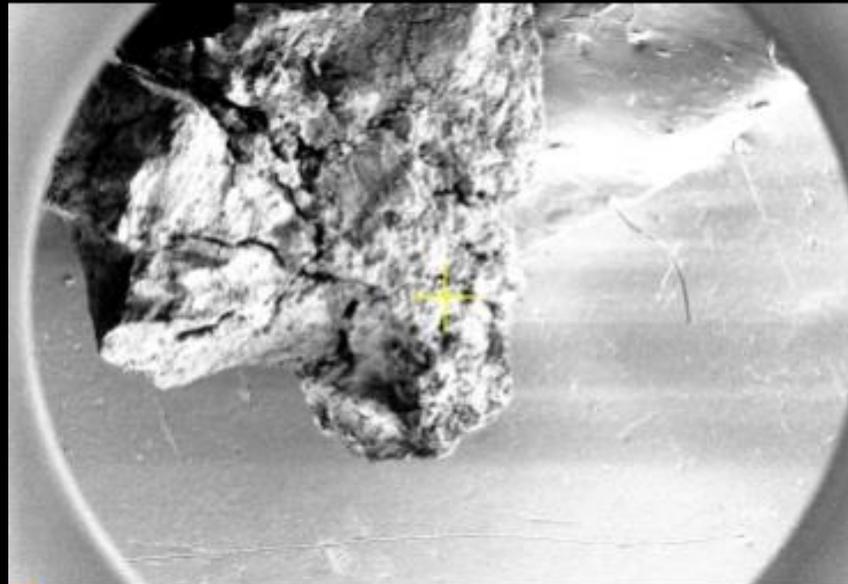
Géométrie :

- Échantillon trop proche, shutter menace de percuter échantillon/platine, on s'éloigne = pas de contrôle en temps réel

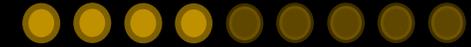


Tension : 30kV ; mode = rectangle

- On coupe // au stub
- Fort courant 2500nA, Z=1000 (trop élevé), 1h
- Polissage 500nA, Z=100, 1h



Nouveau protocole : réalisation d'une surface 100s μm

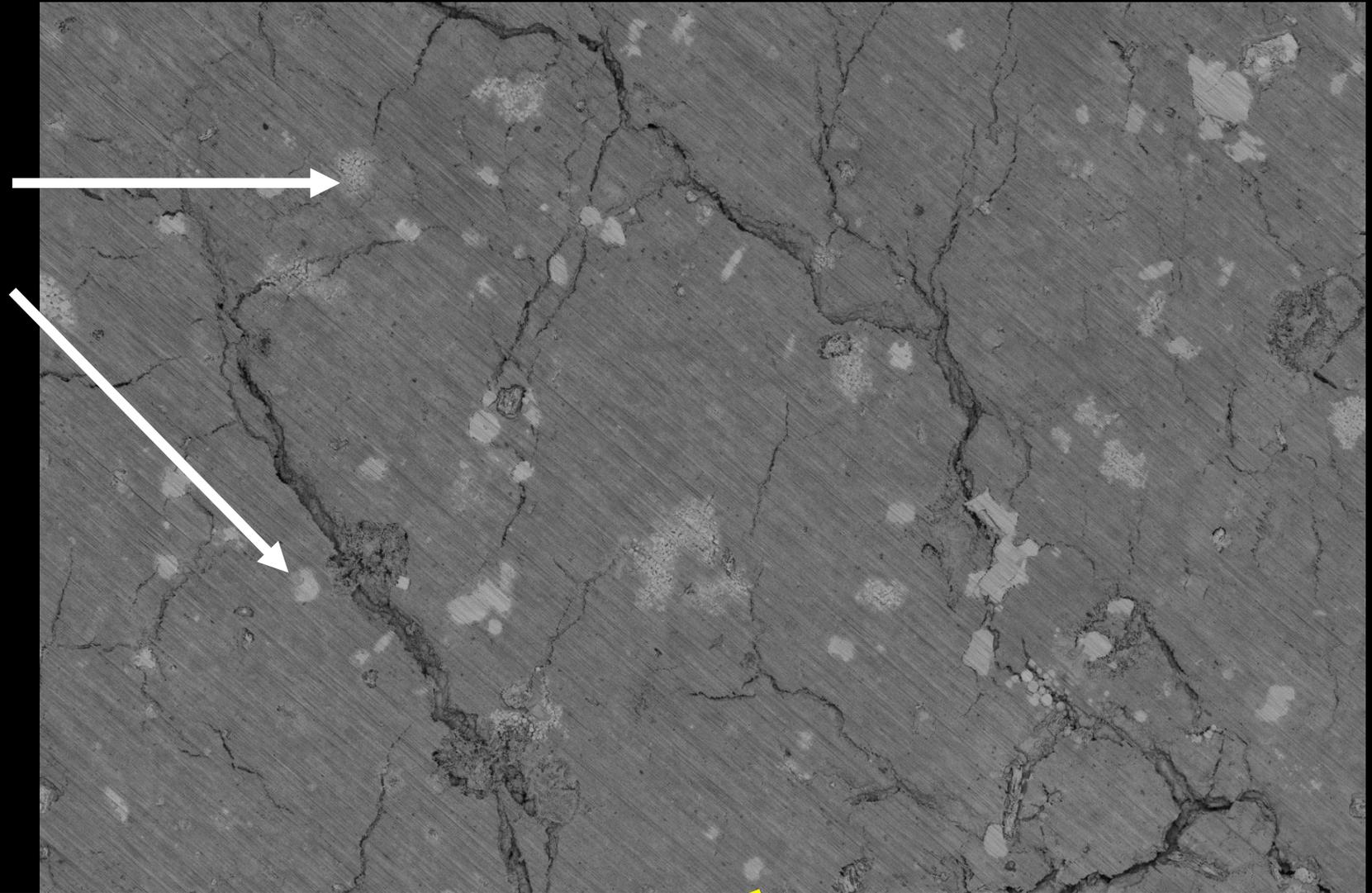


Résultats:

- surface of 600x500 μm

L'aspect? Mieux, mais... à certains endroits, on a l'air de retrouver des auréoles autour des vides, et opaques

→ Vérification en FTIR : spectre fonction structure + composition



IPAG3 - cut3 - top cutting	30	2500	60	52	rectangle
IPAG3 - cut3 - polishing	30	500	50	52	rectangle

Tot = 2h

Nouveau protocole : réalisation d'une surface 100s μm



Vérification FTIR:

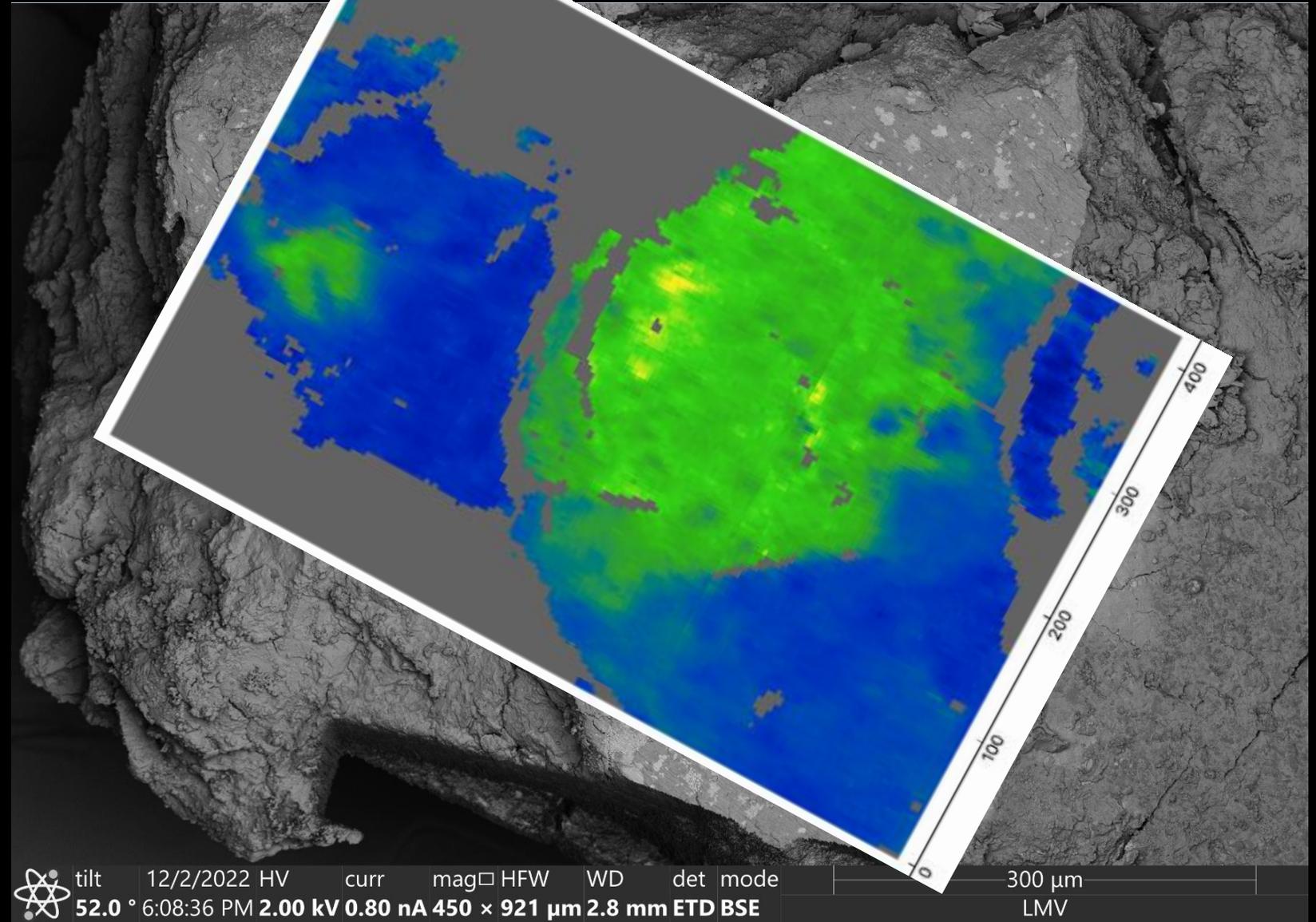
Couleur = intensité du pic des silicates
à $10\mu\text{m}$

Vert-jaune: modification majeure du
spectre, chauffe, phyllosilicates \rightarrow
olivine

Bleu :modification mineure du spectre
IR

Morphologie du grain (fractures)?
Temps passé ? Puissance du courant ?
Mode d'ablation ?

Mission inaccomplie, méthode à
développer... ☹️



Nouveaux tests : changement du mode d'ablation



Echantillon :

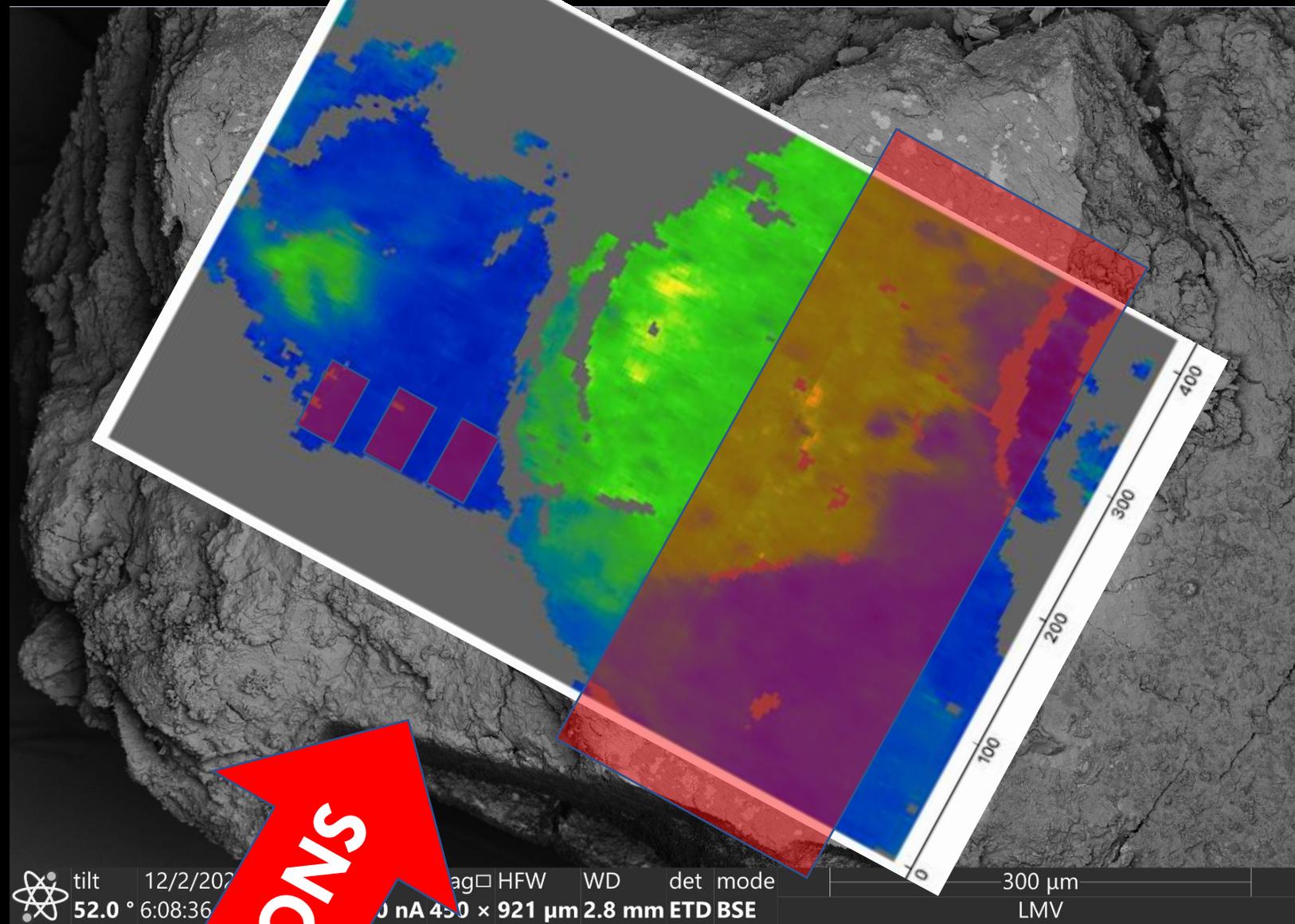
Météorite Orgueil - IPAG3 – cut3

Plan:

- Changer mode d'ablation = Cleaning Cross Section (CCS)
- Tester densité du courant, Z (3 petites CCS)

Objectifs :

- Enlever au moins 10 μ m d'épaisseur
- Tester des conditions, vérifier en FTIR, sélectionner les meilleures conditions



Nouveaux tests : changement du mode d'ablation



Tension : 30kV ; mode = CCS

Grande CCS :

Z = 400 à 500 nA, 1h,

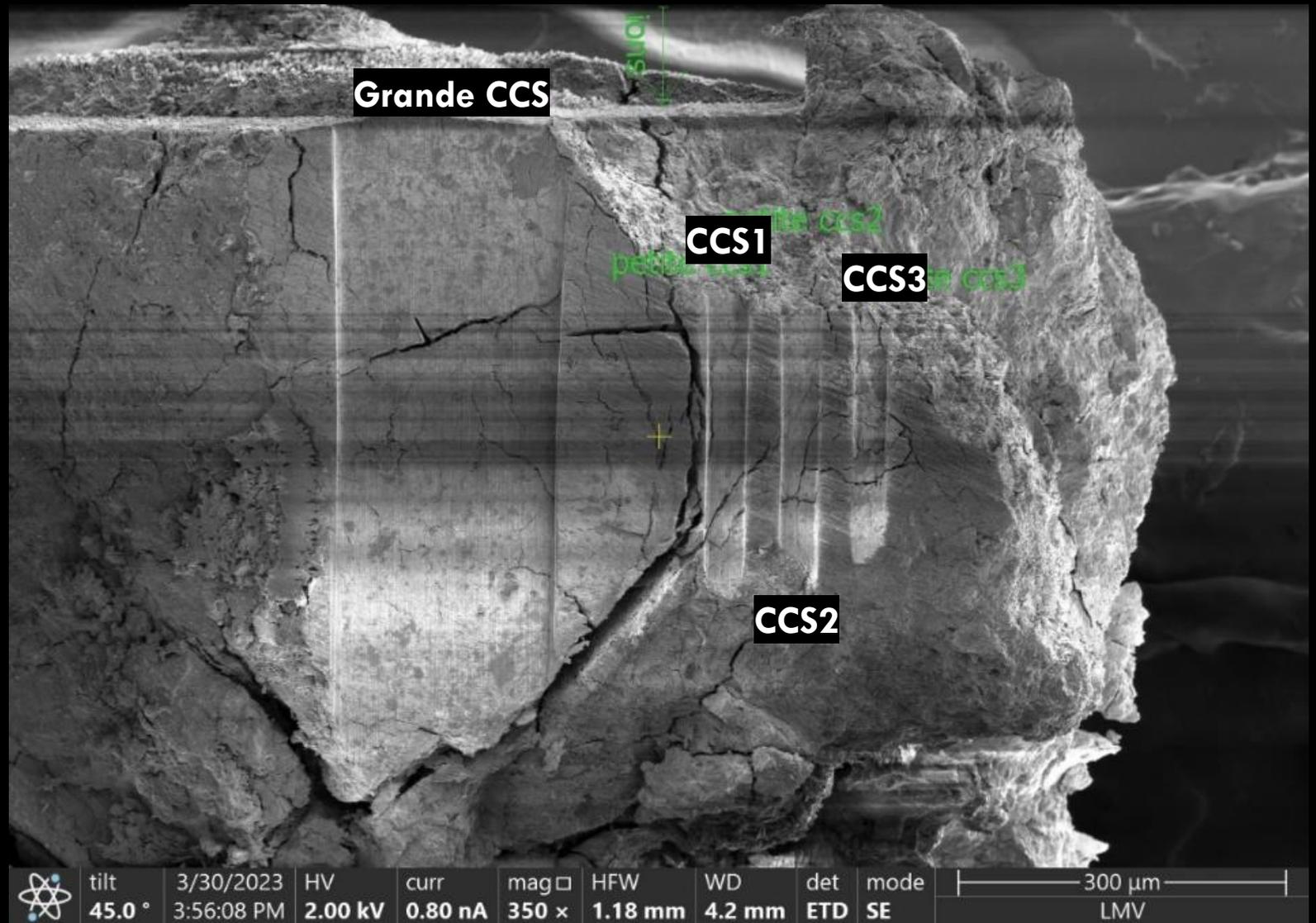
Petites CCS1, CCS2, CCS3:

Faisceau à 500nA

CCS1: Z = 4000 μ m - 55 minutes

CCS2: Z = 400 μ m - 5min 30

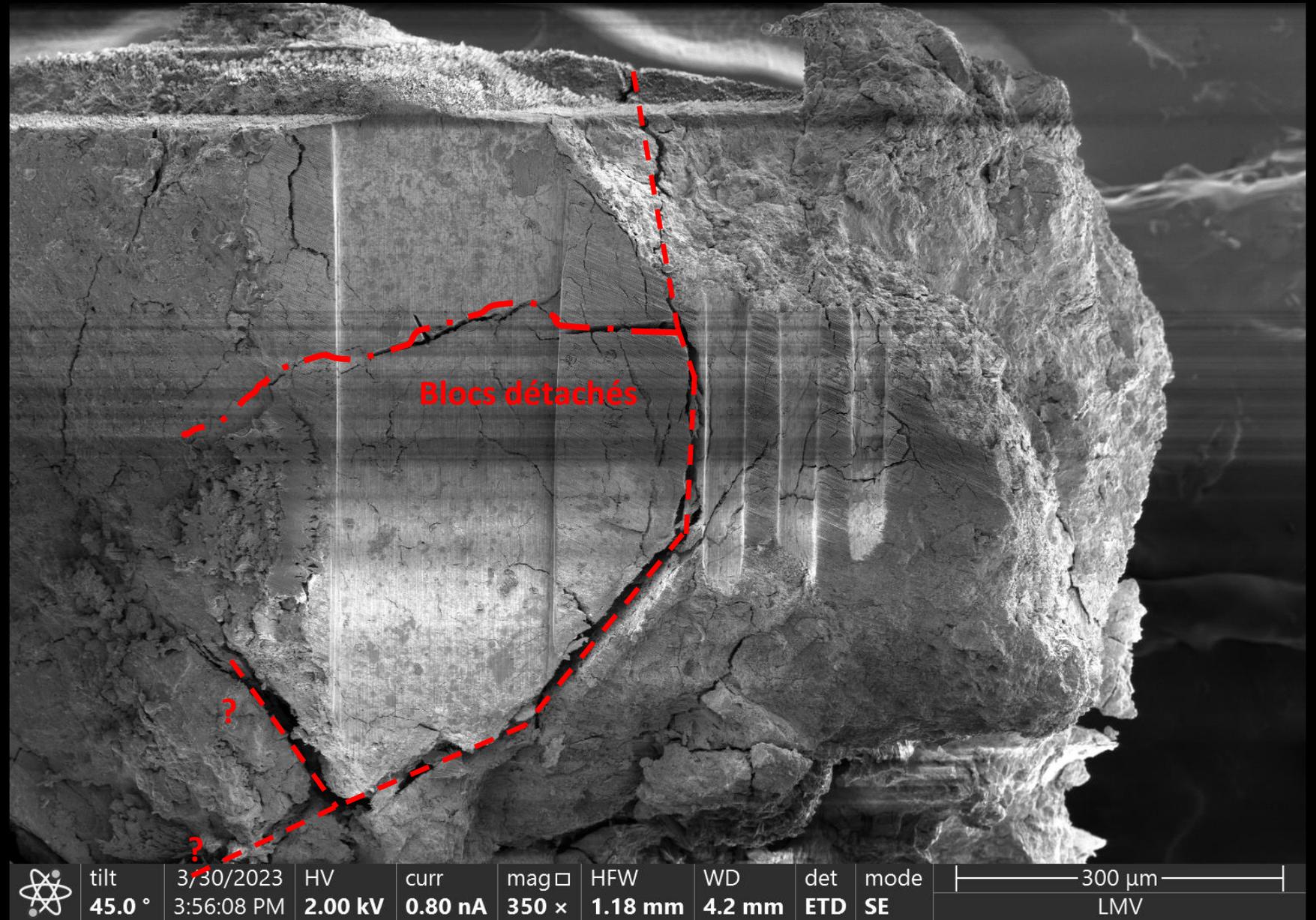
CCS3: Z = 40 μ m - 33s



Nouveaux tests : changement du mode d'ablation



Nouvelle surprise ! Séparation en 3 morceaux différents

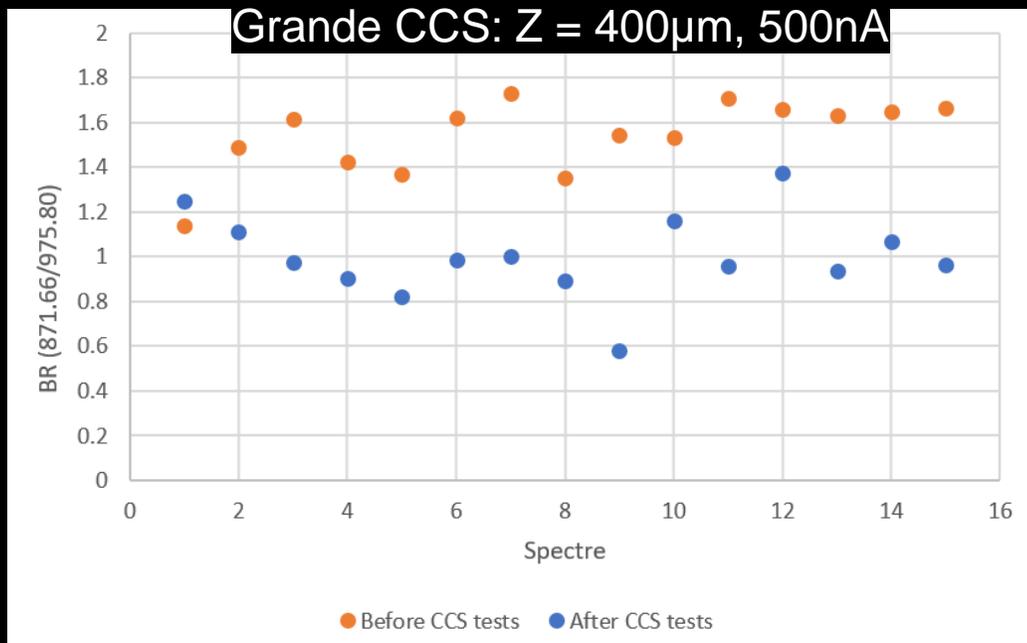
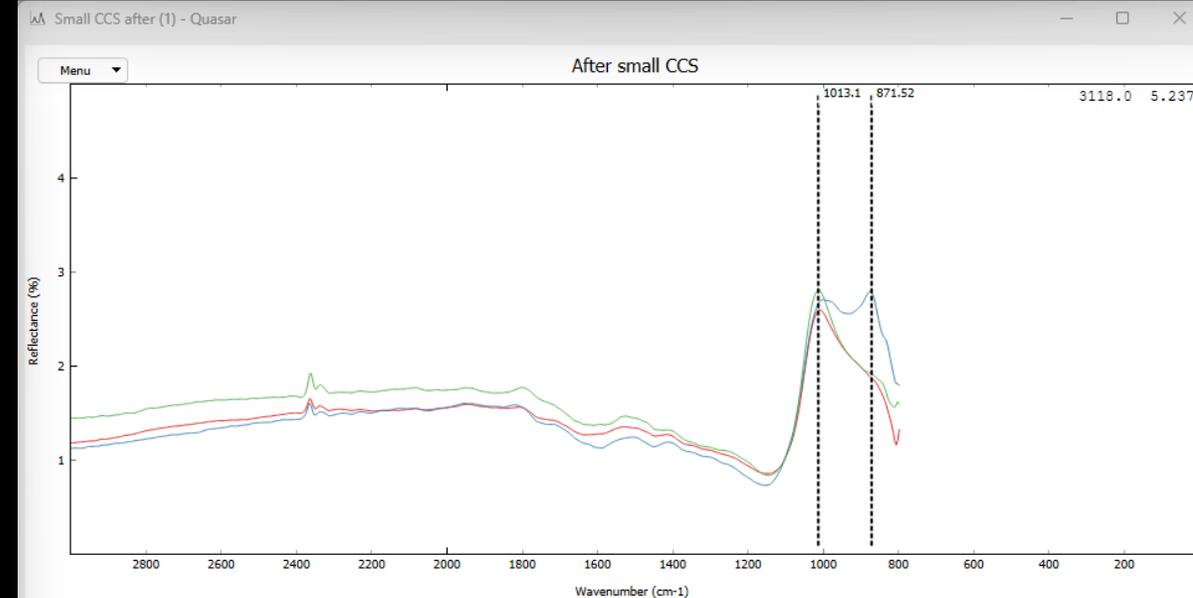
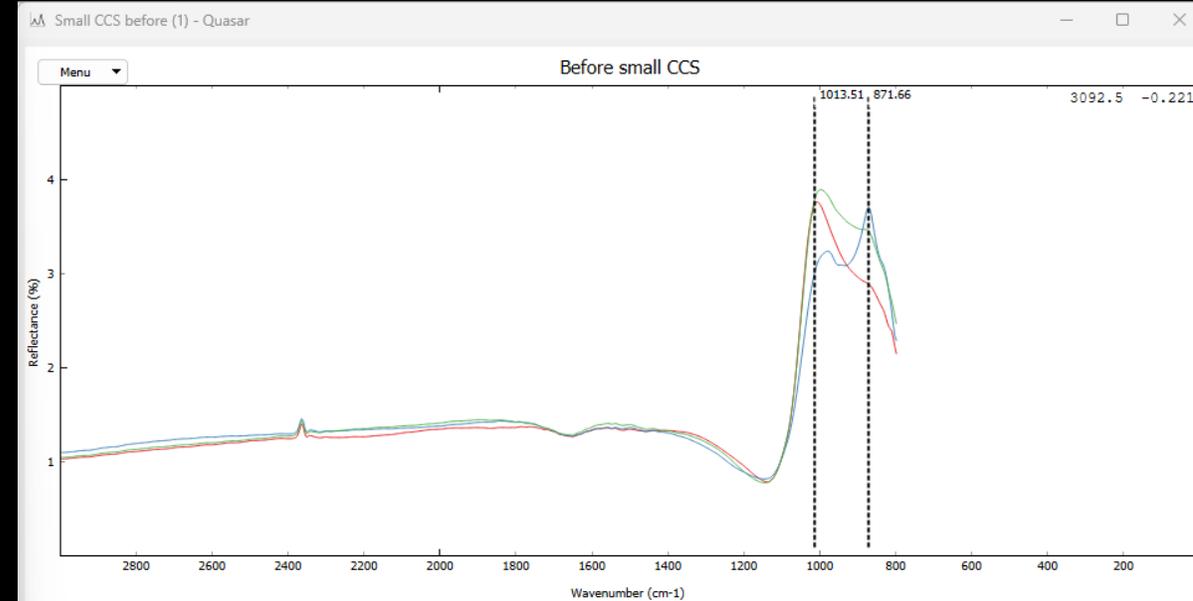


Nouveaux tests : changement du mode d'ablation



Vérification en FTIR:

- Composante olivine (surface modifiée) moins présente
- On a donc enlever de la matière sans chauffer de nouveau: on se rapproche de notre matériau d'origine !
- Sur la bonne voie... 😊 confiants, on se lance sur un autre grain



Petites CCS

Application du protocole : Orgueil, IPAG2



Météorite Orgueil – IPAG2

Plan:

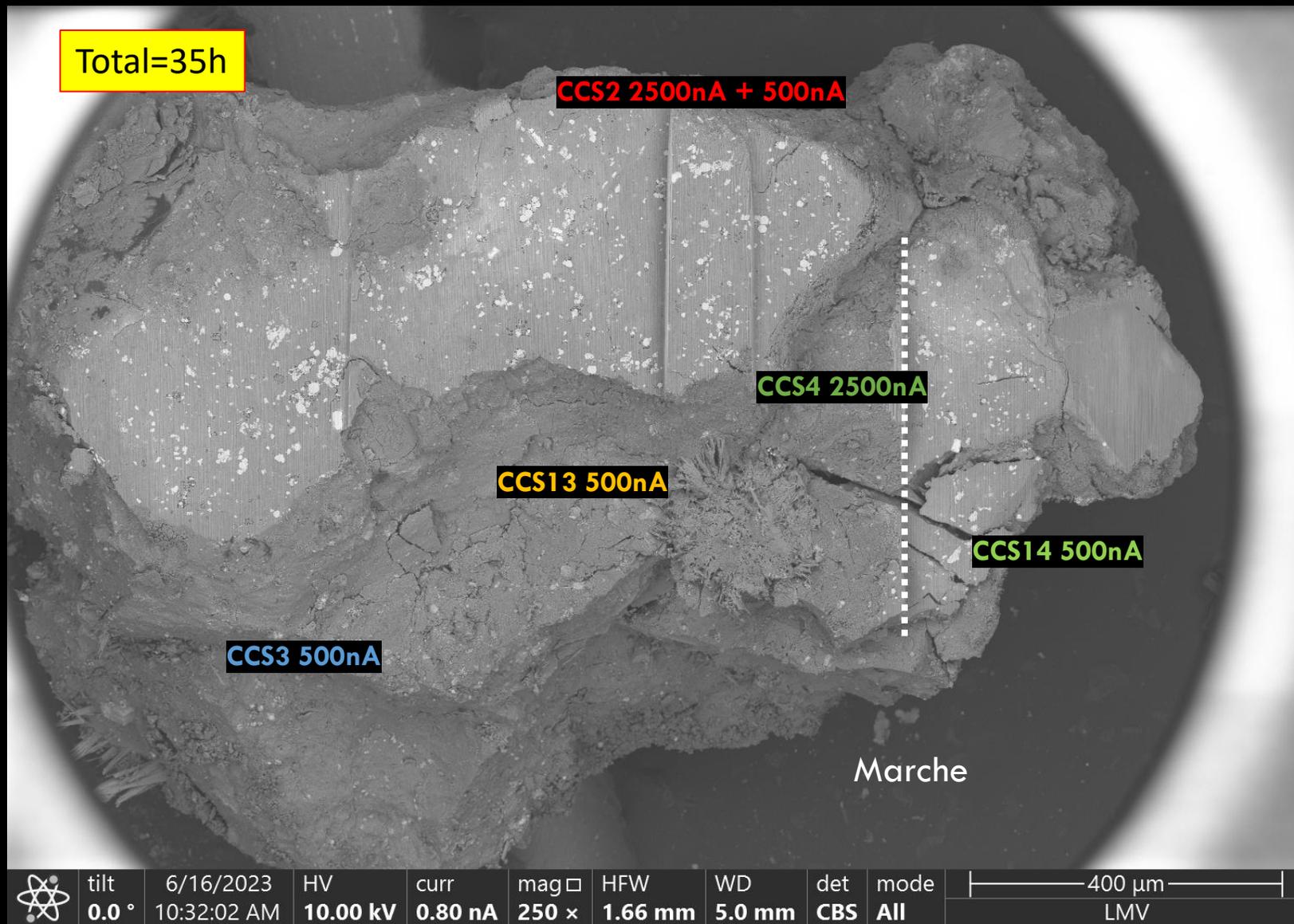
- Mêmes conditions que pour l'échantillon d'astéroïde
- Coupe // au stub
- CCS seulement, tests à plus fort courant

Résultat :

Surface de 1200µm x 300µm

A priori, pas d'auréoles, on est confiants... 😊

Vérification en FTIR



Application du protocole : Orgueil, IPAG2



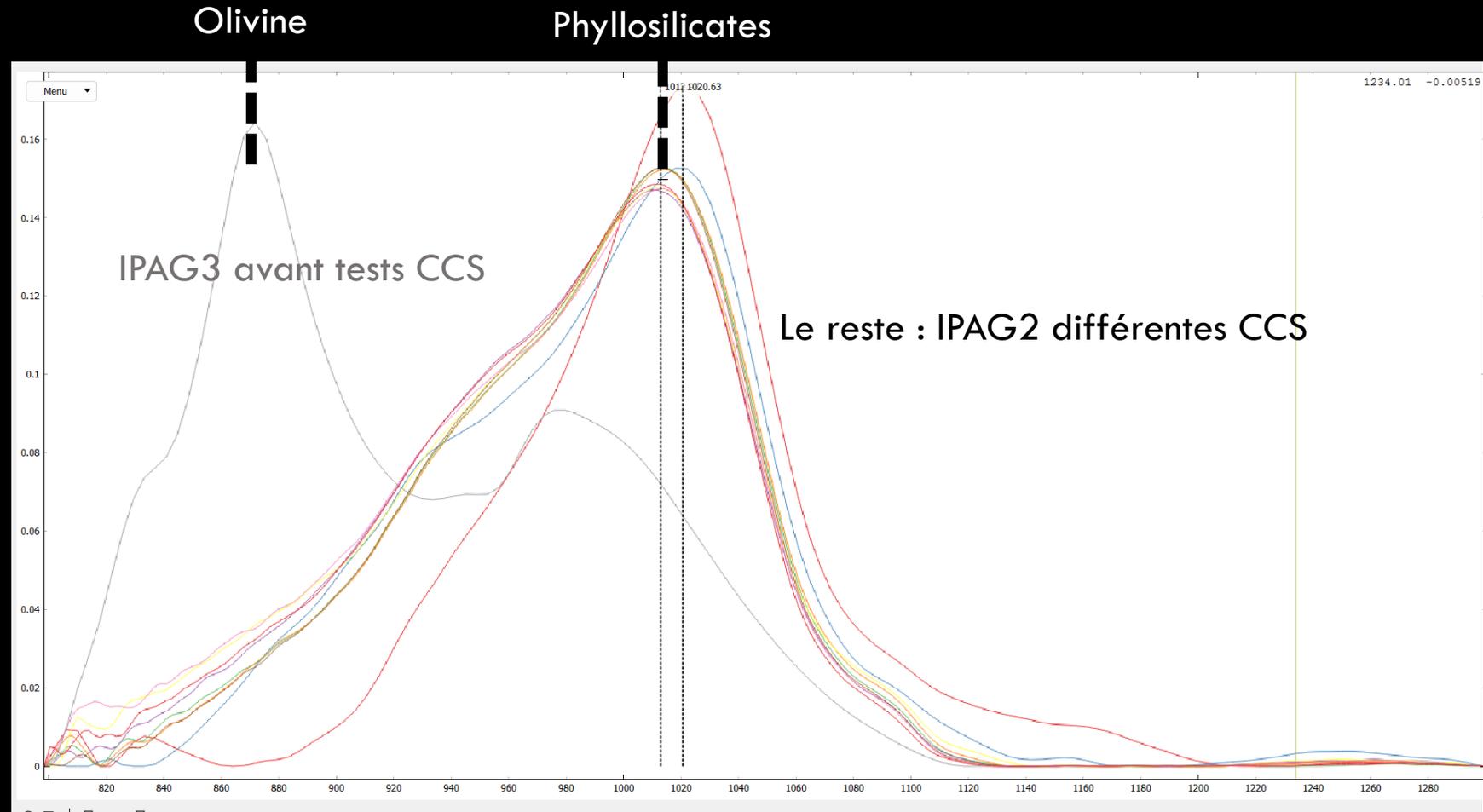
Vérification :

- Spectre similaire à ce qu'on attendais !!

Conditions optimales:

- Mode d'ablation = CCS
- Fort courant 2500nA ok, peu de différence en terme d'effet de rideaux
- Z difficile a estimé : présence de certains composants + durs, épaisseur échantillon...

Mission réussie ! Cela semble être en bonne voie pour Ryugu 😊

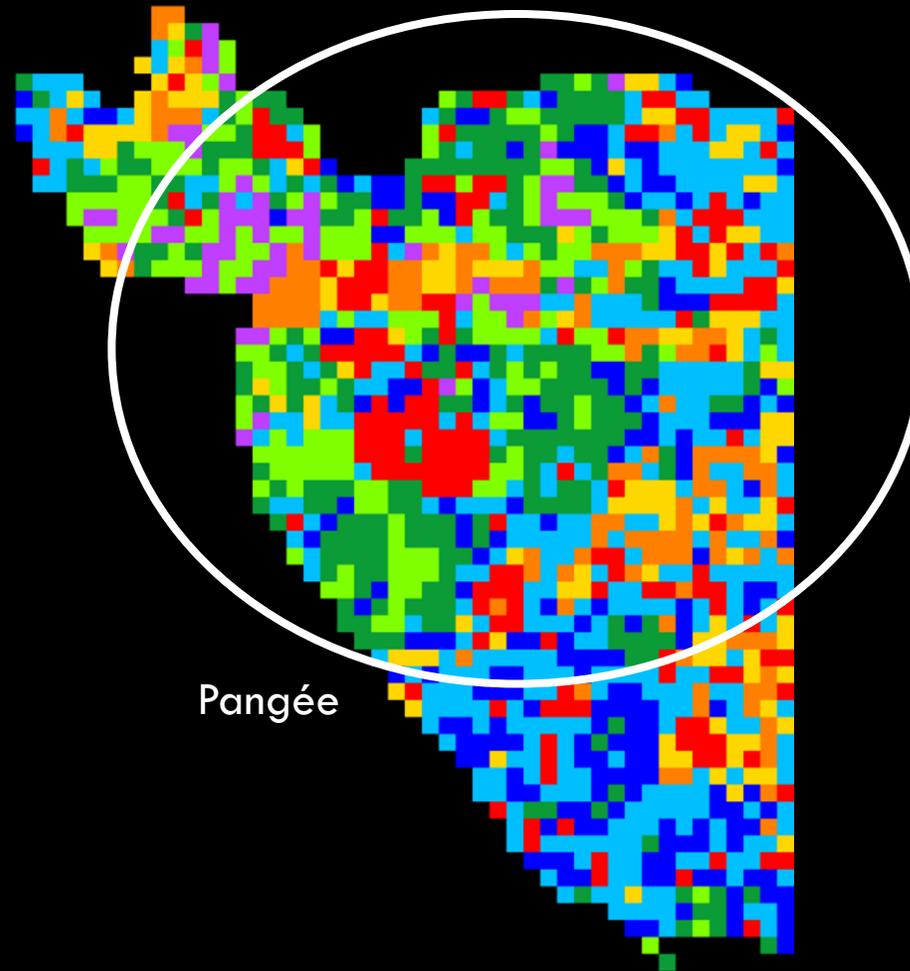


Application du protocole : astéroïde Ryugu, A0159

Astéroïde Ryugu – A0159

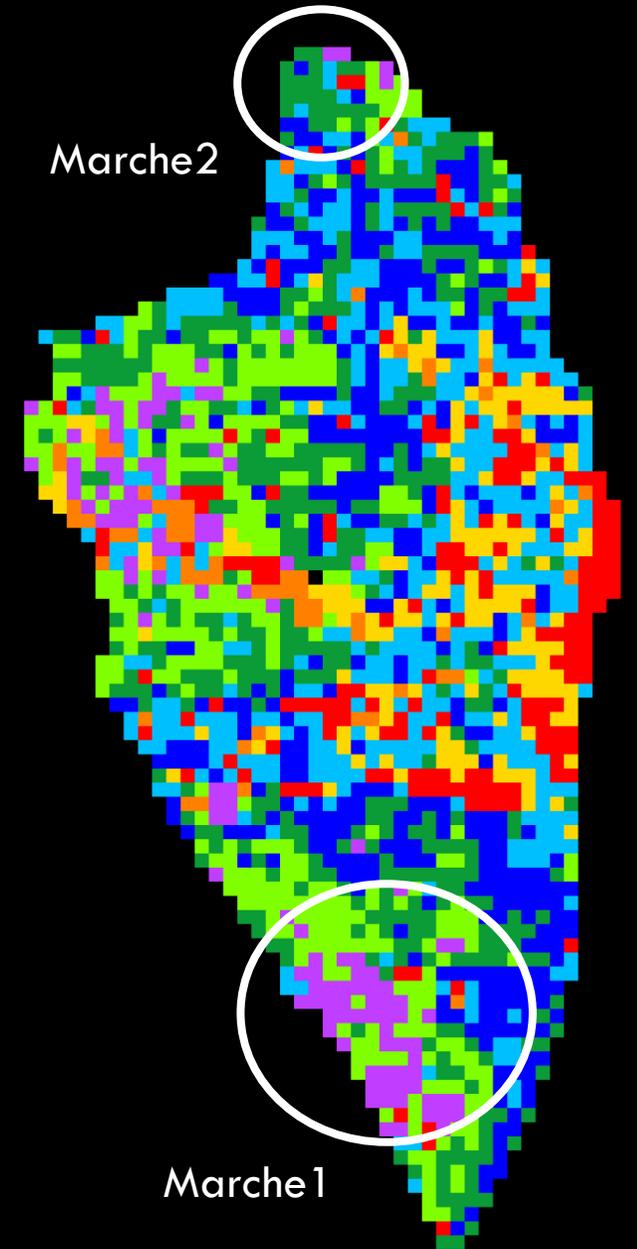
Repérage :

- Rappel = on veut échantillonner des lithologies différentes (*i.e.*: couleurs)
- 2 niveaux (slices) différents caractérisés par la méthode de détection 3D



Pangée

Ce qu'on vise...



Marche2

Marche1

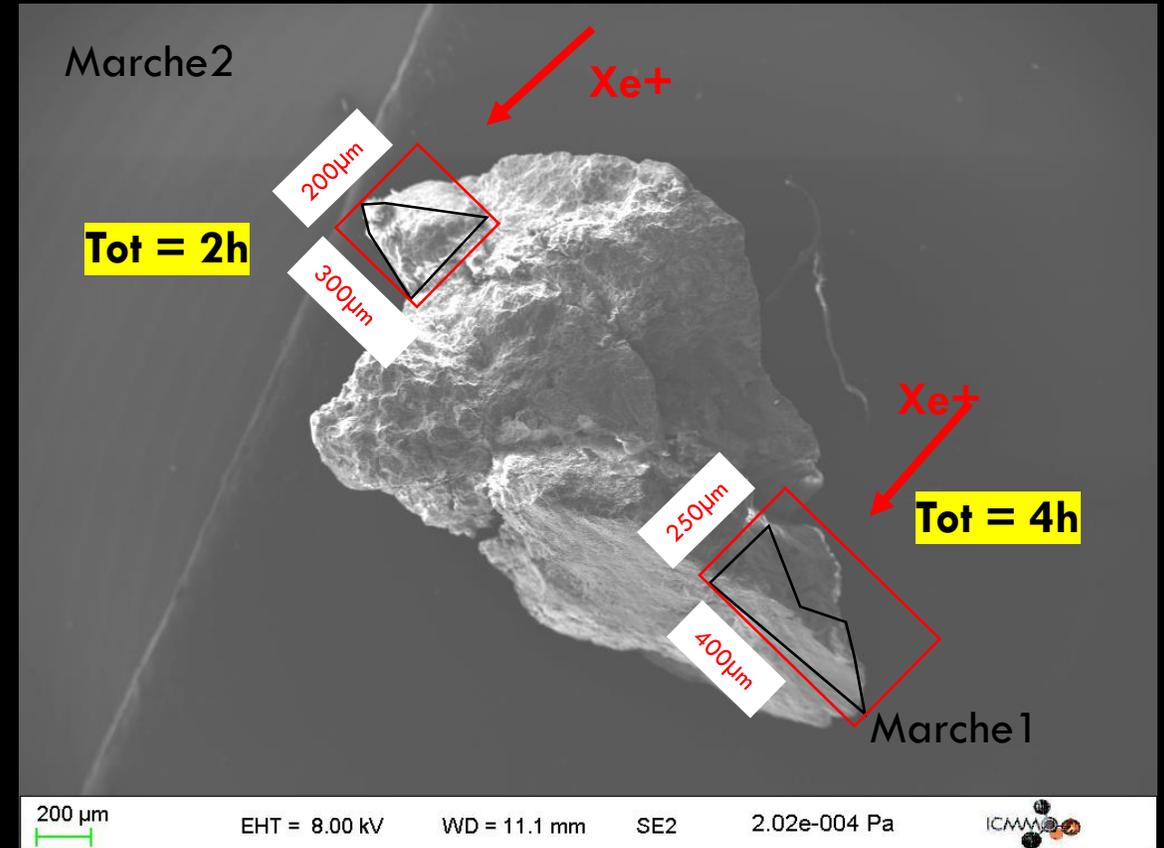
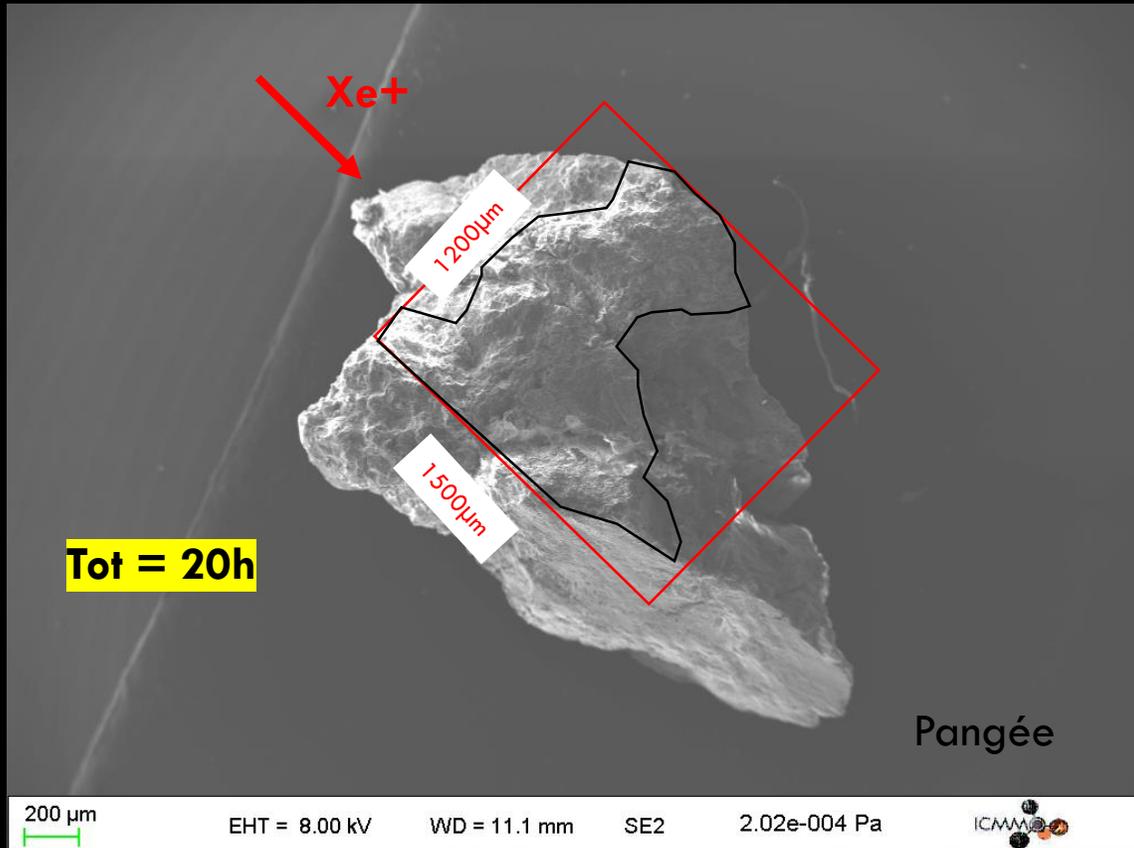


Application du protocole : astéroïde Ryugu, A0159



Tension : 30kV ; mode = CCS

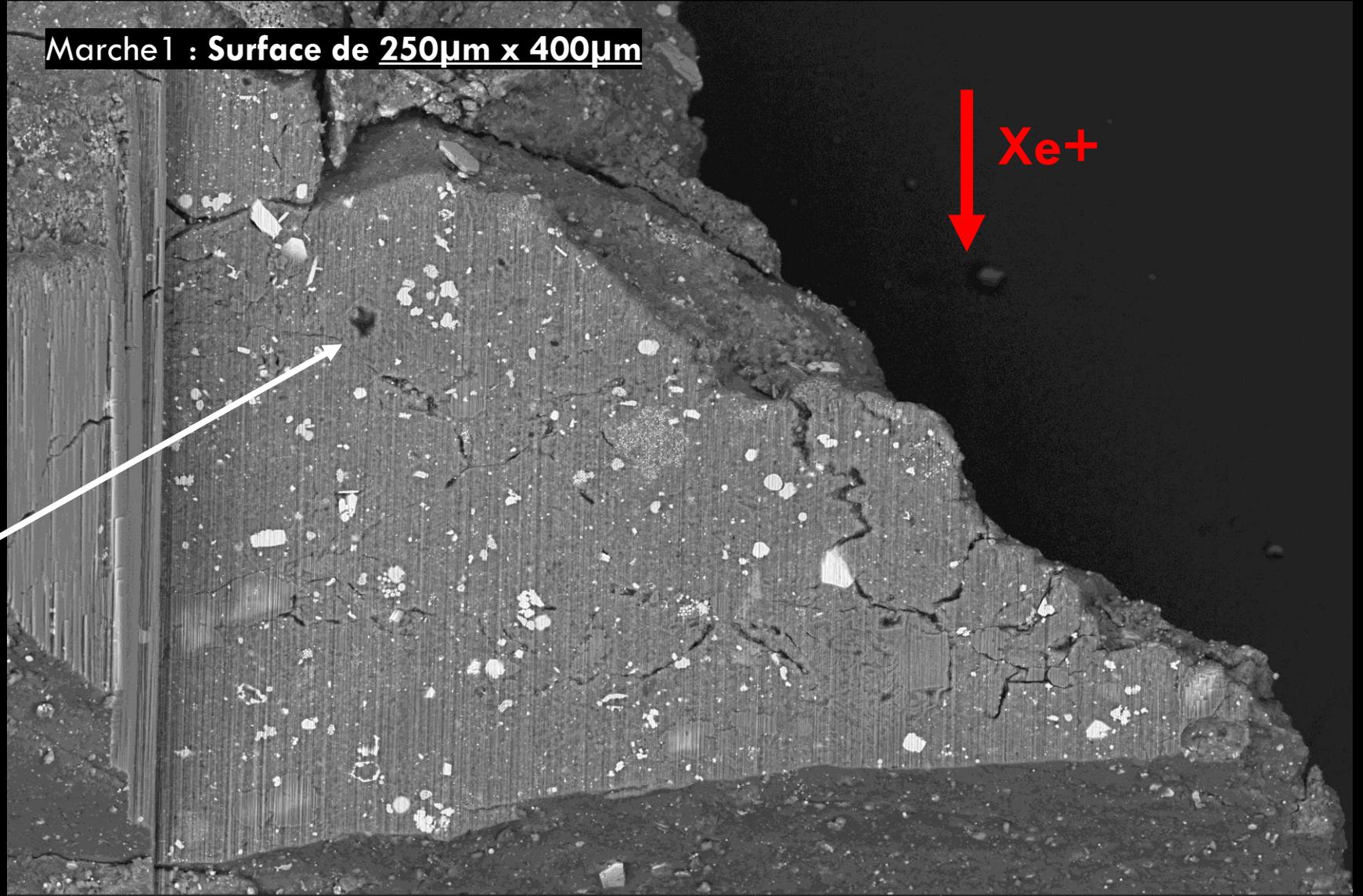
- 3 surfaces: **Pangée** 1500 μ m x 1200 μ m, **marche1** 250 μ m x 400 μ m, **marche2** 200 μ m x 300 μ m
- **Marches, rotation de l'échantillon:**
 - Moins de matière enlevée (échantillon rare)
 - Gain de temps (Z plus petit)



Application du protocole : astéroïde Ryugu, A0159



Marche 1 : Surface de 250µm x 400µm

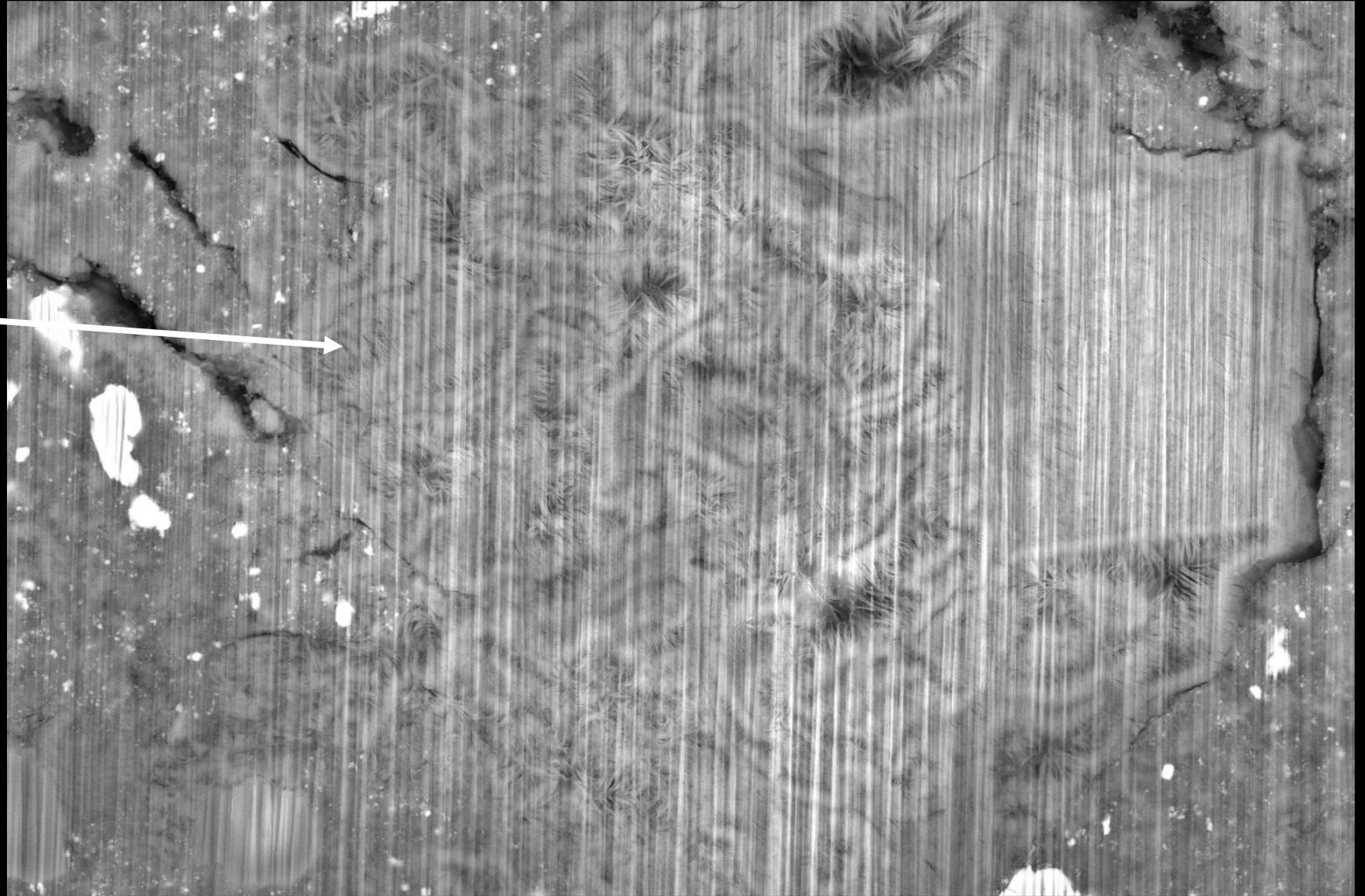


Patches de matière organique, très fragile, volatiles, qui sont encore visibles 😊

Application du protocole : astéroïde Ryugu, A0159



Les phyllosilicates semblent
intactes.. 😊



	tilt	7/12/2023	HV	curr	mag	□	HFW	WD	det	mode	----- 10 μm -----	
	0.0 °	11:48:53 AM	15.00 kV	0.20 nA	6 500 ×		63.8 μm	5.4 mm	CBS	All	LMV	

Application du protocole : astéroïde Ryugu, A0159

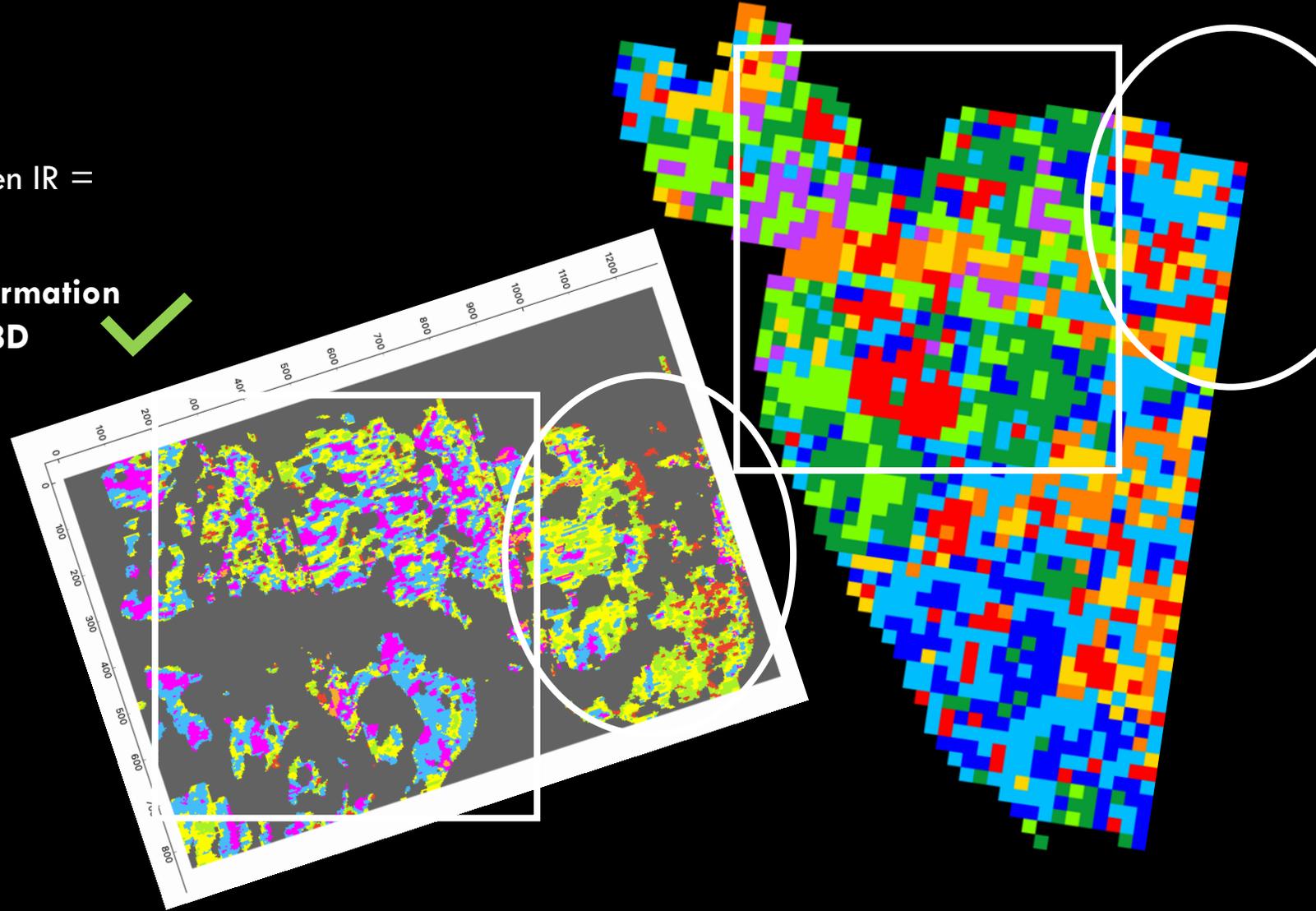
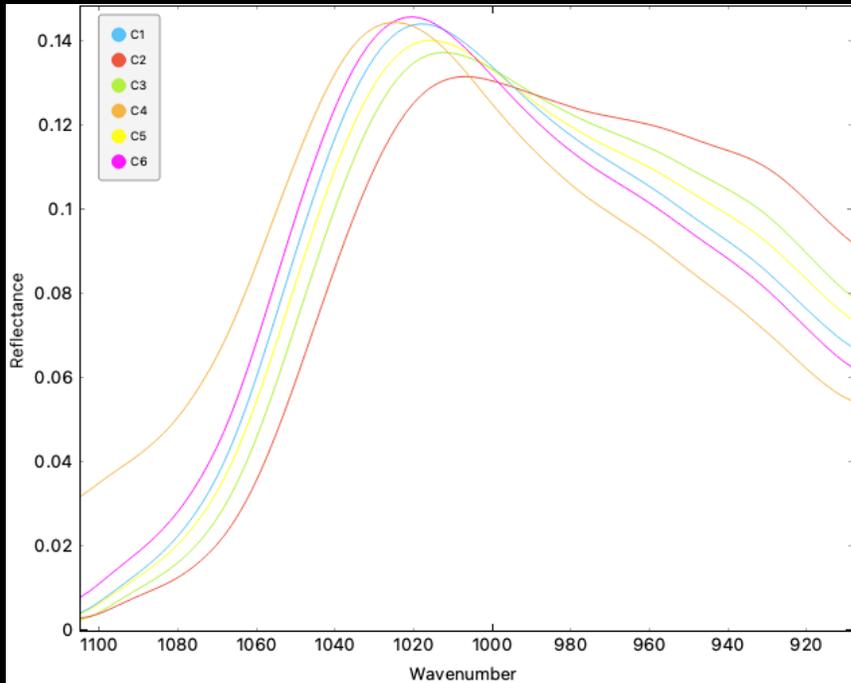


Vérification en FTIR

Les phyllosilicates sont intacts.. 😊

On observe bien des variations minéralogiques en IR =
détection de lithologies 3D 😊

**Mission réussie ! Conditions adéquates + confirmation
de la méthode de détection des lithologies en 3D**



Mais... surface vésiculée : pFIB ou grain ?

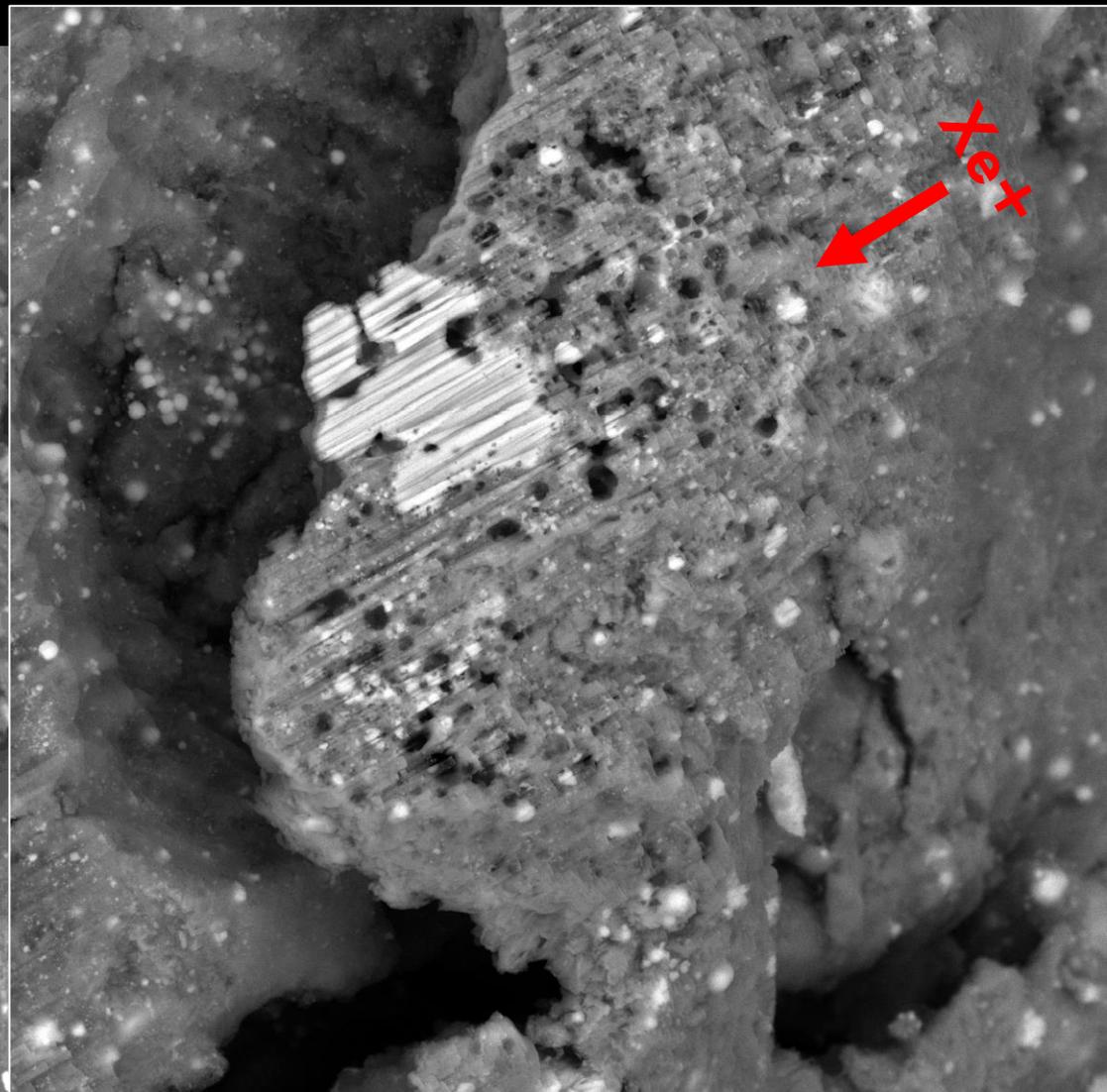


Surface très vésiculée, fondue?

➤ Grain : altération spatiale, fonte après impact ?

OU

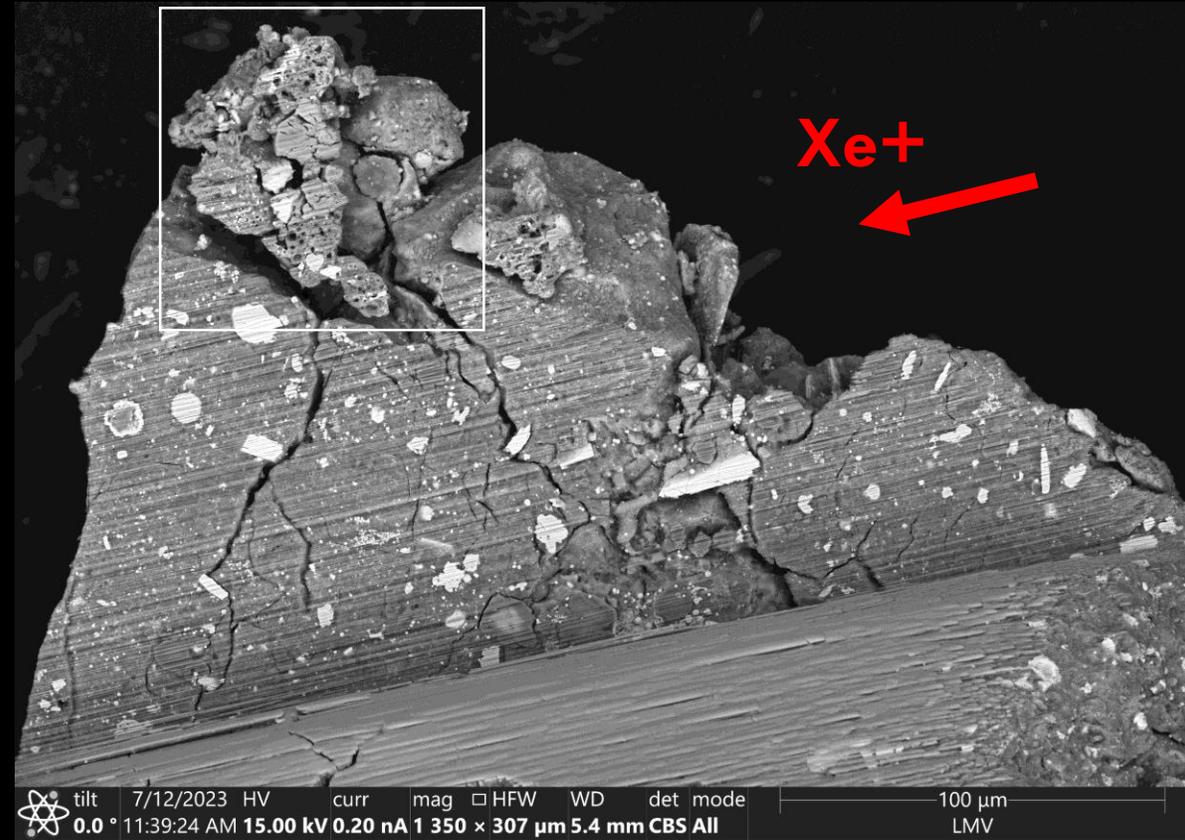
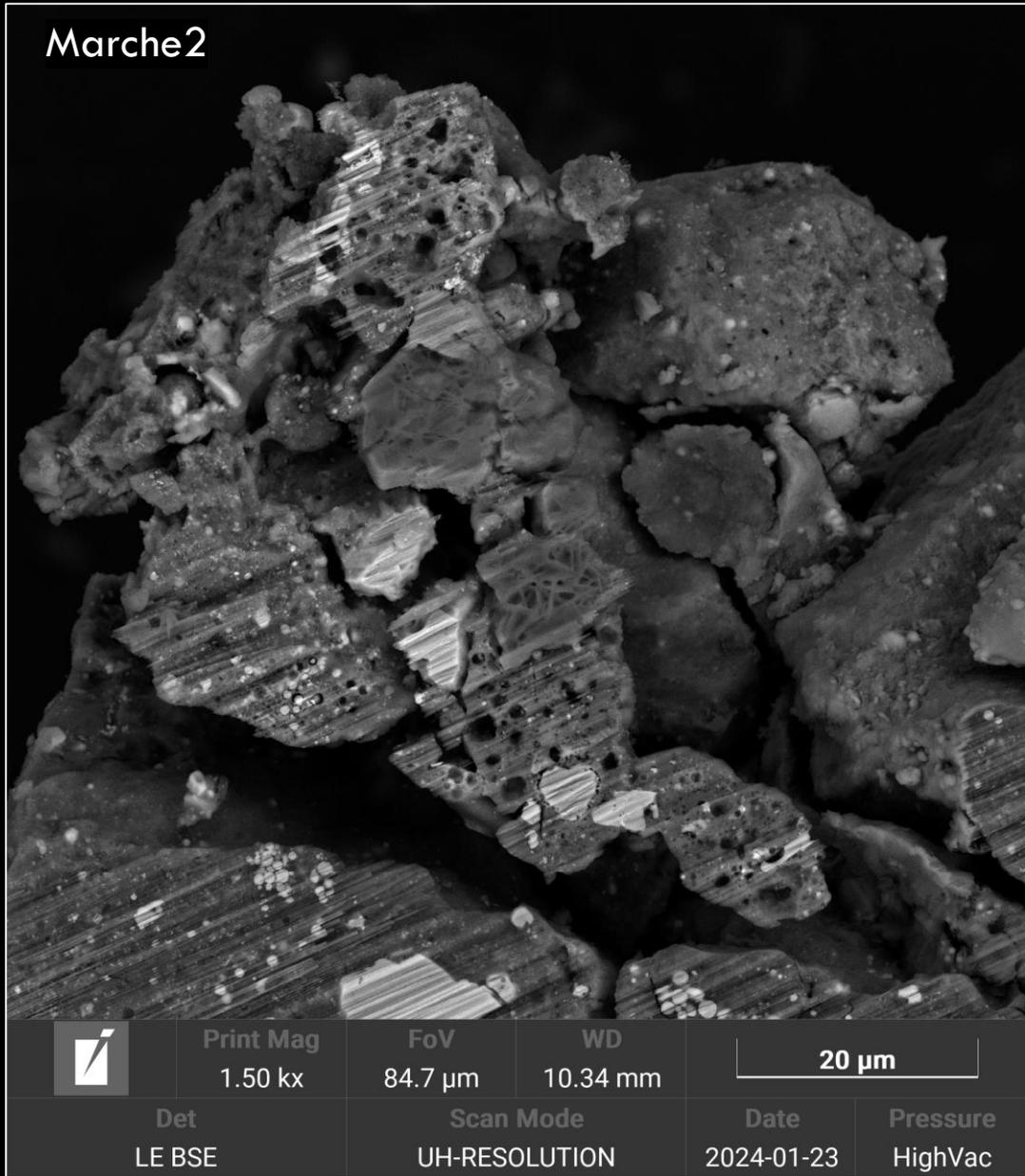
➤ pFIB : différents des observation sur tests IPAG3



	Print Mag 3.00 kx	FoV 42.3 µm	WD 10.78 mm	10 µm	
Det LE BSE	Scan Mode UH-RESOLUTION		Date 2024-01-10	Pressure HighVac	

tilt 0.0 ° 7/12/2023 11:59:05 AM HV 15.00 kV curr 0.20 nA mag 2 000 × HFV 207

Mais... surface vésiculée : pFIB ou grain ?



Même chose mais moindre, et presque à « l'intérieur » du grain...

Ga-FIB : Prélèvement de cubes dans des lithologies

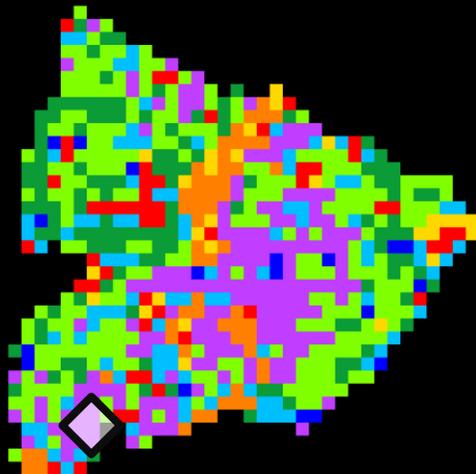


Séquence analytique (cf: Aléon-Toppani+ 2021) :

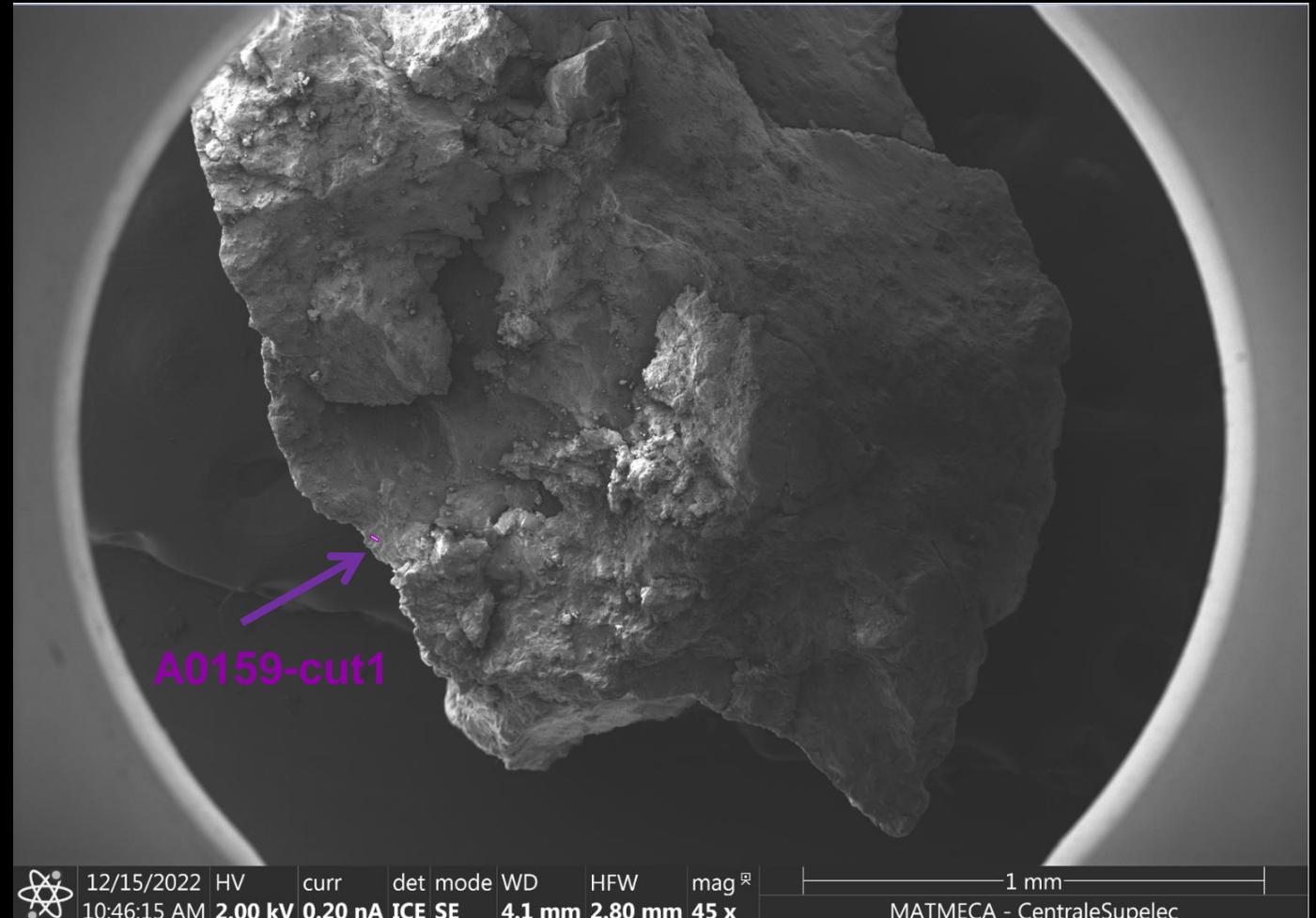
- Anatomix beam line, 3D nano-tomographie

Difficultés de géométrie :

- Localisation des cubes: pas forcément facile d'accès !
- Grain biscornu : attention aux détecteurs, canon, easylift... !



A0159-cut1



Ga-FIB : Prélèvement de cubes dans des lithologies

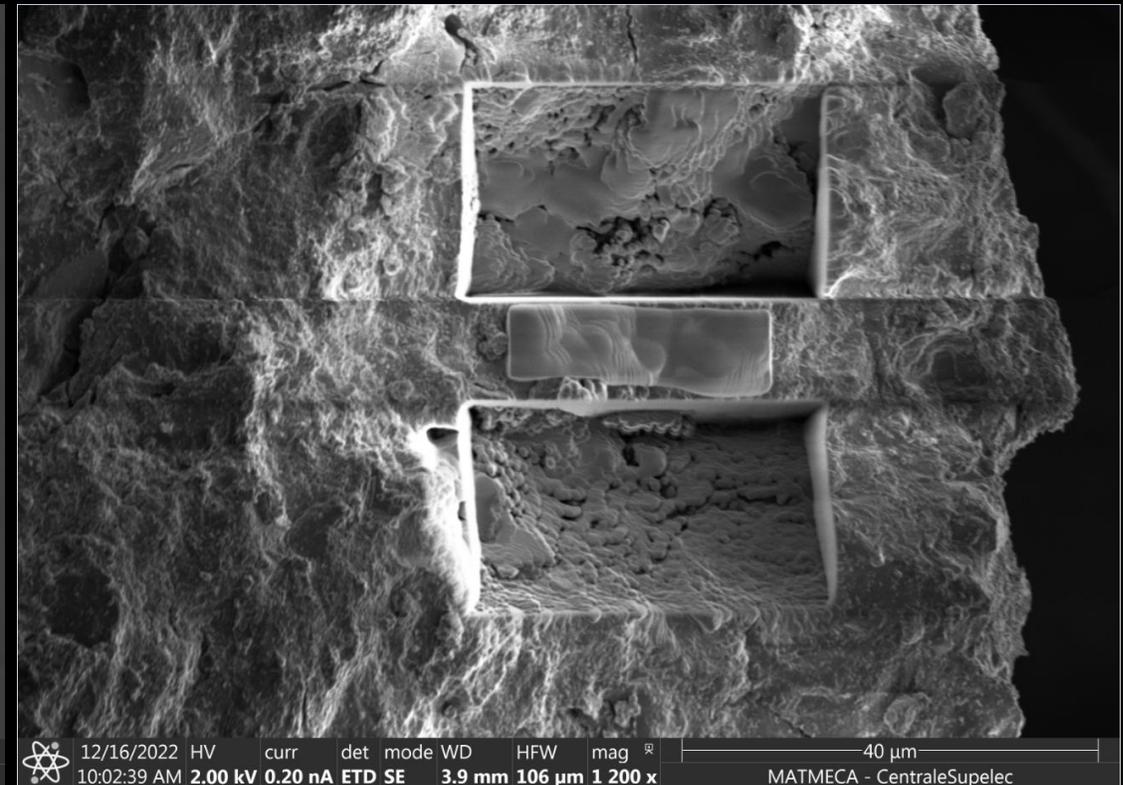
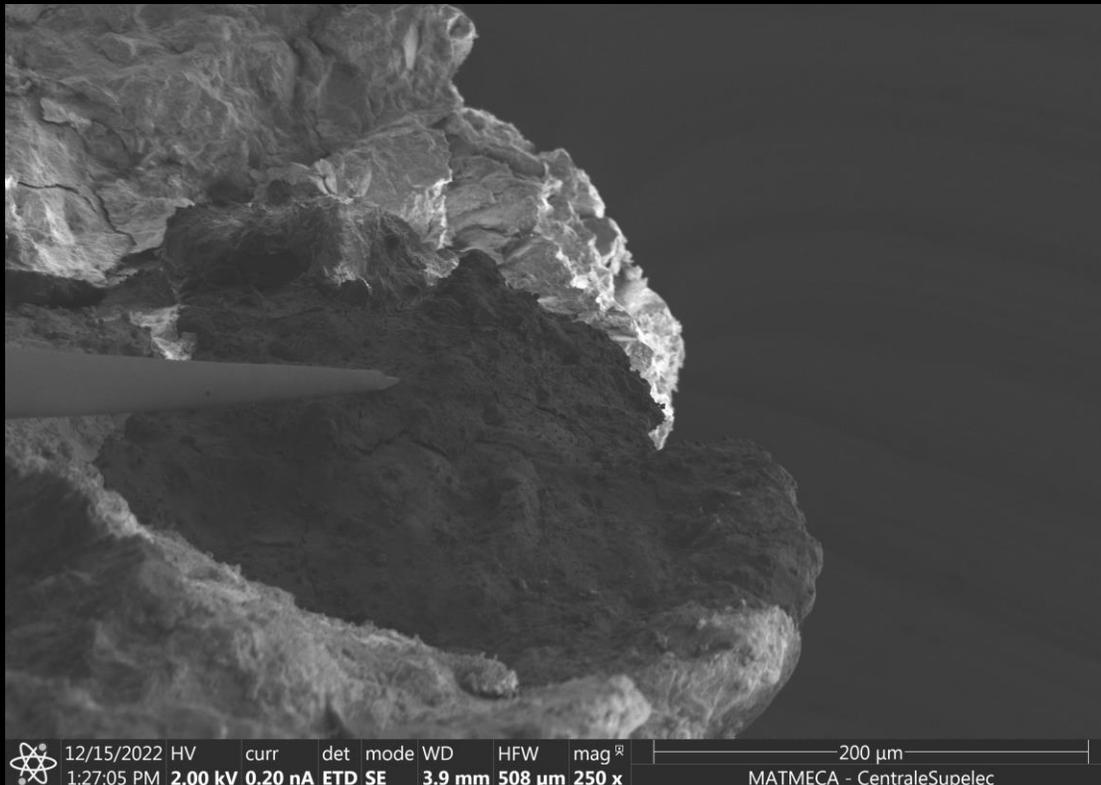


Réalisation d'un cube (A0159-cut1)

- Dépôt carbone (30kV, 24pA-0.43nA, env. 2 μm d'épaisseur), ablation (21 nA)

Difficulté : **ça charge**, on vient décharger en venant **mettre en contact l'easylift**

- Ablation en U (2.5nA, 30min), easy-lift soudure (40pA), fin d'ablation, extraction



Ga-FIB : Prélèvement de cubes dans des lithologies



Avantages:

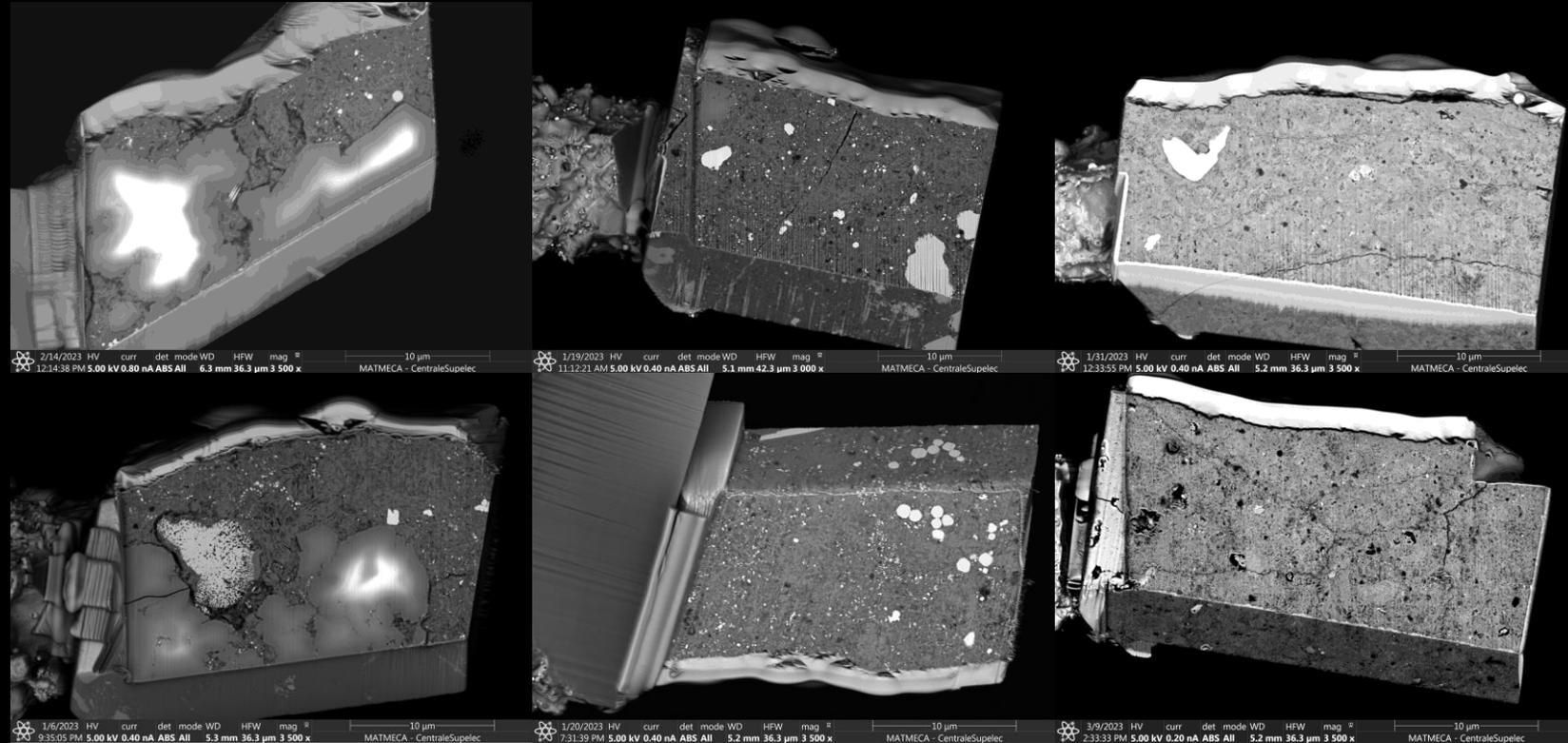
- Cube épais (15x15x5 μ m), 3D possible
- Plus de surfaces analysables

Difficultés majeures:

- Géométrie
- Manipulation délicate

Des années de préparation/tests mais toujours un peu différent selon les cubes 😊

Mission réussie !



Ryugu-A0159

Orgueil-IPAG1

Découpes p-FIB et Ga-FIB

Pour pouvoir mieux comprendre la composition et structure des lithologies 3D:

 **Extraction d'une tranche de plusieurs 100s μm :**

Défi de taille, matériau très poreux, fragile

Revoir ses exigences, importance de faire des tests sur échantillon similaire et non-rare

 **Réalisation d'une surface millimétrique**

Protocole simplifié et efficace: réalisable en quelques heures

Importance du mode d'ablation CCS ! Fort courant ok ! Difficulté à estimer le Z : échantillon hétérogène

En IR, la matière semble intacte mais...

Qu'en est-il des premiers nanomètres de la surface ? Effets de texture, ou de surface ?

Surface vésiculée = effet du pFIB ?

 **Extraire des cubes de plusieurs 10s μm au Ga-FIB**

Défi de géométrie, grain millimétrique, biscornu

Adaptation malgré un protocole acquis et bonne connaissance de son instrument et patience !

Découpes p-FIB et Ga-FIB

Pour pouvoir mieux comprendre la composition et structure des lithologies 3D:

 **Extraction d'une tranche de plusieurs 100s μm :**

Défi de taille, matériau très poreux, fragile

Revoir ses exigences, importance de faire des tests sur échantillon similaire et non-rare

 **Réalisation d'une surface millimétrique**

Protocole simplifié et efficace: réalisable en quelques heures

Importance du mode d'ablation CCS ! Fort courant ok ! Difficulté à estimer le Z : échantillon hétérogène

En IR, la matière semble intacte mais...

Qu'en est-il des premiers nanomètres de la surface ? Effets de texture, ou de surface ?

Surface vésiculée = effet du pFIB ?

 **Extraire des cubes de plusieurs 10s μm au Ga-FIB**

Défi de géométrie, grain millimétrique, biscornu

Adaptation malgré un protocole acquis et bonne connaissance de son instrument et patience !

Merci de votre attention ! 😊