

Complémentarité du MEB et des techniques d'analyse de surface pour la prestation de service

- 1 - Présentation de SERMA TECHNOLOGIE BU SES
- 2 - L'analyse de surface
- 3 - Exemples d'études multi-techniques



SERMA TECHNOLOGIES

Expertise des technologies des électroniques, processus de fabrication, et laboratoires de caractérisation des matériaux



Puces



Composants



Cartes & PCB



Batteries et PAC H2



Matériaux



Modules de Puissance



RF



Photovoltaïque

>200 employés (Dr, Ing, Tech)
 7000m² de laboratoires sur 7 sites
 27M€ de CA (2022)
 27M€ d'équipements
 > 8 000 analyses par an
 >700 clients
 R&D interne et projets collaboratifs



Expertise en physique et électrochimie

- Expertise
- Inspection de lots et détection de contrefaçons
- Analyse de défaillance
- Analyse de construction
- Analyse de puces: Si, SiC, GaN, GaAs, etc. par MEB, FIB, TEM...
- Circuit edit pour ASIC



Expertise en analyses de surfaces

- Tous matériaux
- Caractérisation de surfaces
- Analyses physico-chimiques
- XPS, SSIMS, DSIMS, GD-OES, SEM-FEG, Microscopie FTIR, etc.

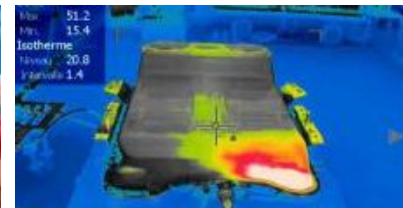


SERMA Technologies
 Accreditation n°1-7192
 Scope available on www.cofrac.fr



Expertise électrique et tests

- Test électrique (analogique, numérique, mixte, puissance, RF) de composants cartes et systèmes
- Tests de Qualification, fiabilité, endurance, robustesse, etc.
- Modélisations électriques
- Enceintes climatiques T&H, HAST
- Chocs thermiques, cycles en température, power cycling, HALT, vibrations, etc.
- Tests sous radiations TID, SEU



Expertise et test sur batteries, H2, PV

- Choix technologiques et benchmarking
- Fiabilité, HM/PHM et modèles
- Analyse de construction et caractérisation électrochimique des matériaux
- Analyse de défaillance et résolution de problèmes
- Validation, qualification et endurance
- Test abusifs* (UL1642, UN 38.3...)
- Audit des processus d'assemblages
- H2 PAC : technologie et fiabilité
- Photovoltaïque : technologie et fiabilité



Conseil et Formations

- Audit des processus d'assemblages
- Industrialisation
- Management de l'obsolescence
- Fiabilité des systèmes, HM/PHM, modèles associés (IA)
- Analyse cause racine et résolution de problèmes
- Formations (Qualiopi)



BU SCIENCE ET SURFACE

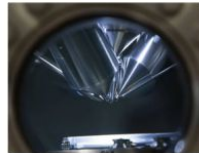


Laboratoire spécialisé dans l'Étude, le Conseil et le Service en analyses physico-chimiques des surfaces et interfaces de tous matériaux

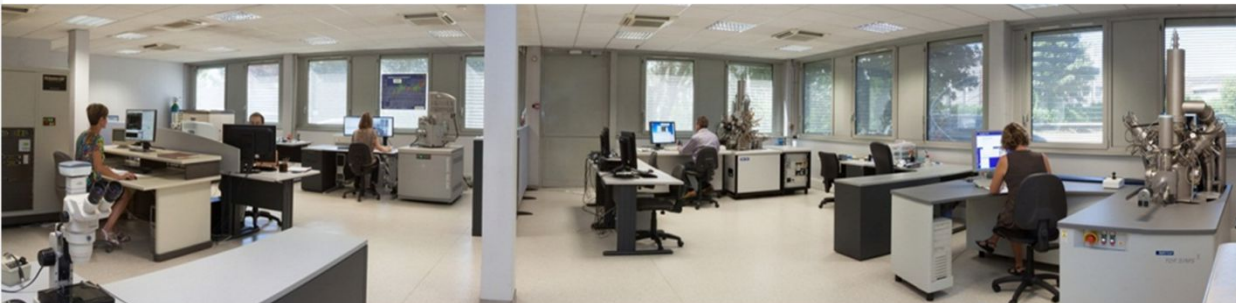
- ▶ Leader en analyse de surface pour l'industrie et la recherche depuis 1985



10 techniciens, ingénieurs et docteurs experts en matériaux



5M€ de parc machines



Tous nos travaux sont traités de manière confidentielle

Tous nos travaux sont réalisés dans le respect de notre système qualité



Accréditations 1-7192
Portée disponible sur www.cofrac.fr



Devis en moins de **24H**,
Délais d'urgence **48H et 72H**



30% de votre recherche en crédit d'impôt

BU SCIENCE ET SURFACE



Laboratoire privé d'expertise de matériaux regroupant toutes les techniques physico-chimiques usuelles d'analyses de surfaces.

Caractérisation la plus exhaustive possible de la surface/interfaces des matériaux :

- composition chimique et moléculaire,
- information qualitative et quantitative,
- morphologie et structure de surface/interfaces,
- mesures épaisseurs pouvant concerner les premières couches atomiques jusqu'aux premiers dizaines de micromètres.

Activités

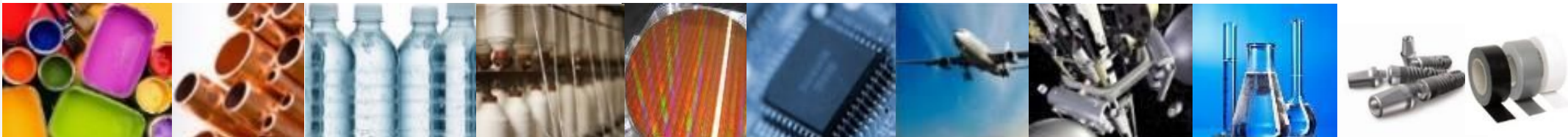
- Prestation d'analyses (industrie, recherche, ...)
 - Développement (nouveaux matériaux et procédés)
 - Contrôle qualité (production)
 - Expertise – Analyse de défauts
- Formation aux techniques d'analyse de surface
- Projets R&D
- Accompagnement/conseil technique/audit
- Support technique expertises assurances et judiciaires
- Openlab (assister aux analyses et conseils avec expert)

Peintures, Encres,
Vernis...

Traitements de surface , Métaux,
Polymères, Céramiques, Composites, Textiles, Packaging...

Automobile, Aéronautique, Spatial,
Semiconducteurs, Electronique, Nucléaire...

Biomédical, Pharmacie, Graisses, Lubrifiants,
Lessives, Détergents, Colles, Adhésifs...



Complémentarité du MEB et des techniques d'analyse de surface pour la prestation de service

1 - Présentation de S&S

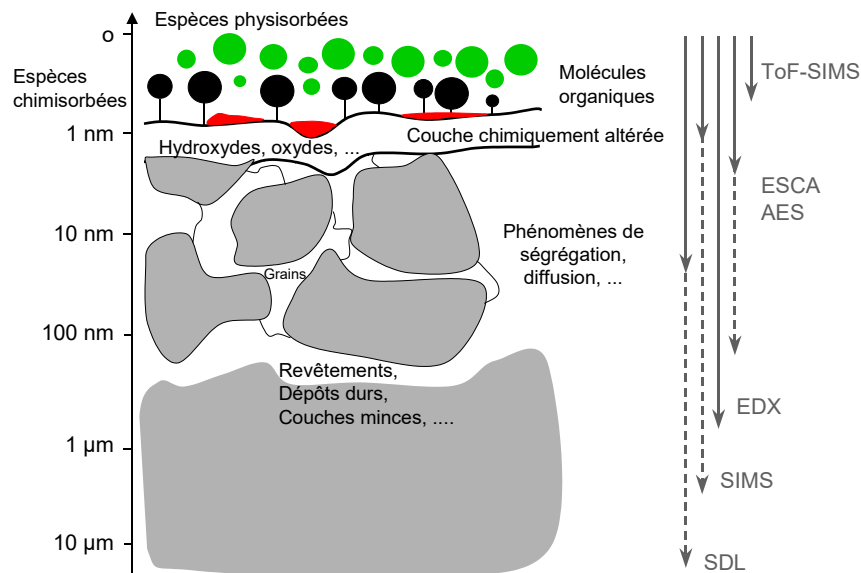
2 - L'analyse de surface

3 - Exemples d'études multi-techniques

4 - Conclusions



NOTION DE SURFACE



- ▶ La notion de surface est quelque chose de **complexe**. La notion **d'épaisseur** est fonction de la nature du problème :

- ✓ Nettoyage : quelques couches atomiques
- ✓ Traitement : quelques dizaines de nanomètres à quelques dizaines de micromètres

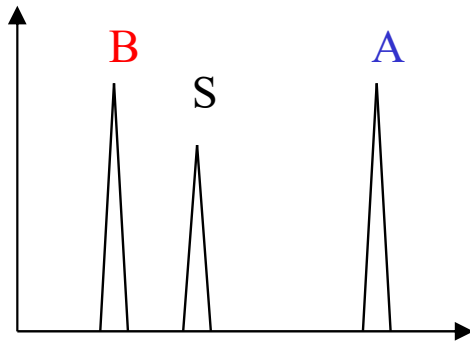
- ▶ La **composition d'une surface ne peut pas être assimilée à celle du volume** (oxydes, ségrégations superficielles, contaminations...).

Exemples :

- ✓ Carbure de silicium : silice en surface
- ✓ Acier inoxydable : oxyde de chrome en surface
- ✓ Polymères : ségrégation des additifs en surface

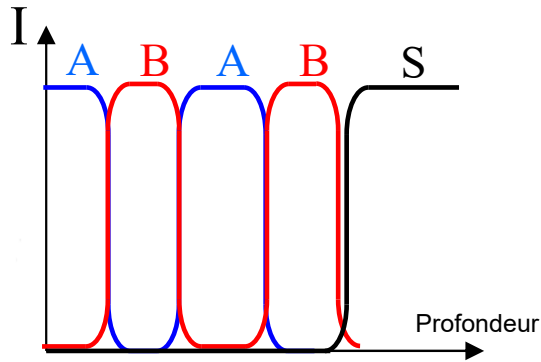
NOTION DE SURFACE

Technique globale



Les couches ne sont pas résolues

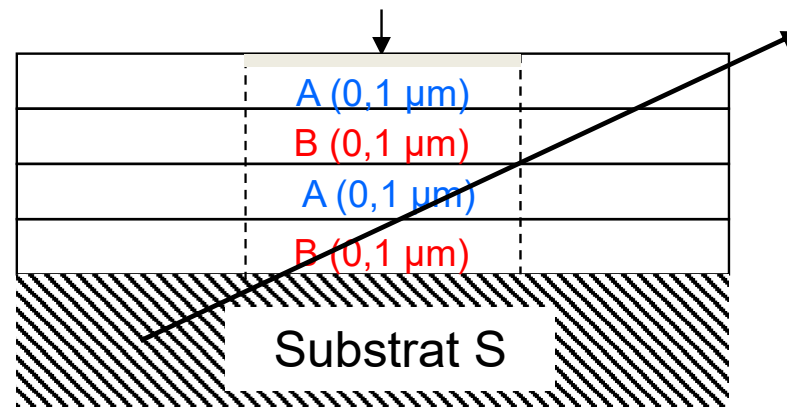
Technique surface



Les couches sont résolues

Technique surface

Technique globale



- Stratégie en analyse de surface : choisir la bonne technique pour aller rechercher l'information à la bonne profondeur

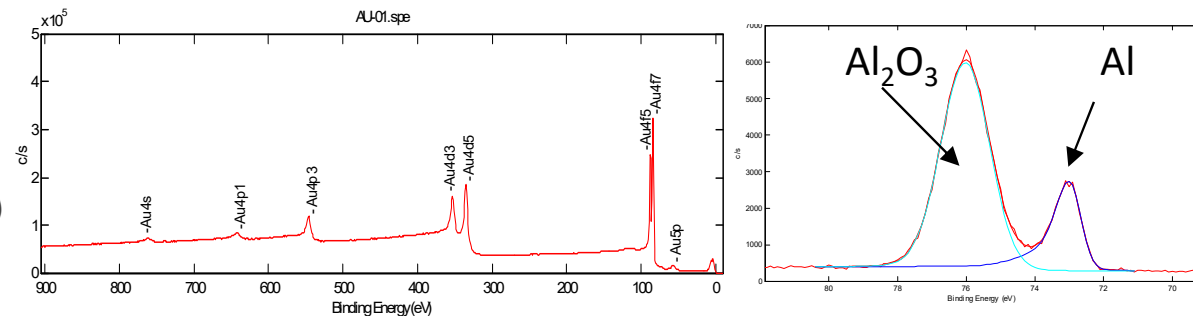
LES TECHNIQUES D'ANALYSES DE SURFACE ET SPÉCIFICITÉS

► XPS ou ESCA (X, e⁻)

Analyse élémentaire quantitative et chimique

Profils quantitatifs de répartition en profondeur

Profondeur sondée : quelques nanomètres (5-10 nm)

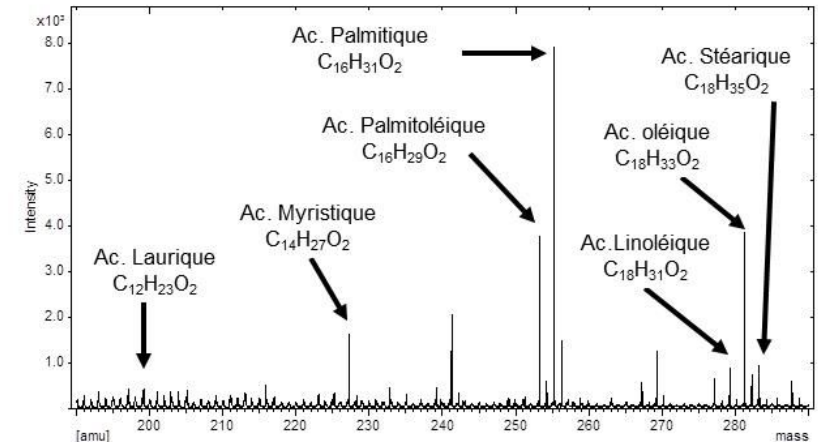


► SSIMS ou ToF-SIMS (ions, ions)

Information chimique et moléculaire en mode statique

Sensibilité élevée (de l'ordre de la ppm ou femtomole)

Profondeur sondée de l'ordre du nm en mode statique



Polluants de type acides gras linéaires identifiés - défaut de mouillabilité

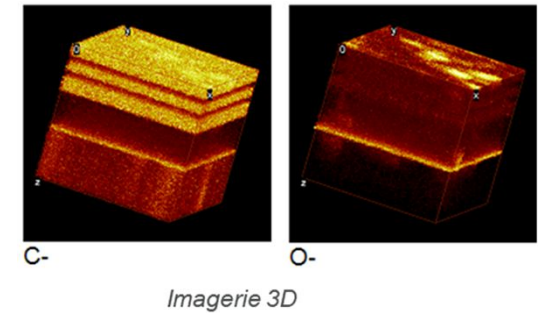
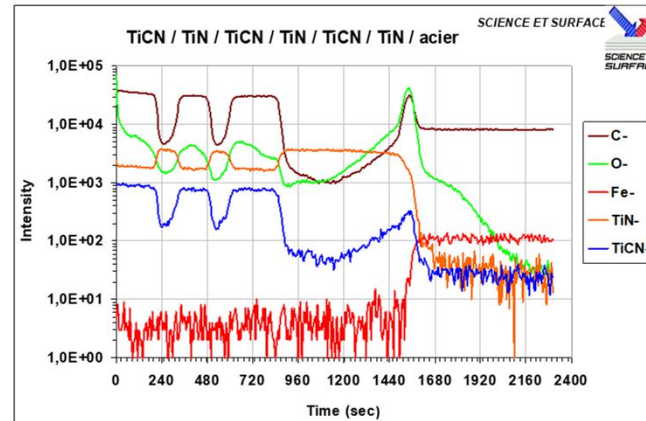
LES TECHNIQUES D'ANALYSES DE SURFACE ET SPÉCIFICITÉS

► DSIMS (ions, ions)

Profils de répartition en profondeur 2D, 3D et mapping

Très grande résolution en profondeur (nm)

Pas d'information moléculaire (pulvérisation ionique)



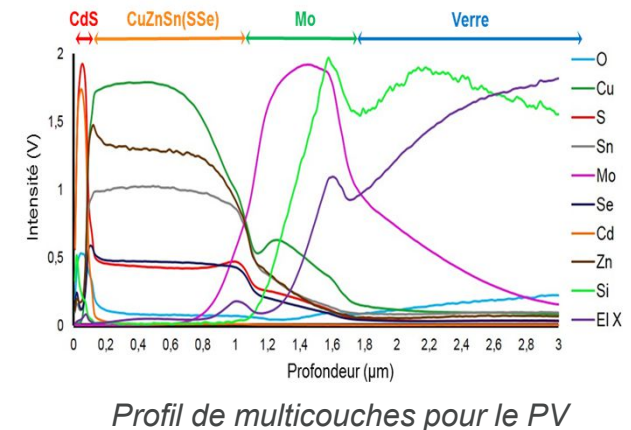
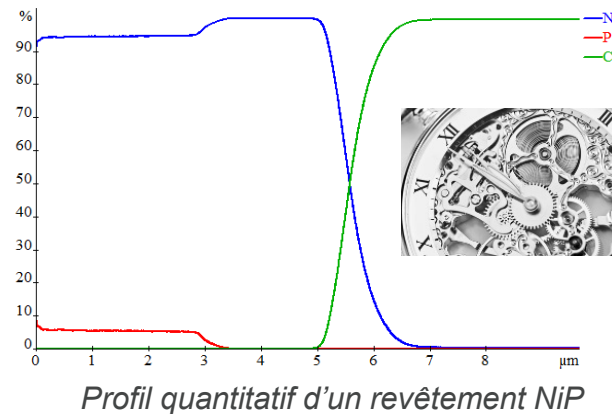
► GD-OES (ions, photons)

Profils de répartition en profondeur (quantitatifs)

Profondeur sondée : qq nm à qq 10 µm

Résolution en profondeur ultime de l'ordre de quelques nm

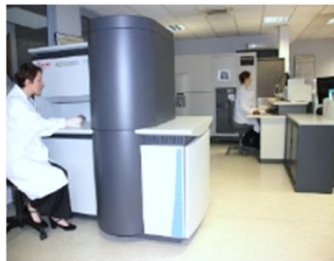
Taille de la zone analysée : 2 ou 4 mm de diamètre



PARMI NOS ÉQUIPEMENTS...



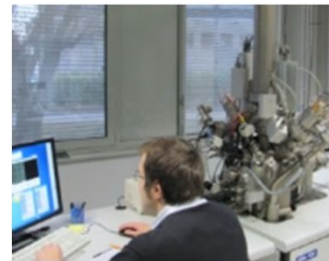
XPS – PHI Quantera SXM



XPS – THERMO K-Alpha+



ToF-SIMS– IONTOF – ToF V x2



TEM – Tecnai Osiris



FTIR – PERKIN ELMER Microscope Spotlight 400 avec ATR-Imaging



GD-OES – HORIBA Profiler 2



Goniometer KRUSS DSA25E



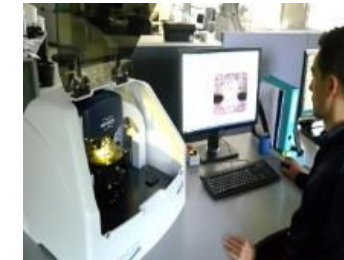
ESEM FEI Quanta 250 FEG



Microscope optique
KEYENCE VHX 5000



FIB-SEM



Profilomètre tactile – BRUKER
DEKTAK XT



AFM

Et analyses conventionnelles avec nos laboratoires partenaires : ICP-MS, GD-MS, HS-GCMS, DSC, ATG, pyrolyse GC-MS, micro-dureté, mesure de viscosité, tests de vieillissement, essais de corrosion...et autres analyses sur demande

Complémentarité du MEB et des techniques d'analyse de surface pour la prestation de service

- 1 - Présentation de S&S
- 2 - L'analyse de surface
- 3 - Exemples d'études multi-techniques**
- 4 - Conclusions



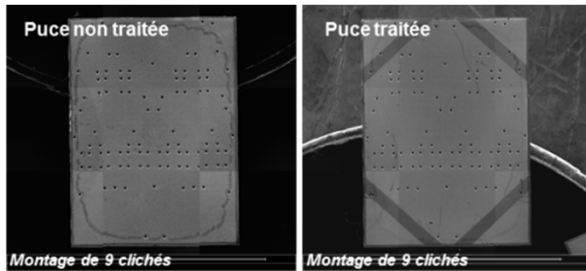
NETTOYAGE DE SURFACE D'UNE PUCE PAR TRAITEMENT PLASMA

- ▶ **Objet** : Recherche d'une pollution sur la surface d'une plage Au
- ▶ **Technique** : **MEB EDS + XPS**

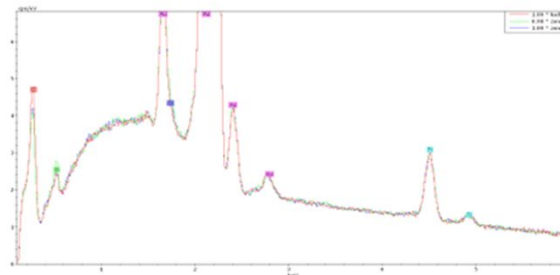
Étendue de la pollution

Nature et évolution de la pollution sous le plasma

1. Observation MEB en surface

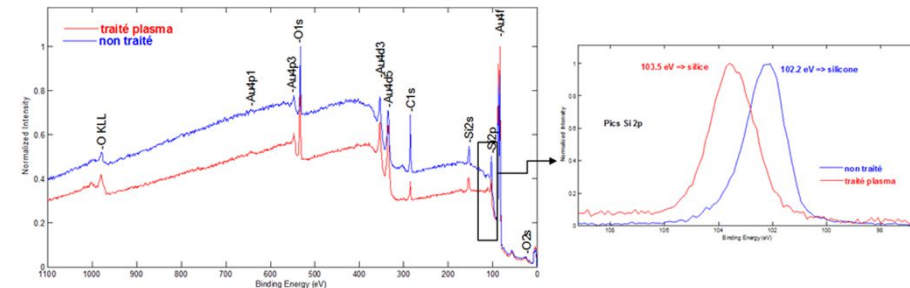


Zones sous le masque, non nettoyées par le plasma



Pas d'information par EDS (profondeur sondée ~ 1µm)

2. Nature des contaminants de surface (analyse XPS sur quelques nm de profondeur)



% atomiques	C	O	Au	Si	O/Si	C/Au
Non traité	50.2	22.0	10.6	17.2	1.3	4.7
Traité plasma	23.4	44.4	15.4	16.7	2.7	1.5

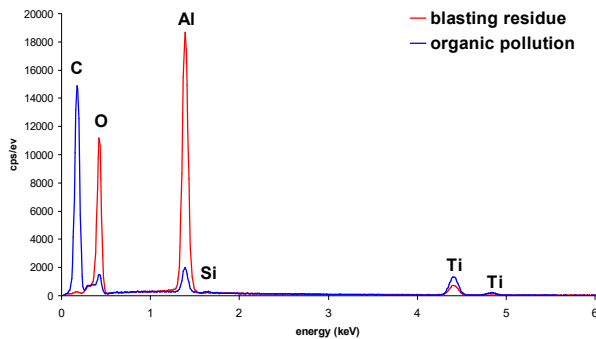
▶ CONCLUSION

Identification de la nature de la pollution : silicone

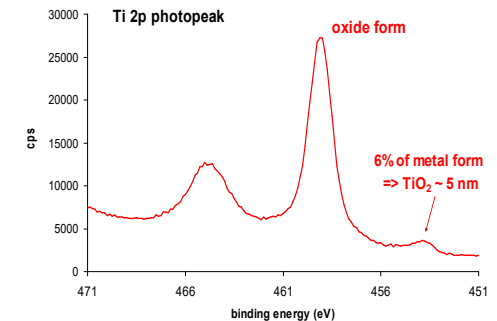
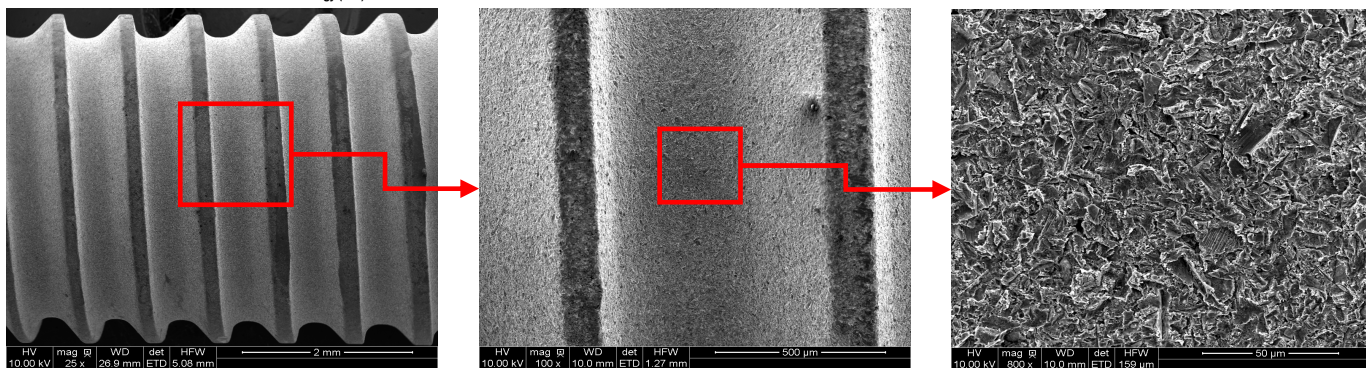
Identification et quantification de l'effet du plasma : dégradation du silicone (oxydation)

EVALUATION D'UN DISPOSITIF MÉDICAL SUIVANT LA NORME 10993-18

- ▶ **Objet** : Caractérisation physico chimique en surface d'un dispositif médical (DM)
- ▶ **Technique** : MEB EDS + XPS



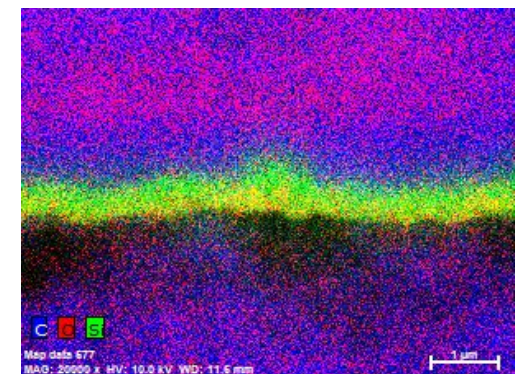
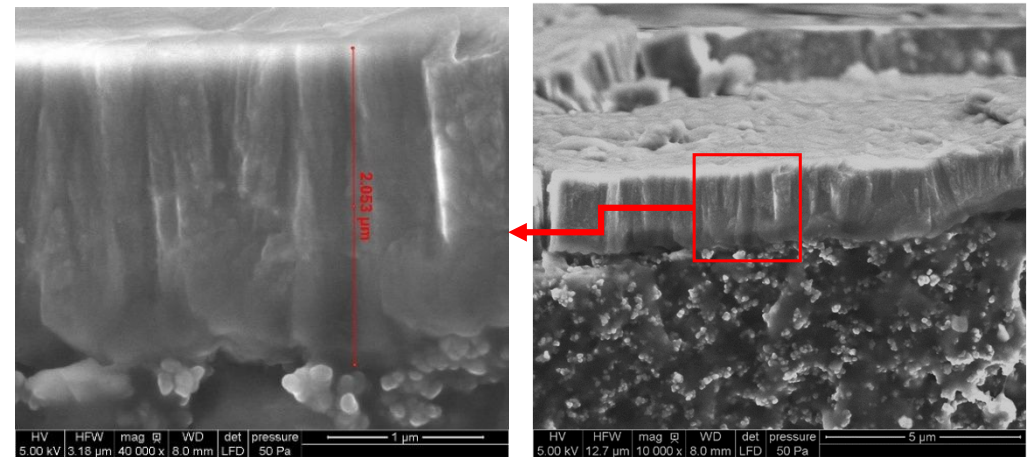
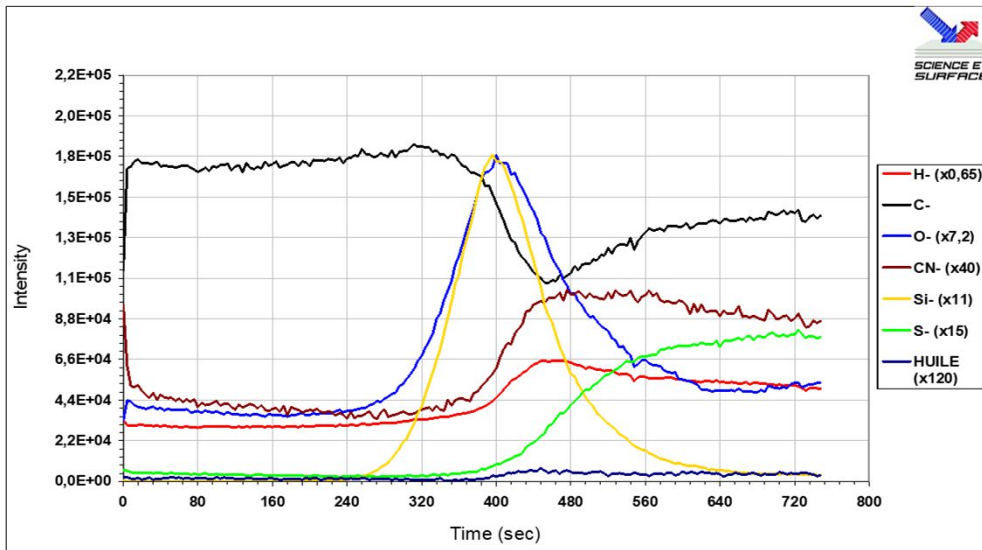
- ▶ Détermination de la morphologie de surface avec recherche de résidus de polissage, fissures, porosités, contaminations, ...
- ▶ Estimation de l'épaisseur d'oxyde par XPS



Spectre XPS du titane

CARACTÉRISATION D'UN DÉPÔT DLC SUR ELASTOMERE

- ▶ **Objet** : Déterminer les caractéristiques du dépôt : épaisseur et composition chimique
- ▶ **Technique** : MEB EDS + DSIMS



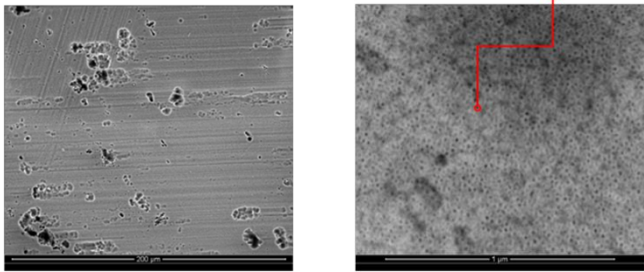
CONCLUSION

- ✓ Hydrogénation du DLC
- ✓ Couche d'accroche Si
- ✓ Epaisseur 2 µm

CARACTÉRISATION DE COUCHES D'ANODISATION

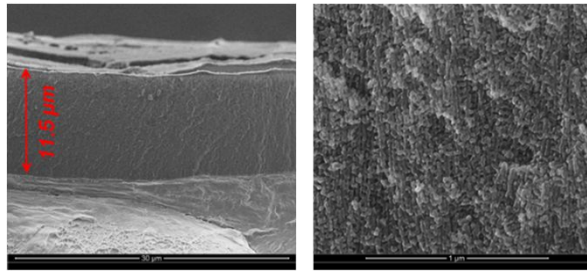
- ▶ **Objet** : Déterminer les caractéristiques du dépôt : épaisseur et composition chimique
- ▶ **Technique** : **MEB EDS + GD-OES**

1. Observation en surface diamètre ~14 nm



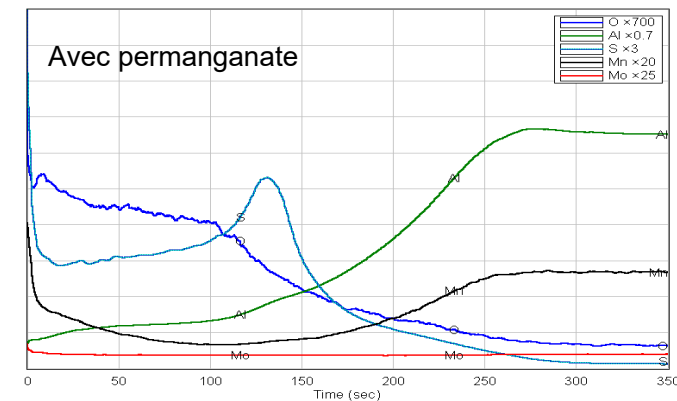
- ✓ Homogénéité du traitement
- ✓ Mise en évidence de la porosité à l'échelle nano

2. Observation en coupe



- ✓ Mesure de l'épaisseur de la couche anodisée
- ✓ Mise en évidence de défauts dans la couche
- ✓ Observation de la structure colonnaire

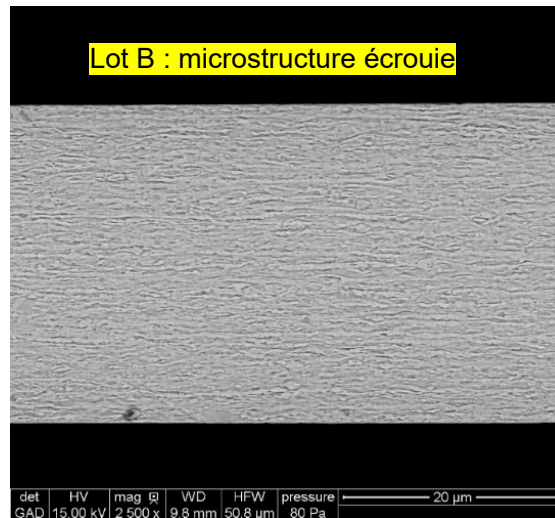
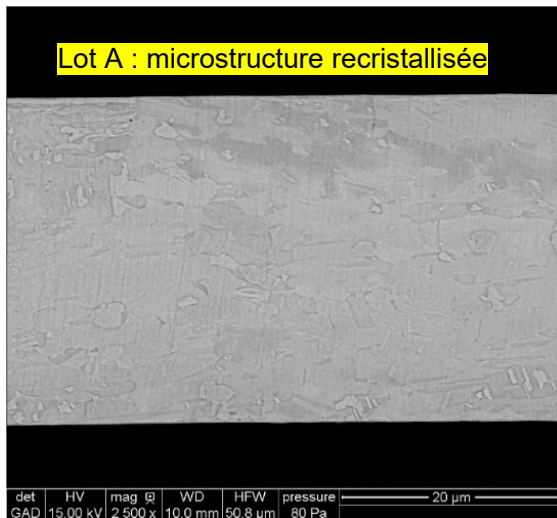
3. Profils GD-OES



- ✓ structures colmatées : degré d'incorporation des éléments du colmatage (Mn)

CARACTÉRISATION MICROSTRUCTURALE DE FEUILLARDS ARGENT

- ▶ **Objet** : Déterminer en comparatif KO/OK la microstructure sur 2 lots de feuillards Ag présentant des différences de propriétés physiques
- ▶ **Technique** : **Tof SIMS + MEB**



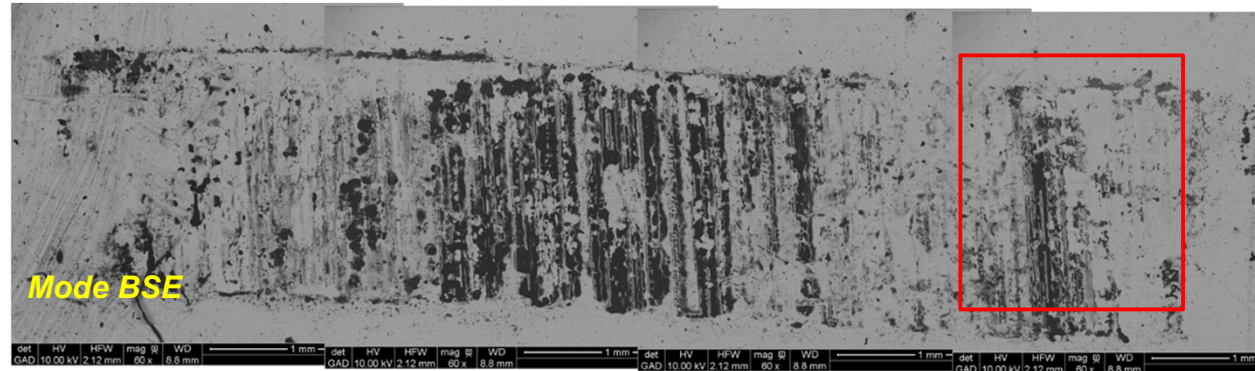
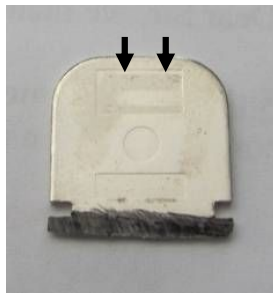
- ▶ Abrasion ionique par faisceau d'ions Tof SIMS d'une coupe micro
- ▶ Révélation microstructurale par Tof SIMS
- ▶ Clichés MEB pour morphologie de la microstructure

▶ CONCLUSION

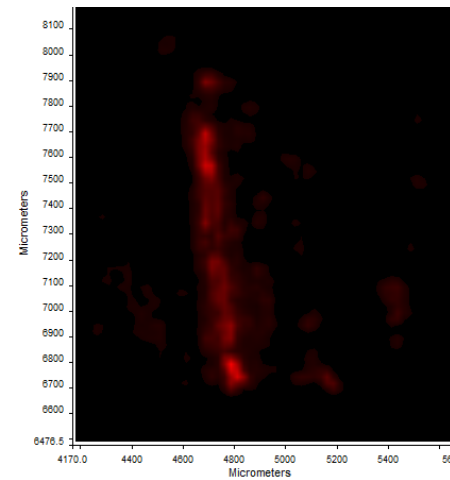
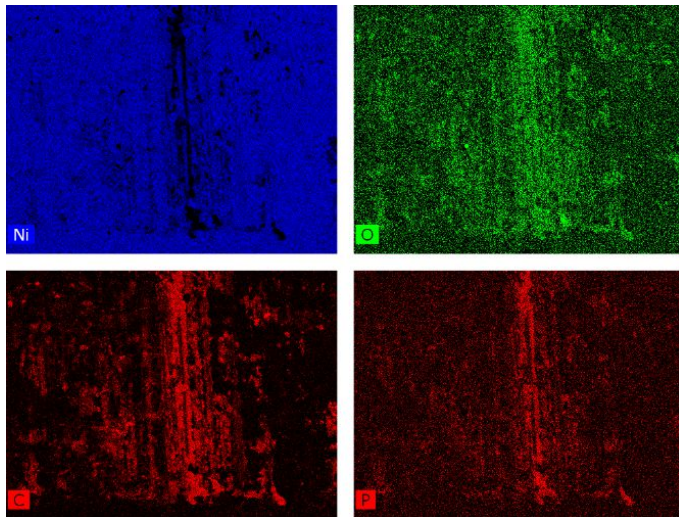
Différence de microstructure observée entre les 2 types de lots expliquant les différences de propriétés

CARACTERISATION D'UNE TACHE SUR UN CONTACT METALLIQUE

- ▶ **Objet** : Déterminer la nature de la tache
- ▶ **Technique** : **MEB EDS + FTIR**

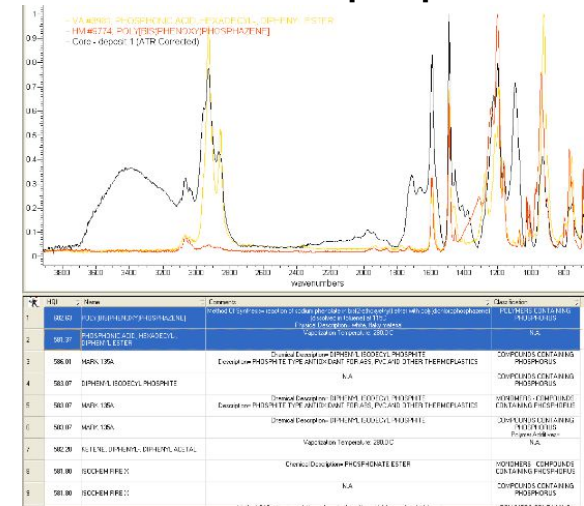


Cartographie EDS



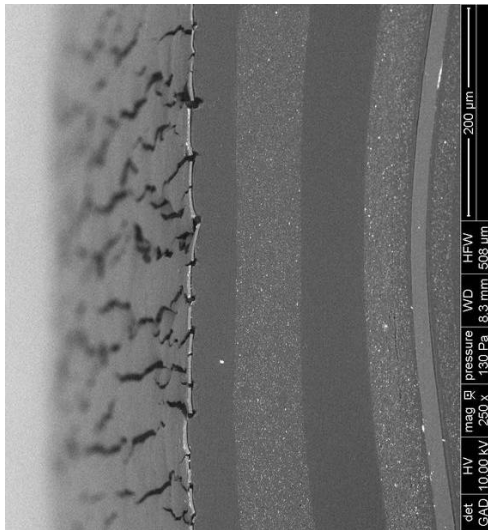
Cartographie FTIR

Identification d'un phosphate

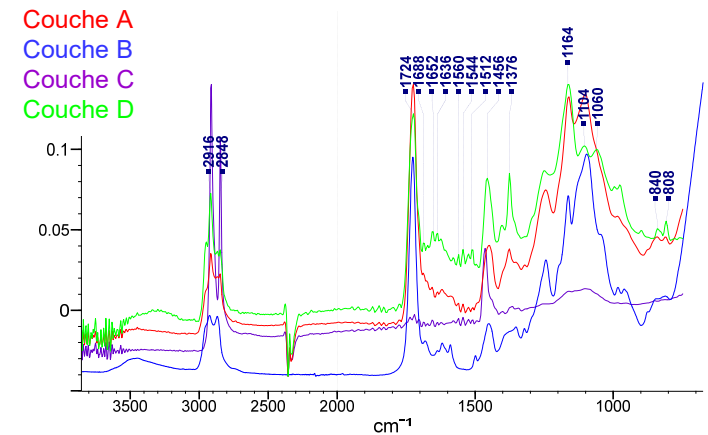
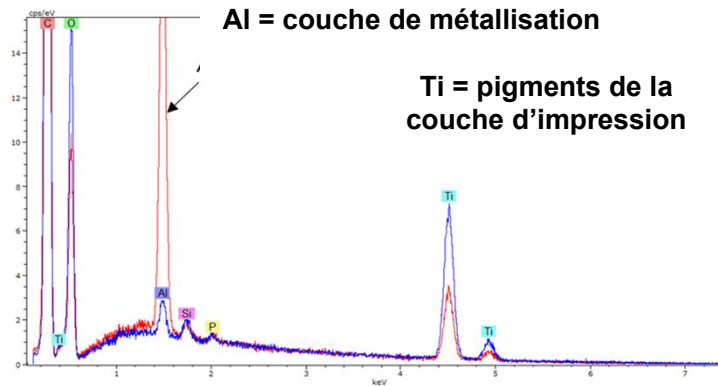
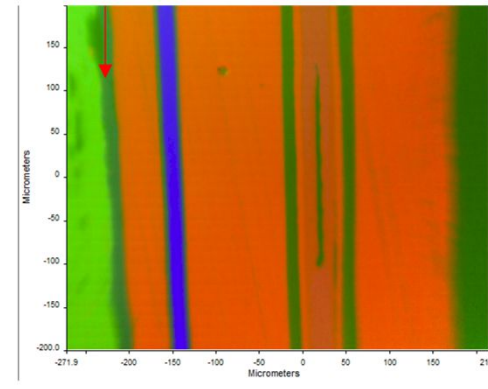
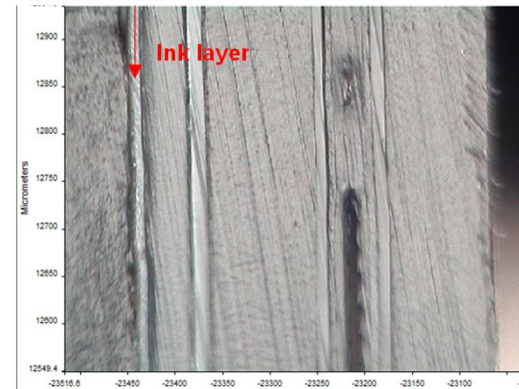


ETUDE D'UN EMPILEMENT MULTICOUCHE

- ▶ **Objet** : Déterminer les caractéristiques du dépôt : épaisseur et composition chimique
- ▶ **Technique** : **MEB EDS + FTIR**



✓ Cliché MEB BSE



▶ CONCLUSION

Identification chimique de chaque couche de l'empilement et mesures des épaisseurs

CONTRÔLE DU NETTOYAGE D'UNE SURFACE

- ▶ **Objet** : Existe-t-il des résidus de détergents en surface d'une surface nettoyée ?
- ▶ **Technique** : **ToF SIMS + XPS**

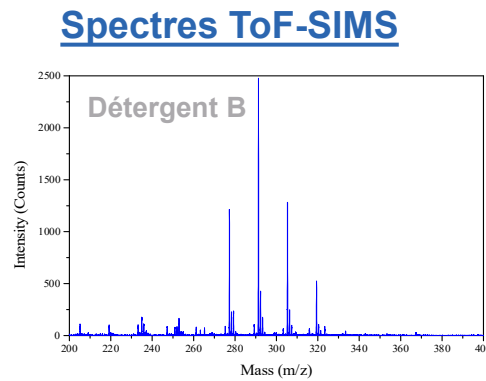
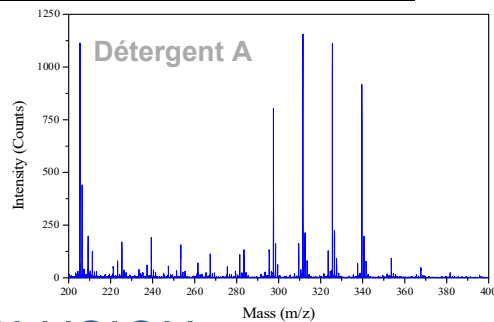
XPS : **quantification** de la contamination résiduelle en extrême surface, selon la nature du nettoyage - profondeur sondée 5-10 nm

ToF-SIMS : **identification** des détergents présents en extrême surface

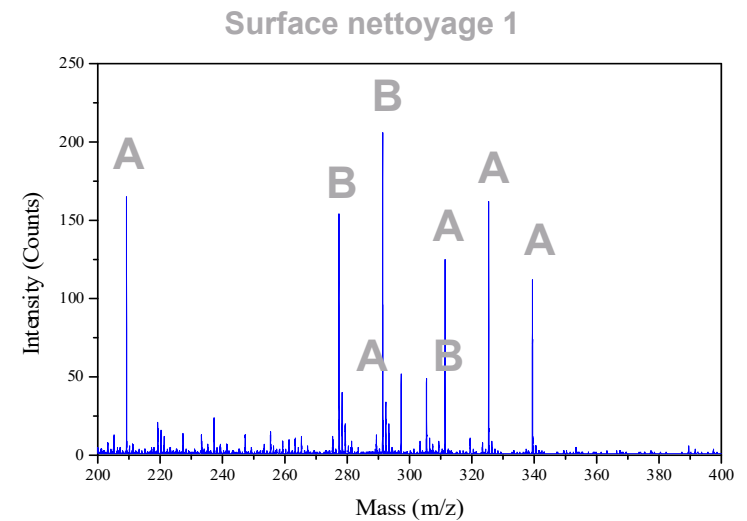
1. Analyse quantitative (XPS)

	% C	% O	% N	% Ti
Nettoyage 1	28.4	47.4	0.6	23.6
Nettoyage 2	18.6	50.2	0.7	30.5

2. Identification de la nature de la pollution (ToF-SIMS)



Spectres ToF-SIMS

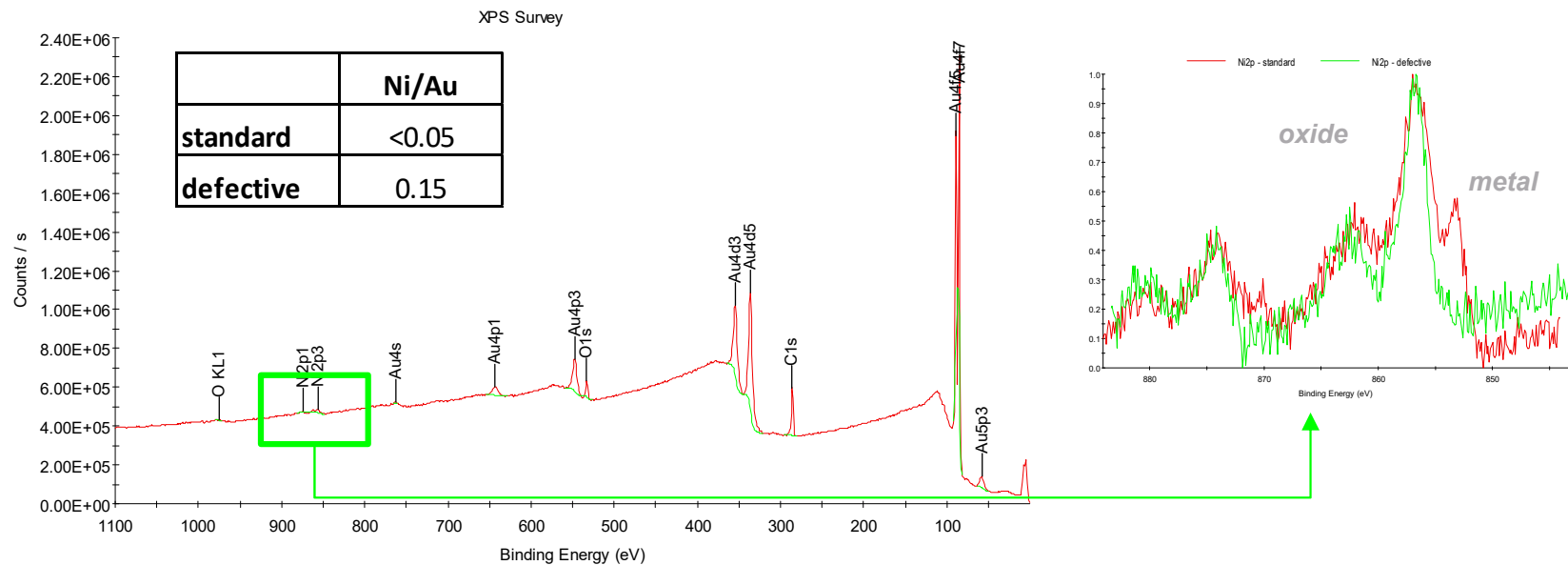
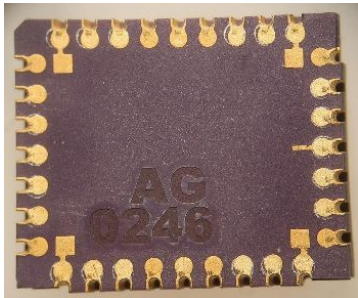


▶ CONCLUSION

Présence de traces des 2 détergents en surface après nettoyage, en plus forte proportion sur gamme de nettoyage 1

DÉFAUT D'ADHÉSION D'UNE COLLE SUR BOITIER CÉRAMIQUE

- ▶ **Objet** : Recherche de l'origine de défaut d'adhésion d'une colle conductrice sur boîtier céramique (pads de 700 μm de diamètre)
- ▶ **Technique** : XPS



▶ CONCLUSION

Migration de nickel (qui s'oxyde) en surface de l'or

CONCLUSION

- ▶ Dans le cadre d'expertises industrielles, il est intéressant de pouvoir coupler plusieurs techniques pour avoir une vue complète d'une problématique
- ▶ Parfois le MEB ne suffit pas : nécessité de passer sur les techniques d'analyse de surface : contactez-nous 😊

SERMA TECHNOLOGIES

LABORATOIRE SCIENCE ET SURFACE

64, CHEMIN DES MOUILLES

69134 ÉCULLY

Standard : +33 (0)4 72 86 00 45

contact.surface@serma.com

<https://www.serma-technologies.com/laboratoire-de-materiaux/>