

Les spectromètres EDS et les détecteurs SDD - aspects technologiques

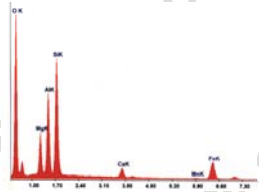
L. MANIGUET, O. LIMOUSIN*
F. ROUSSEL-DHERBEY, F. CHARLOT

*Consortium des Moyens Technologiques Communs (CMTC),
Institut National Polytechnique de Grenoble
BP 75 - 38402 Saint Martin d'Hères*

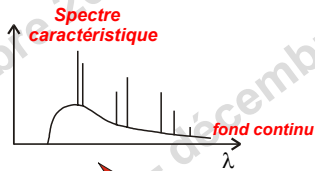
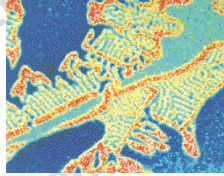
** CEA Saclay / Service d'Astrophysique
Yvette 91191 Gif sur Cedex*

Rappels : interaction électron - matière

spectre élémentaire

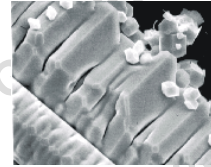
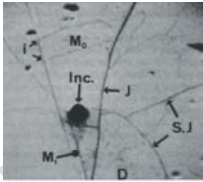


cartographie X



émissions X

cathodoluminescence

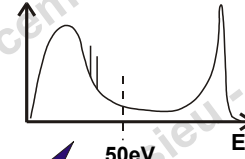


contraste topographique

électrons primaires

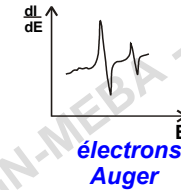
électrons secondaires

électrons rétrodiffusés

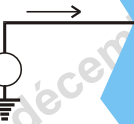


Contraste de Z

émissions électroniques



courant absorbé



Microanalyse X : émission X caractéristique lors de l'interaction d'un faisceau d'électrons avec la cible...

Petite histoire de la microanalyse X...

1913 : les spectres de rayons X (Moseley)

1930 : optique électronique (TEM 1931 par Von Ruska)

1940 : spectrométrie de rayons X WDS (Guinier, Cauchois)

1947 : 1er travaux sur la microanalyse par Hillier (USA)

1949 : début de la thèse de Castaing sous la direction de Guinier

1951 : 1er prototype de microsonde par Castaing (thèse)

1955 : 1er prototypes industriels

1963 : 1er prototype du MEB (Nixon et Pease, Université de Cambridge)

1965 : commercialisation du MEB

1968 : spectrométrie EDS – diode semi-conductrice (USA)

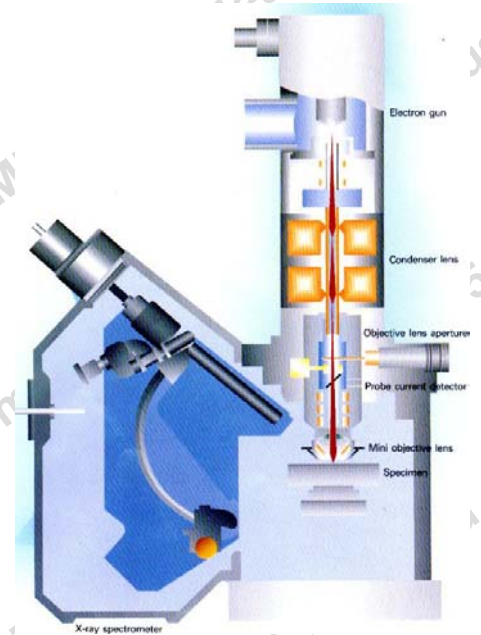
1984 : découverte du détecteur SDD par GATI et REHAK

1995 : spectromètre EDS à chaîne de mesure numérique

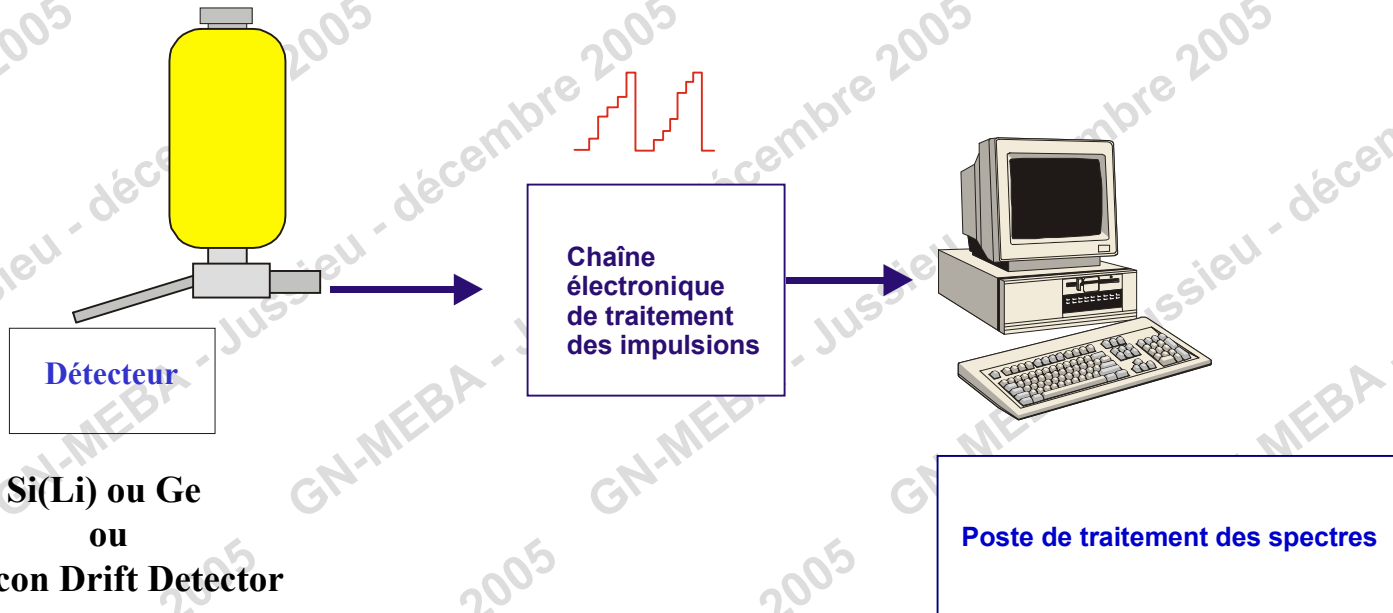
1997 : commercialisation des premiers SDD (Silicon Drift Detector-Roentec)

2000 : annonce du microcalorimètre (Réunion GNMEBA)

Depuis 2002 : développement commercial du SDD en microanalyse X



Spectrométrie de rayons X à sélection d'énergie EDS (*Energy Dispersive Spectrometry*)



Les spectromètres EDS et les détecteurs SDD - aspects technologiques

Plan de l'exposé :

- La diode semi-conductrice

Rappels :

Principe de fonctionnement

Résolution

Efficacité

La chaîne électronique de traitement des impulsions

- Le SDD (Silicon Drift Detector)

Principe de fonctionnement

Résolution

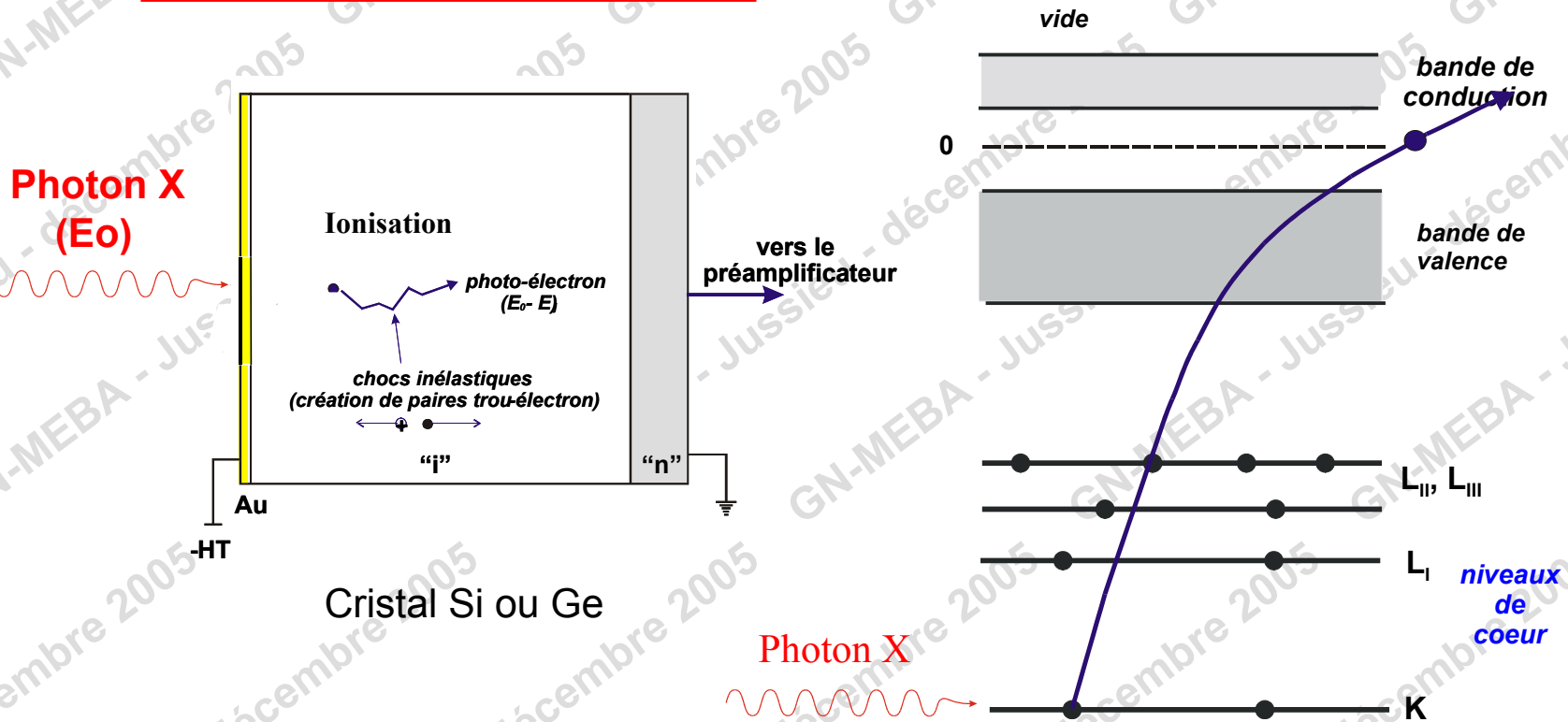
Efficacité

Exemples de spectres illustrant les caractéristiques d'un SDD par rapport à une diode semi-conductrice

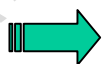
LA DIODE SEMI-CONDUCTRICE

LE DETECTEUR

Principe de fonctionnement



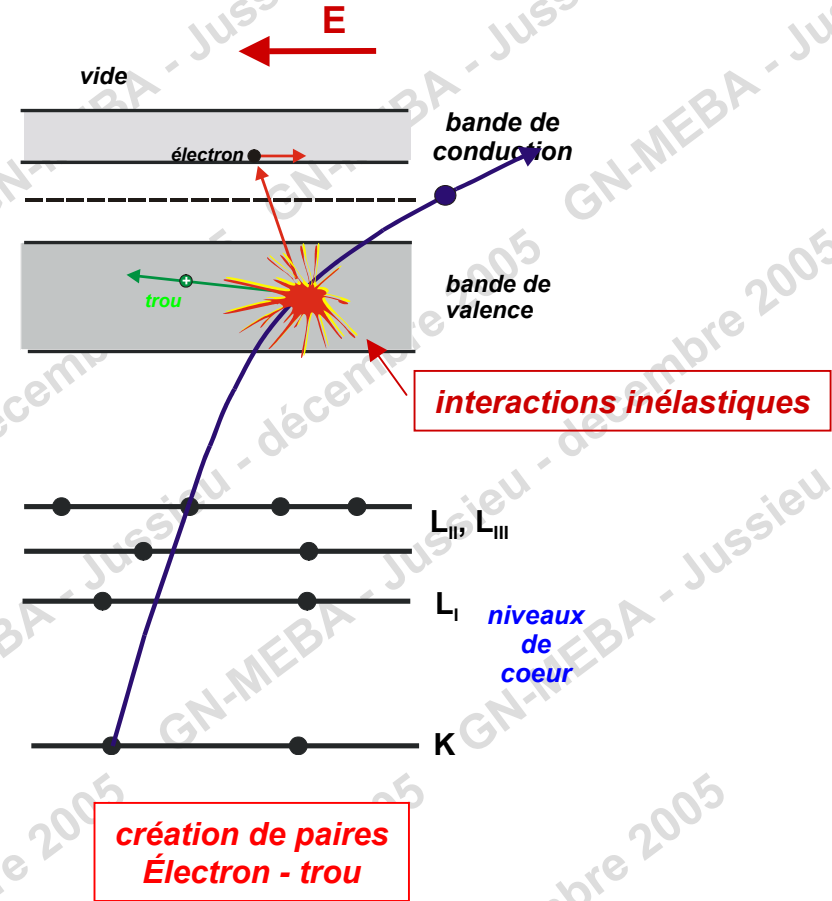
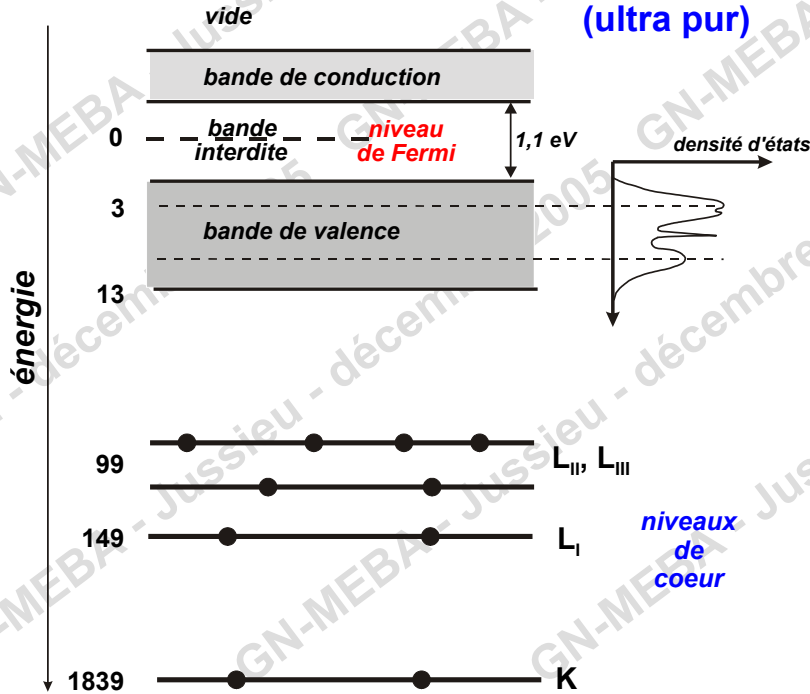
Lorsqu'un photon X, d'énergie E_0 , pénètre dans la diode, il sera absorbé par ionisation d'un atome du cristal



photoélectron libéré résultant d'une ionisation photonique X

Propriétés des semi-conducteurs

silicium intrinsèque (ultra pur)



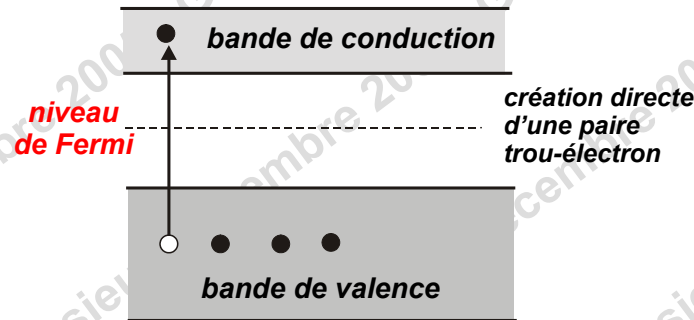
La structure électronique du silicium et du germanium est celle d'un semi-conducteur :

- bande de valence pleine (4 électrons par atome)
- une bande de conduction vide
- une bande interdite de faible largeur (GAP)

Calcul de la charge libérée

Énergie moyenne ϵ de création de paire trou-électron :

Si : 3,8 eV
Ge : 2,38 eV



- nombre moyen de paire trou-électron engendrées :

$$n = E_0 / \epsilon$$

- charge électrique moyenne libérée :

$$Q = e E_0 / \epsilon$$



Charge Q proportionnelle à l'énergie E_0 du photon incident

La durée de vie d'une paire est faible et la recombinaison rapide

A condition d'éviter la recombinaison...

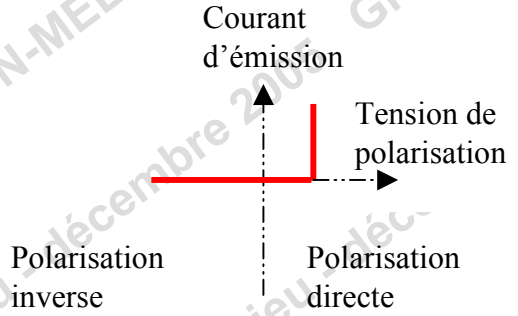


Diode semi-conductrice

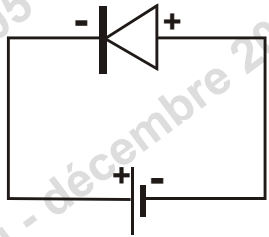
La diode semi-conductrice

Diode : jonction entre 2 semi-conducteurs dopés différemment

- « i » : intrinsèque (pur)
- « n » : dopé avec des éléments à 5 électrons de valence
- « p » : dopé avec des éléments à 3 électrons de valence

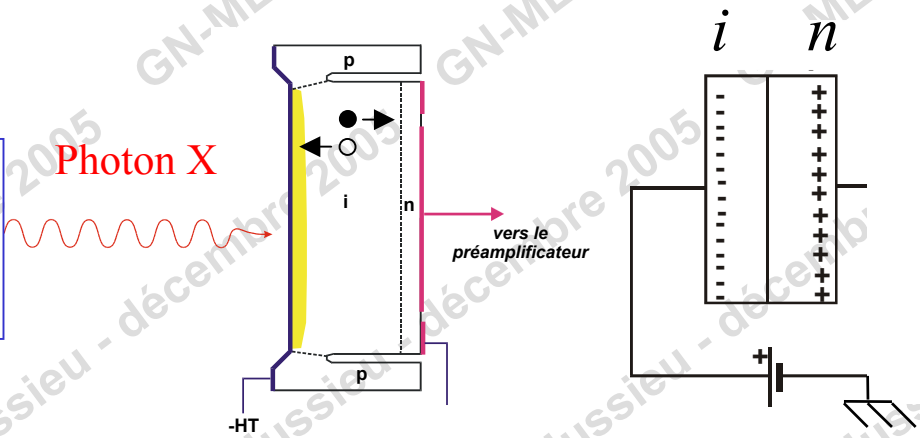


Courbe de fonctionnement d'une diode



Polarisation inverse : le courant ne circule pas

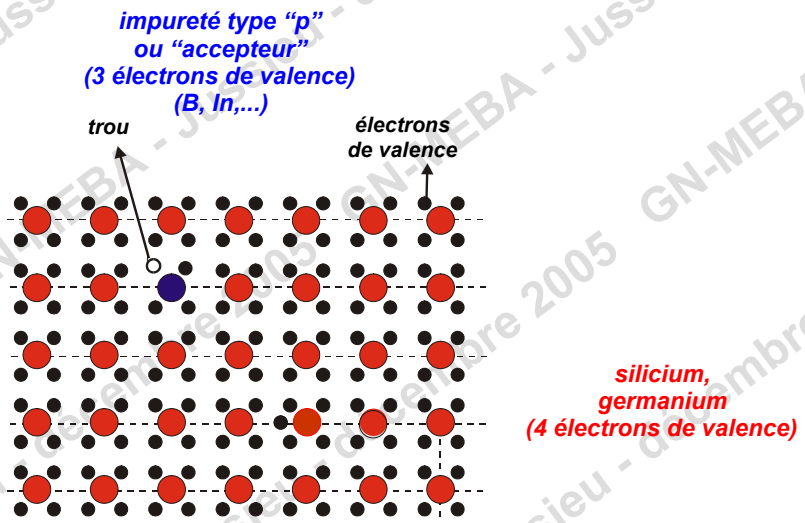
Lors d'une création d'une paire électron-trou au niveau de la jonction **i-n**, les porteurs sont déplacés de part et d'autre de celle-ci, empêchant la recombinaison



La tension de polarisation inverse est de l'ordre de - 500 V à - 1000 V

Accumulation des charges : la diode se comporte comme une capacité

Principe de fabrication d'une diode Si : jonction i-n



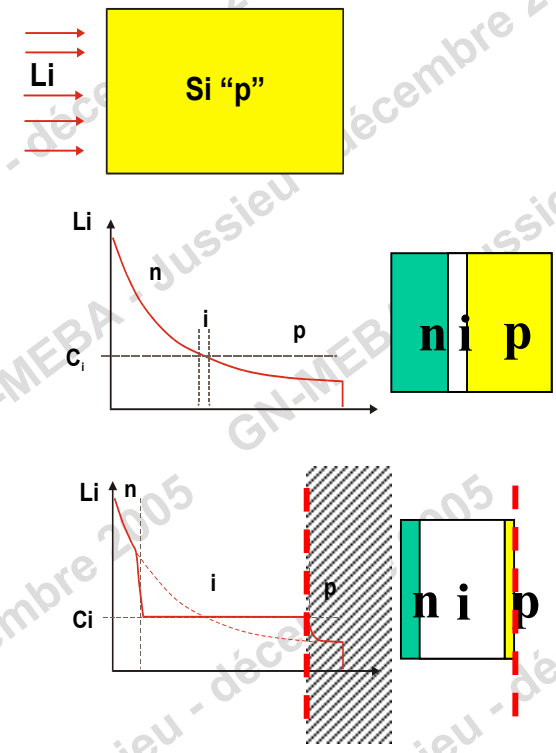
Le Si est naturellement dopé au bore (3 électrons de valence) il est donc « p »...

Comment obtenir une zone « intrinsèque » ?

Pour obtenir un Si « i », on va « compenser » les atomes de bore par un élément qui apportera les électrons supplémentaires nécessaires

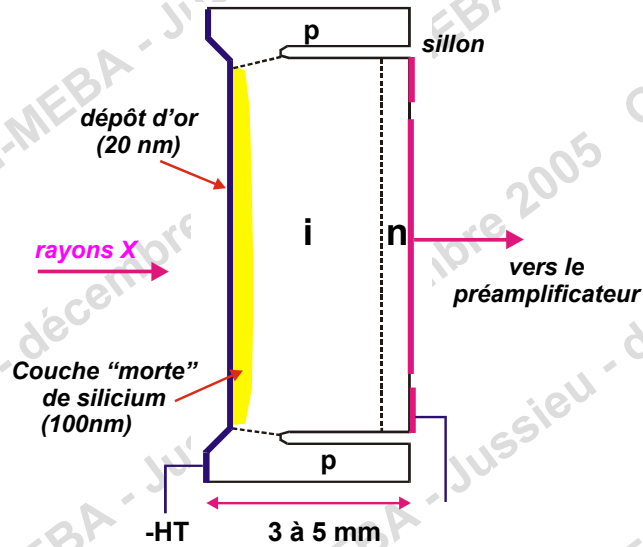
Dopage au Li

le lithium :
Il possède une très faible énergie d'ionisation (33 eV)
Cet élément est léger et diffuse facilement (faible rayon ionique).



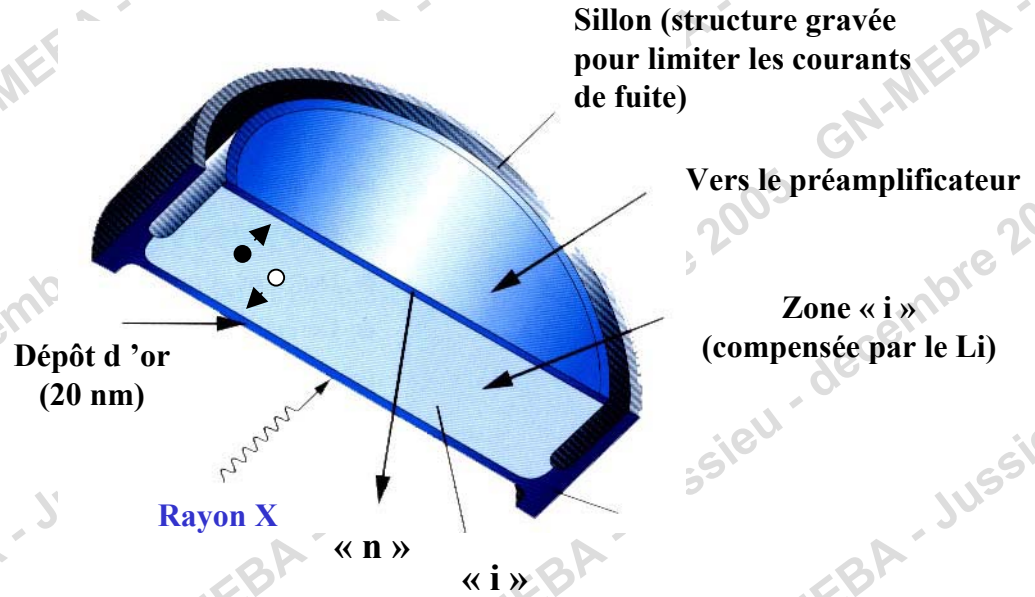
➡ Détecteur Si(Li)

Structure d'une diode Si(Li)



Dépôt d'or pour assurer la polarisation inverse.

Pour limiter les effets du champ électrique inhomogène, on isole la partie centrale du cristal (sillon)



Les performances d'une diode sont étroitement liées à l'optimisation de sa fabrication : géométrie de la diode, diffusion du lithium, polissage de la surface, technique de dépôt de la couche conductrice. Peu d'informations sont disponibles sur ce sujet.

Le préamplificateur

Le rôle du préamplificateur est de collecter la charge Q aux bornes de la diode et de l'intégrer sur la capacité C_f dite de contre-réaction.

La sortie du préamplificateur fournit un signal en tension Q/C_f proportionnel à la charge collectée donc à l'énergie du photon

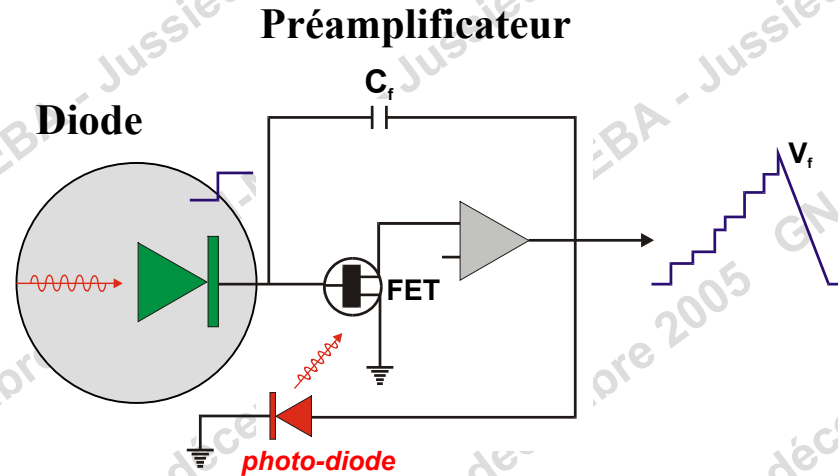
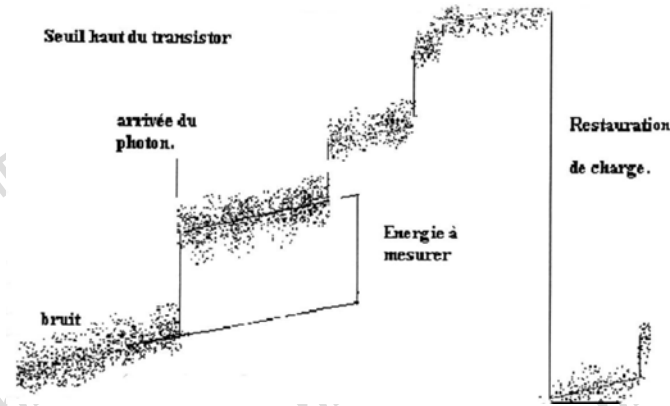


Schéma d'un préamplificateur à contre-réaction optoélectronique pulsée

Après chaque impulsion, la tension de sortie augmente par palier. Il apparaît une succession de marches d'escalier dont la hauteur est proportionnelle à la charge collectée par le détecteur, donc à l'énergie du photon. La longueur des marches est fonction du temps séparant deux impulsions

Lorsque la tension de sortie atteint une valeur proche de la tension d'alimentation du FET (au bout de quelques centaines de photons), une diode électroluminescente émet un signal lumineux qui court-circuite le FET et provoque la décharge rapide du condensateur. Ce système permet des taux de comptage élevés puisque la chaîne n'est inhibée que pendant le retour à la ligne de base (restauration de la charge).



Variation de la tension à la sortie du préamplificateur

-Bruit

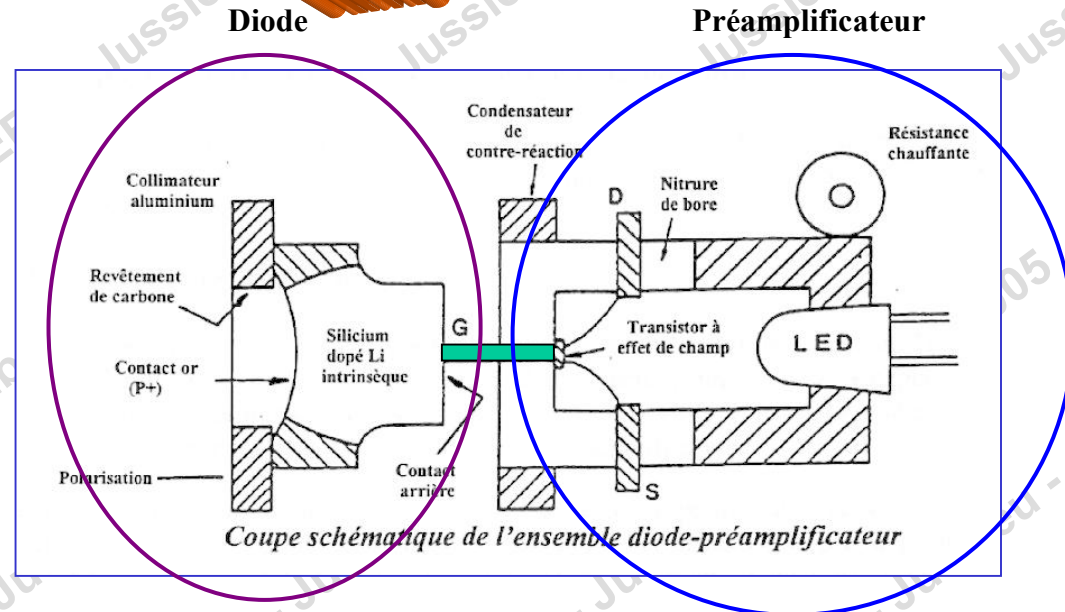
-Pente (courant de fuite)

Le signal de sortie est un signal analogique de l'ordre de 1mV/keV

La tête de détection

Le préamplificateur est un élément essentiel de la chaîne de mesure et probablement le plus difficile à optimiser car on lui demande à la fois :

- une très bonne linéarité (*proportionnalité*)
- une très faible constante de temps (*taux de comptage*)
- un facteur de bruit le plus faible possible (*résolution*)



Ensemble diode-préamplificateur appelé également «tête de détection»

L'ensemble est refroidi au même titre que le cristal pour diminuer les bruits électroniques

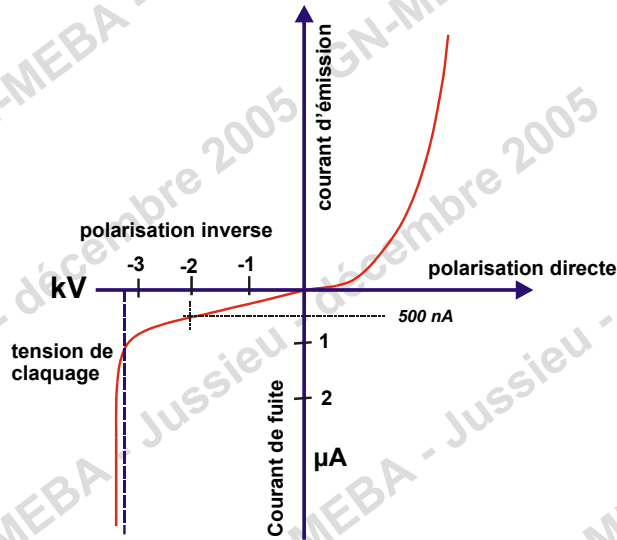
Afin de diminuer encore le temps de décharge, des transistors à effet de champ où la neutralisation de la charge se fait par injection directe de charges dans le drain du FET ont été introduits.

On parle de FET à 4 branches (Quadrafet ou Tetrafet) ou à 5 branches (Pentafet)

Les progrès réalisés au niveau du préamplificateur ont permis d'améliorer la résolution des diodes

Refroidissement du détecteur

Ce détecteur peut-il fonctionner à la température ambiante ?



A 20°C, pour une tension de polarisation inverse de 1000 volts, le courant de fuite est d'environ 250 nA.

Intensité engendrée par un photon X :

$$i = \frac{Q}{\Delta t} = \frac{E_0}{\varepsilon} e \frac{u}{d}$$

vitesse moyenne des porteurs
(10^7 cm/s pour un électron)

longueur parcourue en moyenne
par les porteurs (mm)

Courbe caractéristique de fonctionnement de la diode à la température ambiante (20°C)

Pour une énergie de 6 keV (Fe $K\alpha$), l'intensité engendrée est de l'ordre de 12 nA
Les fluctuations statistiques du courant de fuite sont de l'ordre du nA

A température ambiante, il serait impossible d'observer ce signal...

d'où la nécessité de refroidir la diode pour diminuer le bruit :

A 100 K (-170°C)(azote liquide) : courant de fuite de 0,1 pA (10^{-4} nA)

Refroidissement du détecteur (suite)

D'autres bonnes raisons pour refroidir le détecteur ...

- 1) Il est indispensable de refroidir le détecteur, car, sous l'effet de la tension inverse de polarisation, le lithium se mettrait à migrer entraînant la destruction de la diode !
- 2) Le préamplificateur (FET) qui constitue l'étage d'entrée de la chaîne de mesure est une source de bruit thermique, il sera refroidi en même temps..
- 3) A la température ambiante, la chaîne électronique de traitement des impulsions et notamment le préamplificateur ne pourrait pas supporter un courant de fuite aussi élevé (250 nA).

Modes de refroidissement

- refroidissement par dewar d'azote liquide

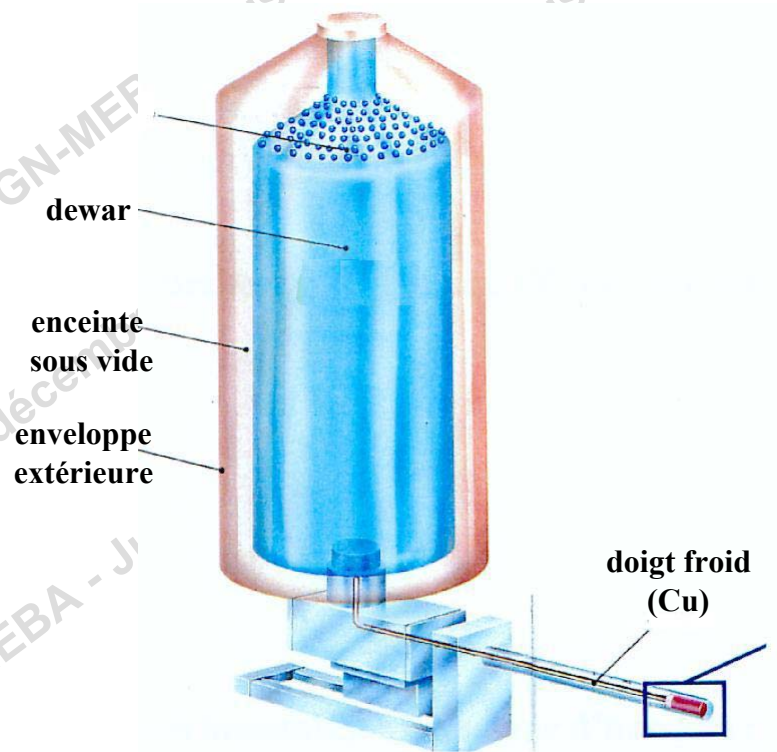
Le mode de refroidissement le plus classique utilise un réservoir d'azote liquide en contact avec un doigt froid sur lequel est fixé le cristal et le préamplificateur

Capacité : de 1 à 10 litres

Ces dernières années :

Possibilité de remonter à la température ambiante

Demander conseil à son fournisseur



Très bon refroidissement (100K)

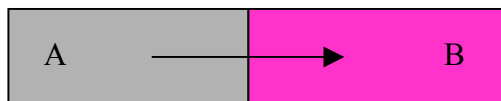


Nécessité de faire les pleins d'azote liquide...

- refroidissement par effet Peltier

Effet Peltier (1834) : effet thermoélectrique

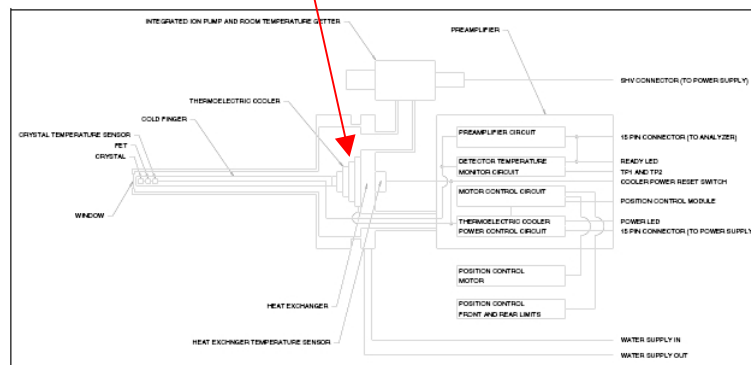
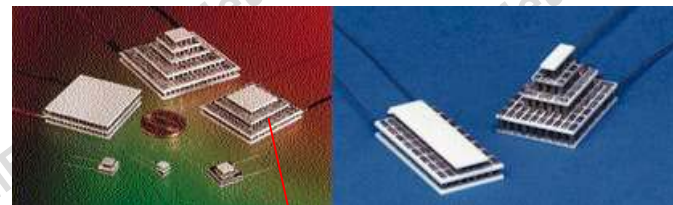
J : densité de courant



U_A Flux thermique U_B

Absorption ou dégagement de chaleur à la jonction

$$\Delta T = - 65 \text{ }^\circ \text{C}$$



- pratique
- maintenance limitée
- plus coûteux ...

Pour obtenir la température de fonctionnement, on place en série plusieurs étages Peltier (4).

$$\Delta T = - 100 \text{ }^\circ \text{C}$$

Nécessité d'évacuer les calories par un circuit de refroidissement (eau)

Ce mode de refroidissement permet d'atteindre de nos jours une résolution de 139 eV (10 mm^2)

- refroidissement par compresseur externe (Cryo compresseur)

Systeme de refroidissement utilisant un cryostat à gaz liquéfié produit in-situ au moyen d'un liquéfacteur en circuit fermé .



Effet Joule /Thomson : expansion adiabatique de gaz

Effet Kleemenko

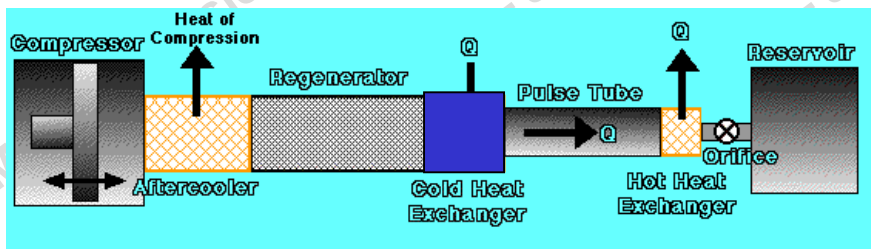


- performances identiques au Dewar
- coût à l'achat plus élevé...
- maintenance

Attention aux bruit et vibrations éventuellement gênantes pour le MEB liés à la présence du compresseur

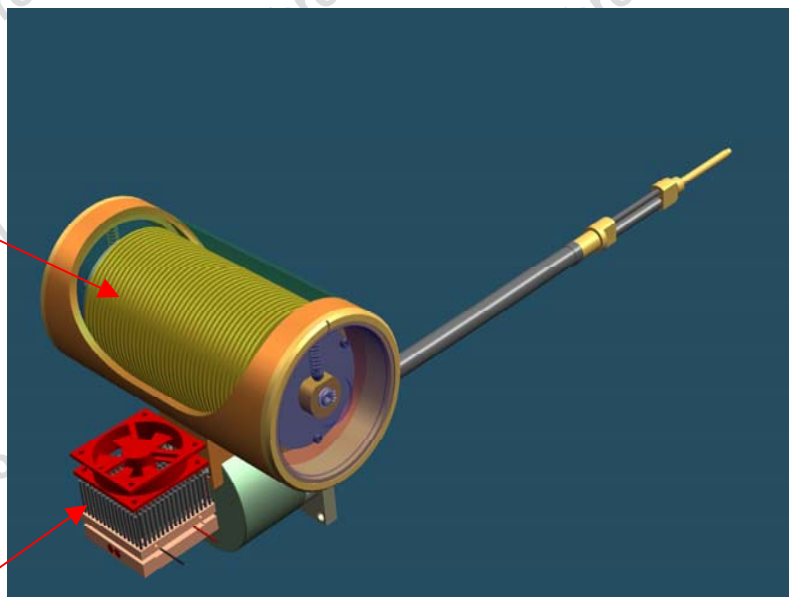


- Système de cryo compresseur compact embarqué sur le détecteur



Compresseur He
intégré au corps du
détecteur

Ce dispositif (de type
moteur de Stirling)
permet d'amener
l'hélium compressé au
plus près du cristal
Si(Li) et de lui garantir
une température stable
à 0.1K près



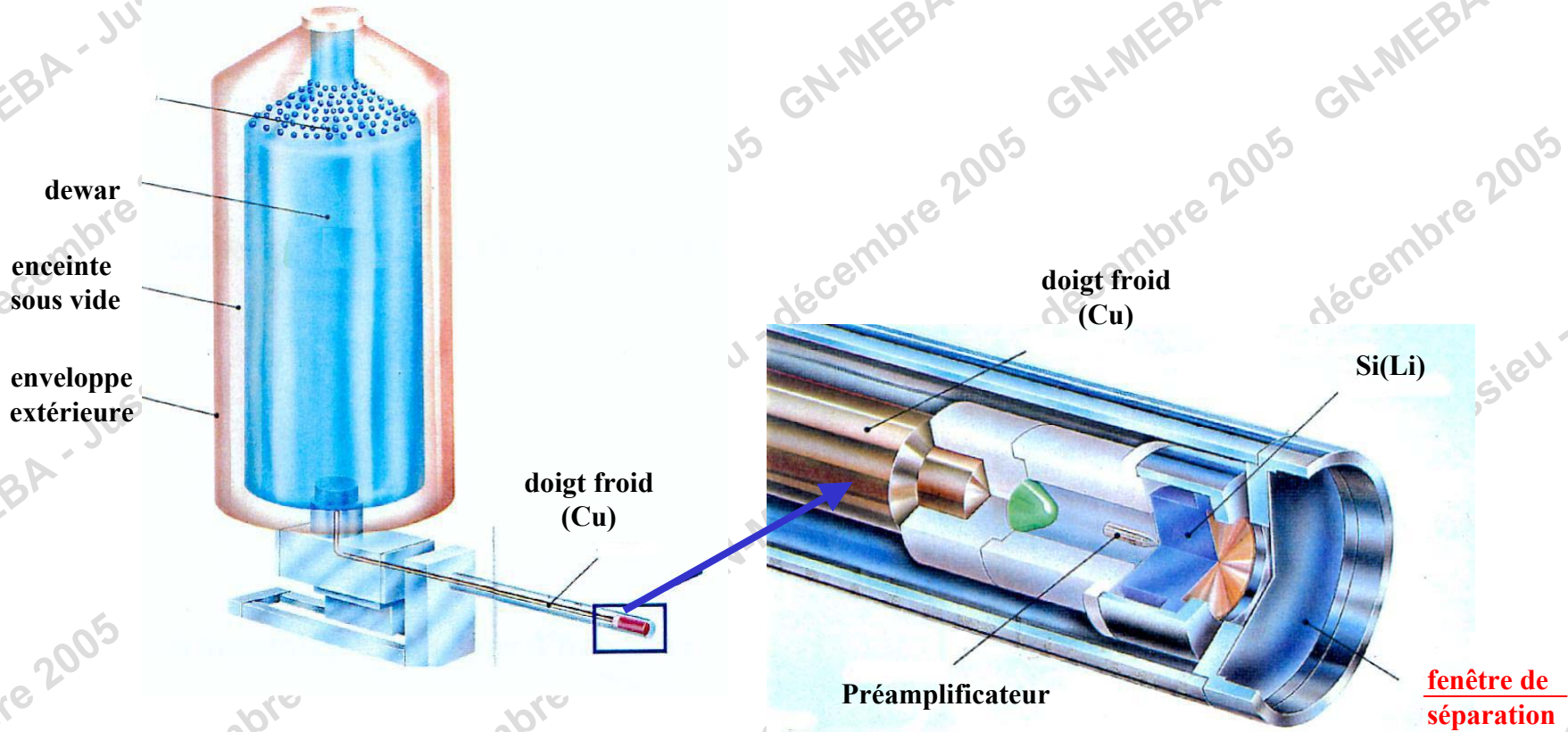
Une électronique associée
permet de suivre les états du
compresseur et du cristal ainsi
que de contrôler et garantir
l'absence de vibrations de
l'ensemble

Dispositif de type Peltier permettant
d'évacuer la chaleur générée par le
compresseur

**-performances identiques au Dewar d'azote liquide
-opérationnel en 50 min
-coût à l'achat plus élevé...**

Fenêtre de séparation

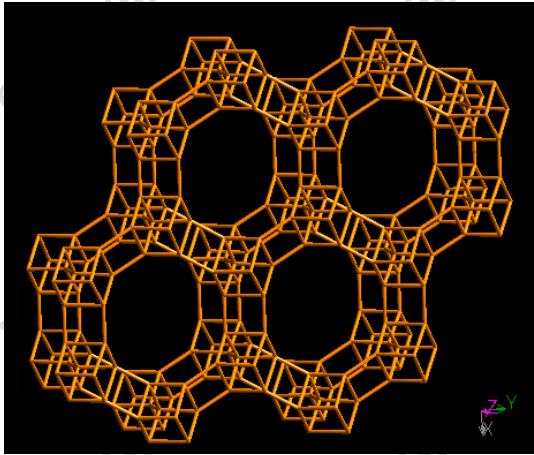
A 100 K (-170°C) (azote liquide) : le cristal devient un piège froid !



Le refroidissement de la diode impose la présence d'une fenêtre de séparation pour éviter la condensation

Le refroidissement de la diode impose la mise sous vide de l'enceinte contenant le cristal

L'enceinte côté détecteur est maintenue sous vide. Ce vide statique est assuré par des zéolithes (silicates) maintenues à basse température. Ces zéolithes sont généralement localisées dans les parois du Dewar



Exemple de structure de zéolithes

Il peut s'avérer nécessaire de régénérer les zéolithes et améliorer le vide dans l'enceinte

« Pompage » de la diode après remontée en température

Demander conseil à son fournisseur

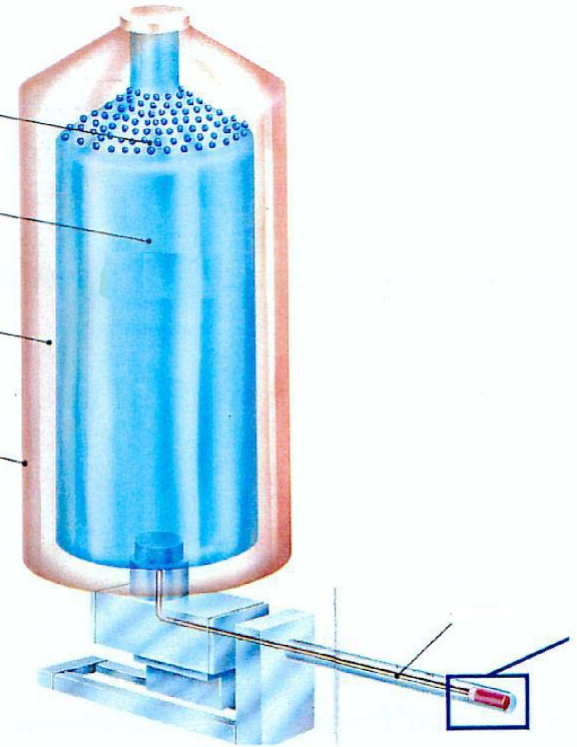
Diode refroidie par effet Peltier : pompe ionique

Tamis Moléculaire (zéolithes)

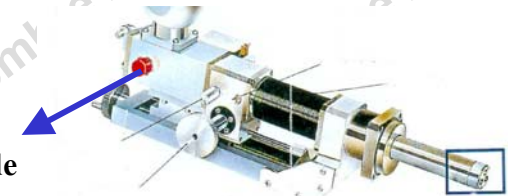
dewar

enceinte sous vide

enveloppe extérieure



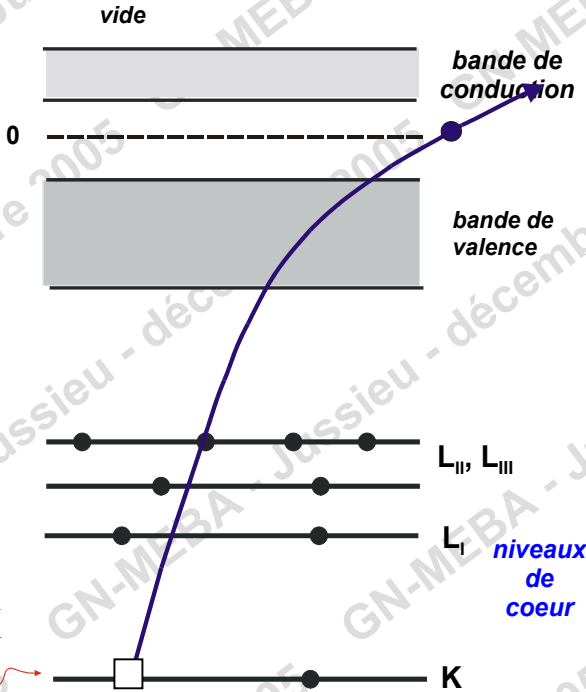
Orifice de pompage



Artefacts de détection

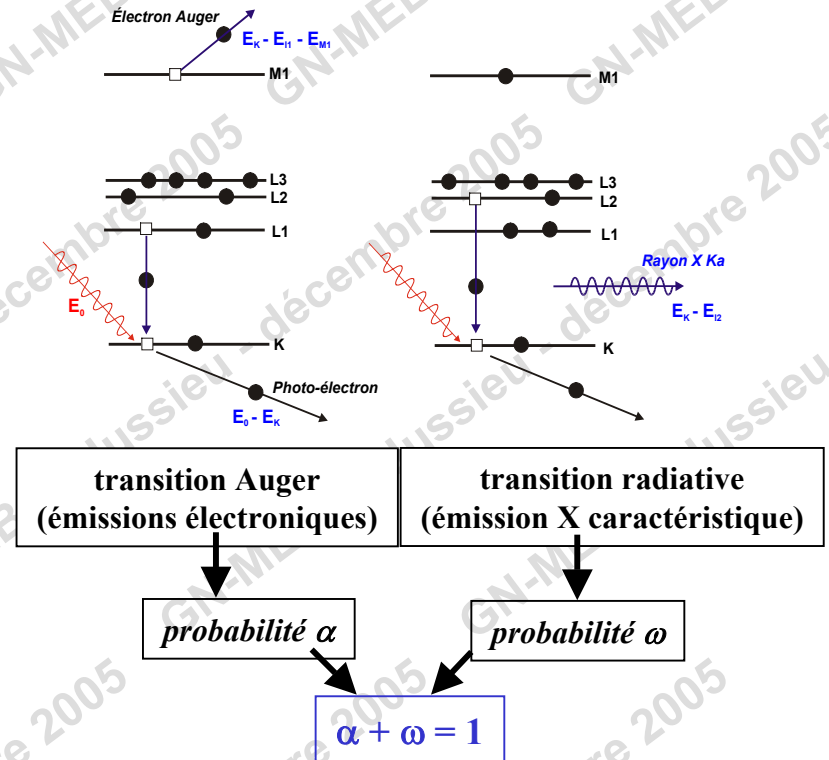
Le pic de fuite ou d'échappement

Ionisation par rayons X



État instable

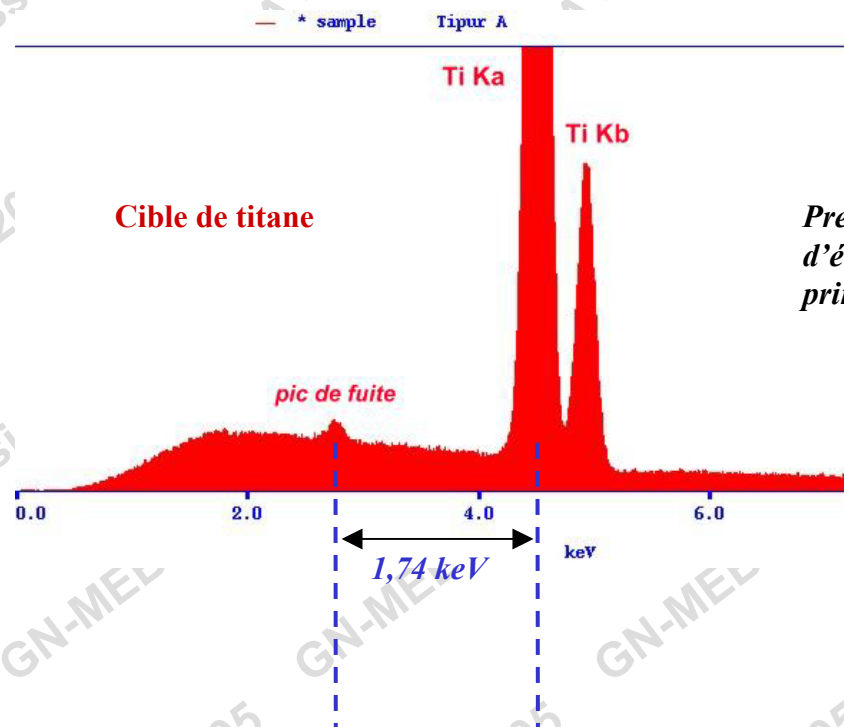
Mécanismes de désexcitation



Les électrons Auger ont un libre parcours moyen de quelques nm et sont donc absorbés totalement dans le cristal ... Le rayonnement X a un libre parcours de plusieurs dizaines de μm (après $30\mu\text{m}$, il subsiste encore 8% de SiKa) et peut s'échapper du cristal sans y être absorbé... Il y a une perte d'énergie égale à l'énergie du rayonnement X...

Le pic correspondant aux rayonnements d'énergie E, supérieure à 1,84 keV (énergie d'ionisation du niveau K du Si) est accompagné d'un satellite de faible intensité situé à E - 1,74 keV appelé pic de fuite ou pic d'échappement

Exemple de pic de fuite – diode Si(Li)



Cible de titane

Présence d'un pic de fuite appelé également pic d'échappement situé à 1,74 keV de la raie principale

Risque de confusion avec une raie caractéristique :
[diode Si(Li)]

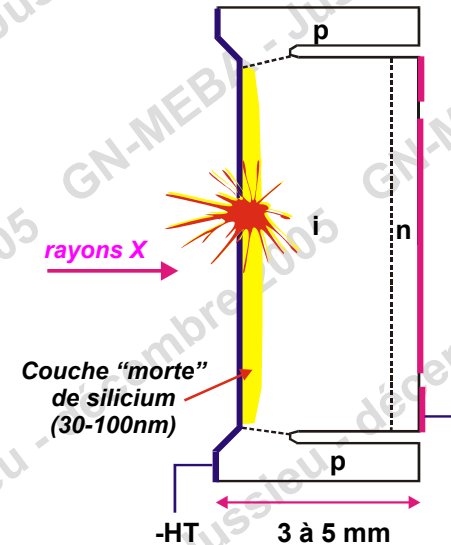
- Cu $K\alpha$ (8,05 keV - 6,31 keV) avec Fe $K\alpha$ (6,40 keV)
- Fe $K\alpha$ (6,40 keV - 4,66 keV) avec Ti $K\alpha$ (4,50 keV)
- Cr $K\alpha$ (5,41 keV - 3,67 keV) avec Ca $K\alpha$ (3,69 keV)

La perte de collecte de charge (ICC)

La présence d'une couche morte peut affecter la collecte des charges. Les paires électrons-trou créées dans cette zone de transition peuvent se recombiner avant décharge ("Tail" en anglais).

En pratique :

L'énergie du photon affecté par la perte de collecte de charge sera moindre que celle qui aurait dû être mesurée. Ce phénomène affecte la forme des pics en produisant une traînée du côté des basses énergies.

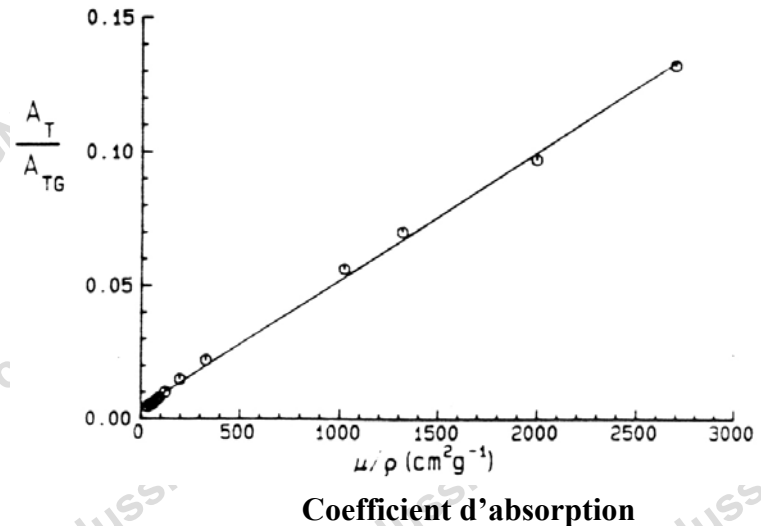


Echelle log

Forme Gaussienne (ATG)

« Queue » côté basse énergie (AT)

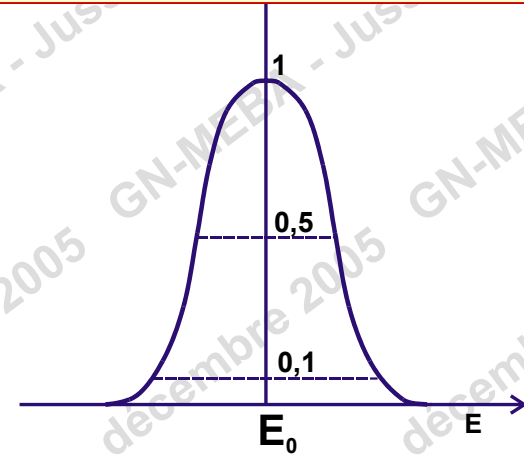
Energie



Phénomène plus sensible pour les rayonnements incidents de faible énergie
Améliorations technologiques très nettes ces dernières années

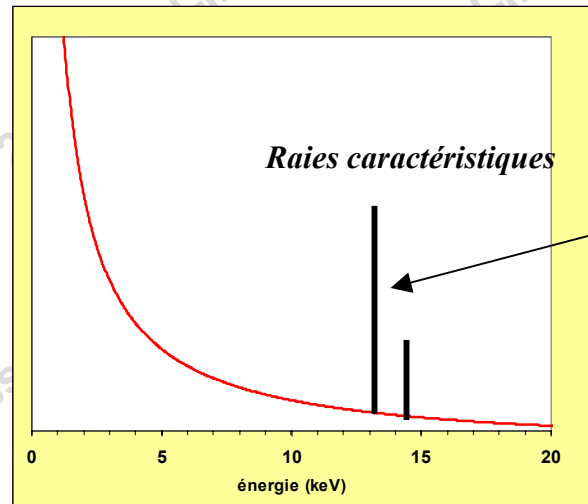
Résolution du détecteur

Résolution : largeur à mi-hauteur du pic en eV (FWHM)



Largeur à mi-hauteur d'un pic : somme quadratique de la largeur naturelle du pic et de l'élargissement instrumental

Largeur naturelle d'une raie



*fond continu engendré
(bremsstrahlung)*

Raies caractéristiques

Largeur naturelle d'une raie : qq eV

Élargissement instrumental

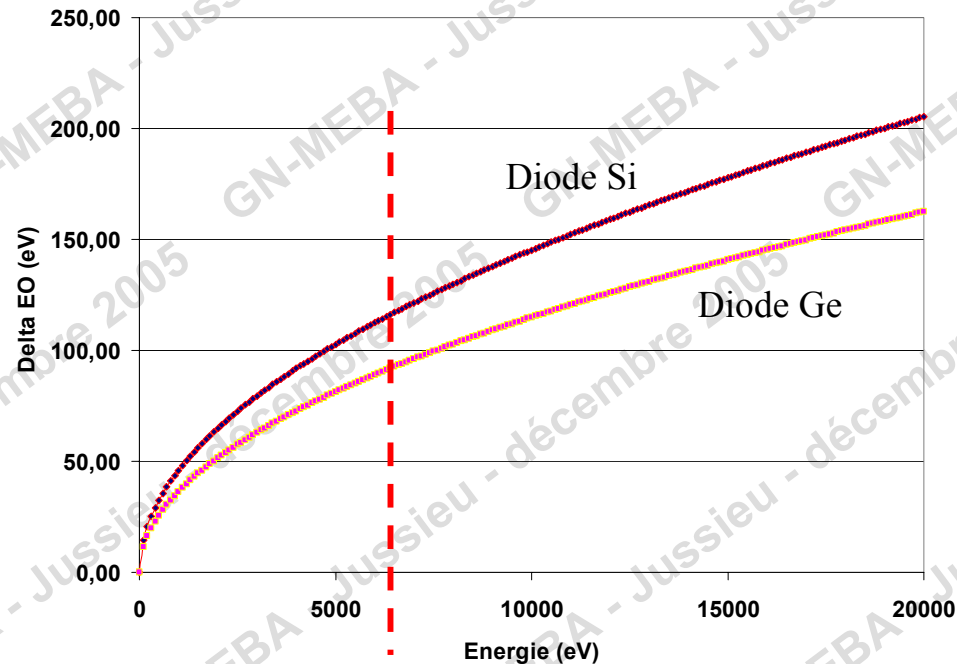
1) Mécanisme de création de paire électrons-trou : dispersion statistique

$$\Delta E_0 = 2,355 \sqrt{F \varepsilon E_0}$$

F : facteur de Fano ($0,05 < F < 0,1$) F est de l'ordre de $0,1$ dans le silicium.

ε : énergie moyenne de création d'une paire ($3,8$ eV pour le silicium et $2,38$ eV pour le germanium)

E_0 : énergie des photons caractéristiques



Fonction croissante de E0

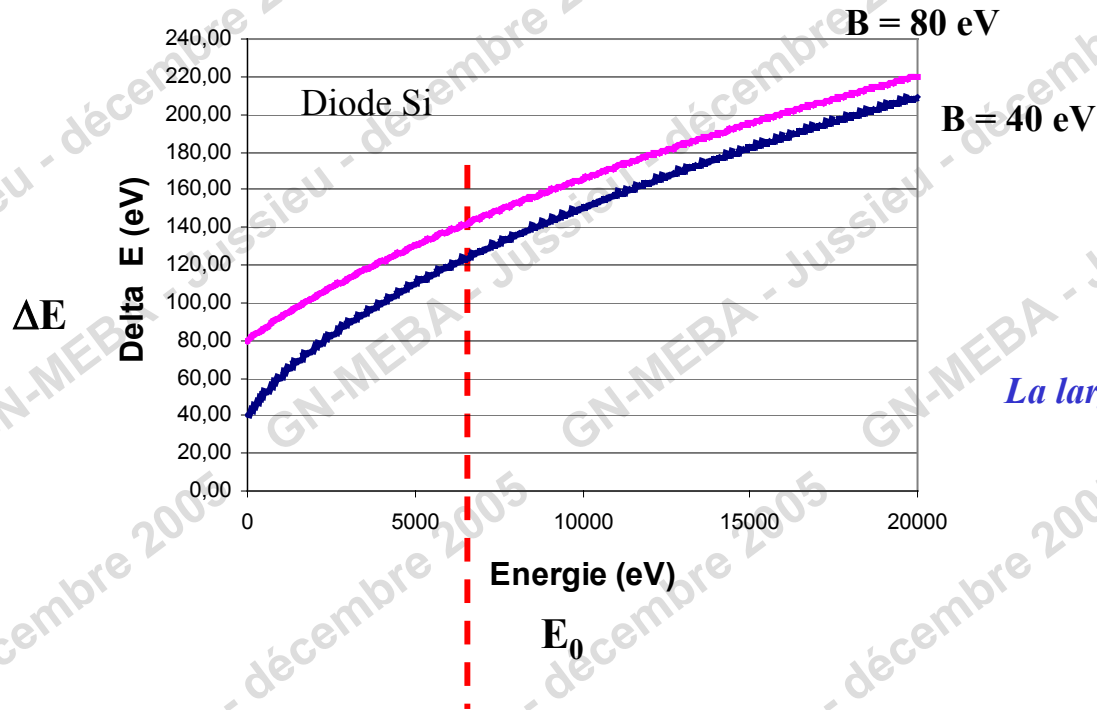
$\varepsilon = 3,8$ eV - Si

$\varepsilon = 2,38$ eV - Ge

2) Contribution de l'électronique (chaîne de mesure)

$$\Delta E = \sqrt{\Delta E_0^2 + B^2}$$

B : bruit électronique



Origine du bruit électronique :

- bruit thermique du FET
- bruit dû aux courants de fuite
- bruits microphoniques ...

le bruit électronique est indépendant de l'énergie alors que la largeur à 1/2 hauteur augmente avec celle-ci (en racine carrée)

La largeur naturel du pic est négligeable

Evolution théorique de la largeur à mi-hauteur en fonction de l'énergie pour un bruit de 40 et 80 eV - diode Si(Li)

Si l'on souhaite aller un peu plus loin...

$$\Delta E = \sqrt{\Delta E_0^2 + B^2}$$

***B* : bruit électronique**

La contribution de l'électronique à l'élargissement des pics peut s'exprimer par :

$$B = 2.355 * \varepsilon * CEB$$

ε est l'énergie moyenne de création d'une paire électron trou dans le détecteur

CEB est la charge équivalente de bruit

On peut montrer que dans la plupart des cas, la CEB est la somme quadratique de 3 termes, les contributions « série », « parallèle » et en 1/f :

$$CEB^2 = CEB_s^2 + CEB_{//}^2 + CEB_{1/f}^2$$

Ces trois termes se calculent de la façon suivante :

$$CEB_s^2 = A \cdot C_t^2 \cdot e_n^2 / \tau_p \quad \text{bruit de l'électronique (refroidissement !)}$$

$$CEB_{//}^2 = B \cdot (i_n^2) * \tau_p \quad \text{courant de fuite du détecteur (refroidissement !)}$$

$$CEB_{1/f}^2 = C \cdot C_t^2 \quad \text{bruit basse fréquence}$$

C_t : capacité totale, τ_p : constante de temps, A, B, C constantes

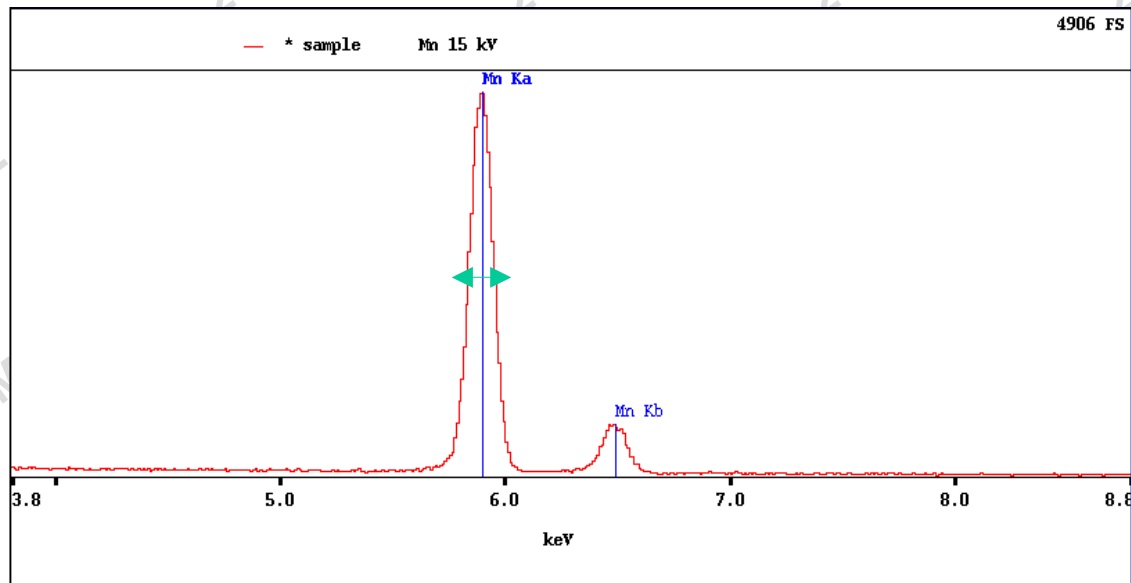
e_n^2 est au premier ordre proportionnel à la température absolue.

Le courant de fuite i_n augmente de façon exponentielle avec la température absolue.

La température de la tête de détection est un paramètre clé pour la résolution

Résolution du détecteur à haute énergie

ISO 15632:2002 Spécifications instrumentales pour spectromètres à rayons X à sélection d'énergie avec détecteurs à diodes semi-conductrices (EDX)



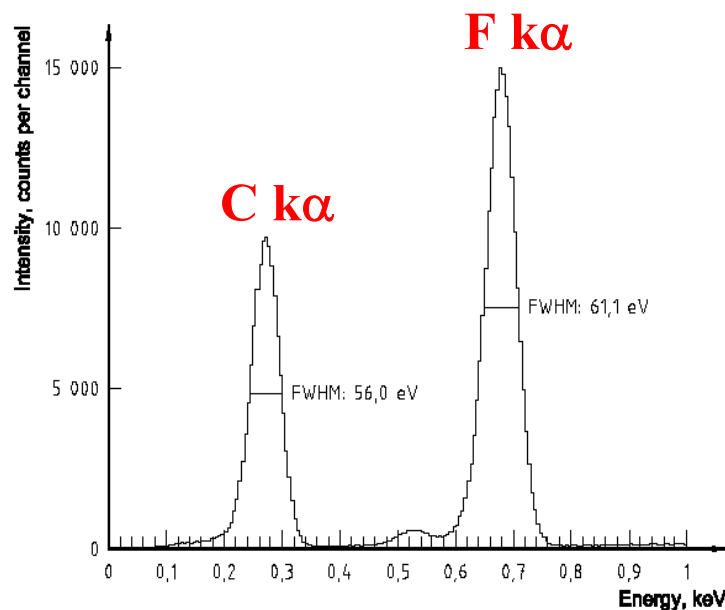
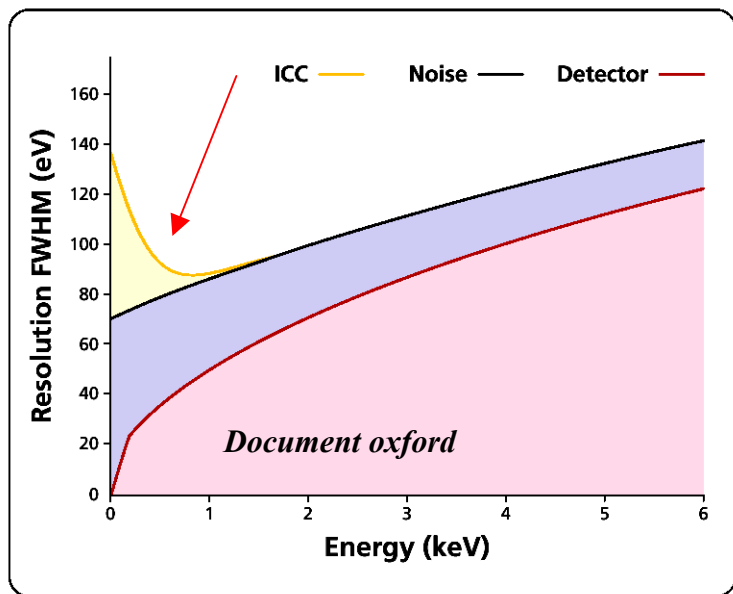
Spectre source radioactive de Fe 55
ou
Témoin de Mn
20 kV, 1000 cps

résolution : largeur à mi-hauteur de la raie $K\alpha$ Mn (5,9 KeV)

Résolution du détecteur aux basses énergies (< 1 keV)

Aux basses énergies, la contribution particulière du bruit électronique et le phénomène de perte de collection de charge peuvent modifier l'allure de la courbe théorique résolution fonction de l'énergie

ISO 15632:2002 Spécifications instrumentales pour spectromètres à rayons X à sélection d'énergie avec détecteurs à diodes semi-conductrices (EDX)



Pour décrire les performances du détecteur aux basses énergies, mesure de la résolution sur la raie $K\alpha$ du C et la raie $K\alpha$ du F.

Spectre PTEFE (TEFLON)
métallisé (20 nm de C)
10 kV, 1000 cps

Tendance : résolution garantie par le constructeur

Résolution actuelle

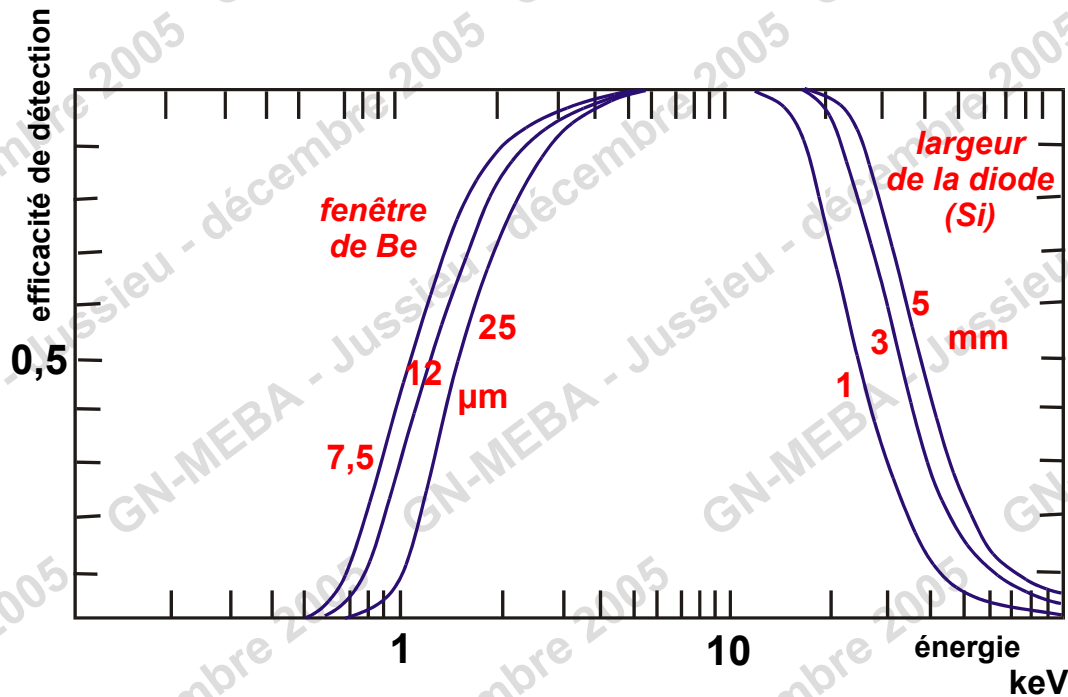
Type	surface mm ²	C k α eV	F k α eV	Mn k α eV
Si(Li)	10	60-66	65-70	129-133
	30	72-75	75-85	136-138
	60			148
Ge	10	55	65	115
	50	65	75	129
WDS		15		15

Une augmentation de la surface active de la diode s'accompagne systématiquement d'une perte de résolution

Dégradation de la résolution : anomalie

Efficacité du détecteur

La diode Si(Li) possède une très bonne efficacité de détection (100%) entre 2 et 20 keV



Efficacité aux hautes énergies

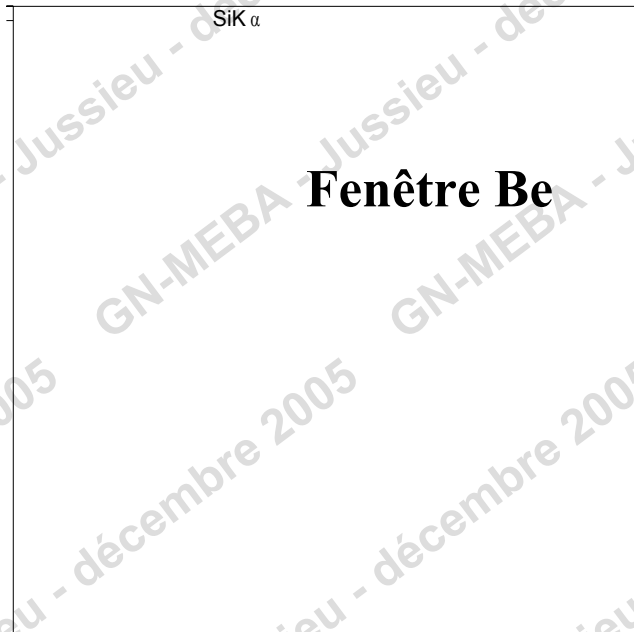
Efficacité aux basses énergies

Efficacité aux basses énergies : le problème de la fenêtre de séparation

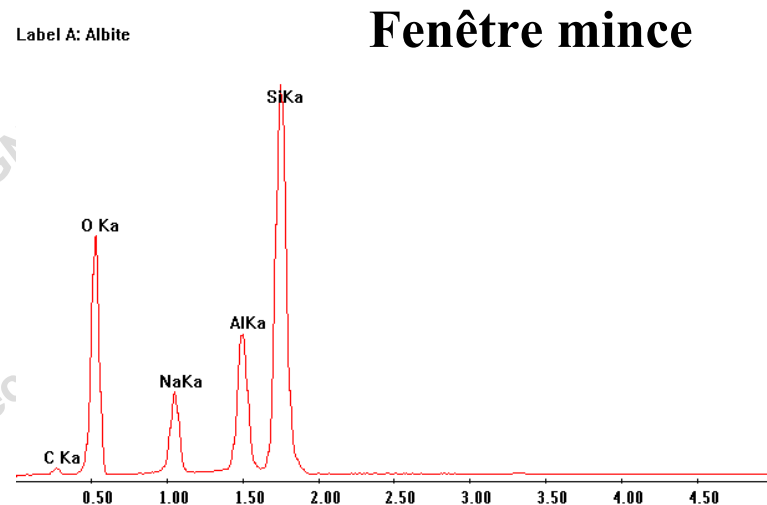
Vers les basses énergies l'efficacité de détection est limitée par la fenêtre de séparation, la couche morte de Si et le dépôt d'or. On pourra l'améliorer en modifiant l'épaisseur ou la nature de la fenêtre de séparation.

Petite histoire des fenêtres en microanalyse X...

A l'origine, la fenêtre était en béryllium et présentait l'inconvénient d'absorber considérablement les photons de faible énergie, en dessous de 900 eV, ce qui ne permettait pas l'analyse des éléments dont le numéro atomique est inférieur à 11 (Na)



Spectre de l'albite obtenu avec une diode Si(Li) équipée d'une fenêtre en béryllium



Spectre de l'albite obtenu avec une diode Si(Li) équipée d'une fenêtre mince

Les résolutions ne sont également pas les mêmes !

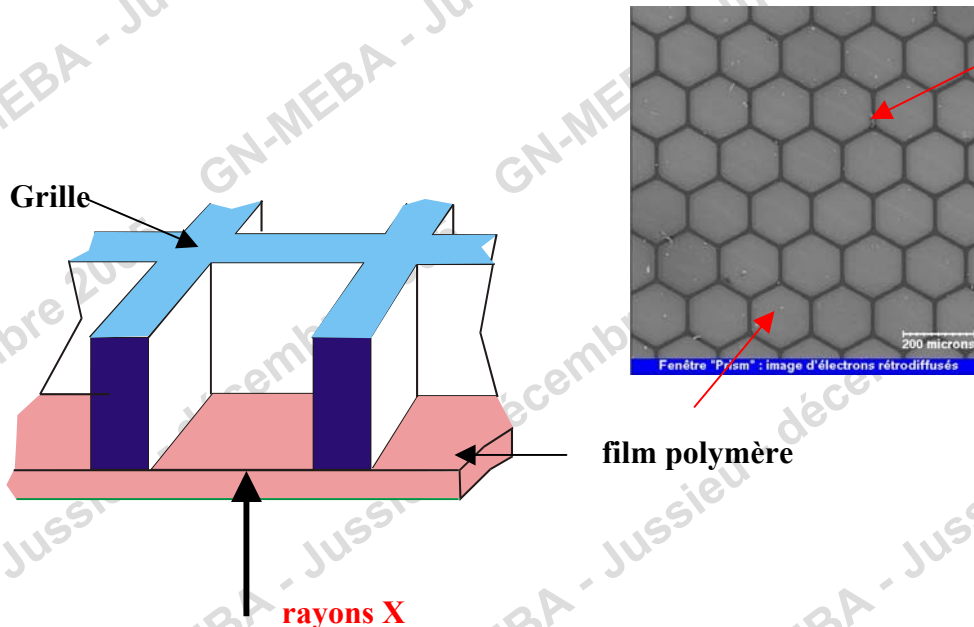
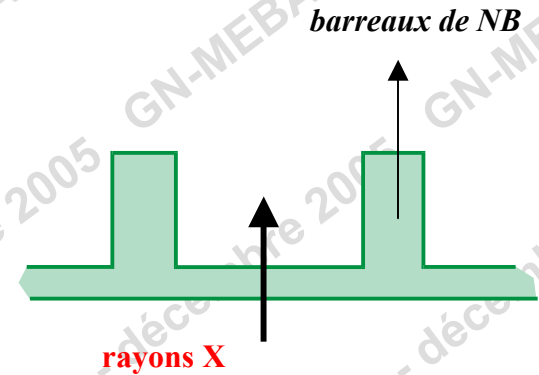
A partir de 1988 : fenêtres minces dites atmosphériques ou permanentes

La problématique :

- fenêtre peu absorbante pour les rayonnements de faible énergie
- fenêtre résistante aux variations de pression

*A l'origine : fenêtre en NB (auto-supporté)
Toujours disponible*

De nos jours film en polymère (polyimide...) fixé sur grille



Présence d'un film d'aluminium qui sert de barrière aux rayonnements infra-rouge, ultra-violet et visibles (cathodoluminescence).

Grille

Fenêtre polymère : solution très répandue

Principal fabricant : MOXTEK (USA)

Différents modèles :

- MEB haut vide,
- MEB pression contrôlée

Quelques indications (MOXTEK)

Épaisseur du film polymère : 0,3 – 0,6 μm

Épaisseur de la grille de silicium : 0,38 mm

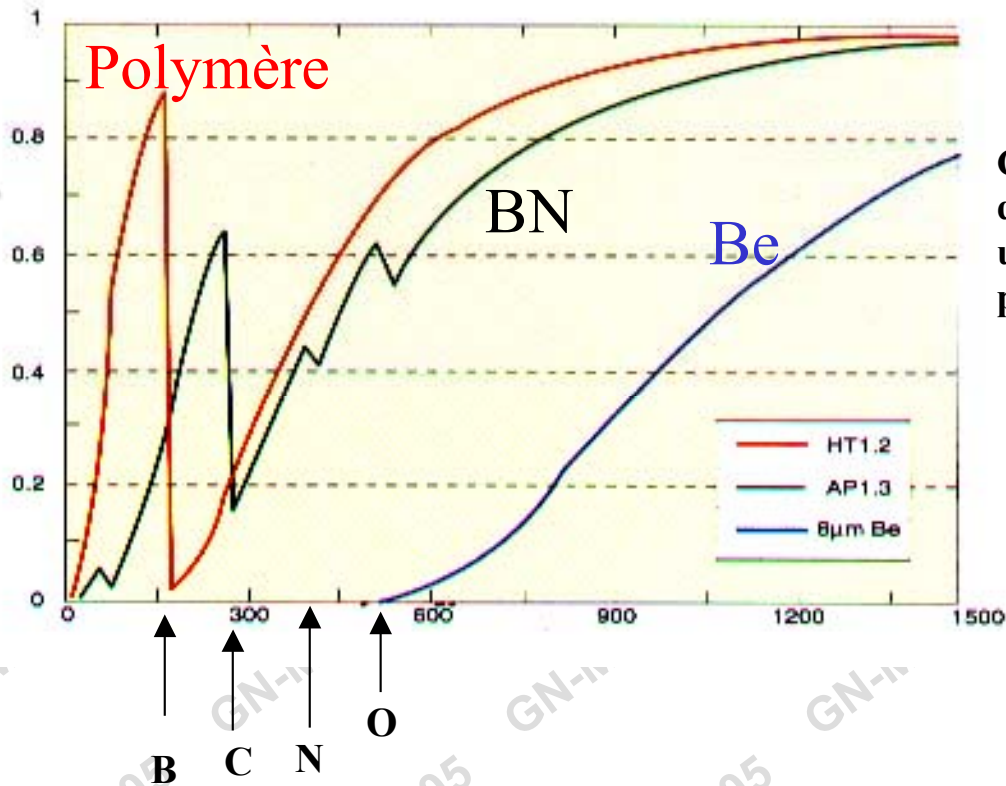
Épaisseur du film d'aluminium : 0,04 – 0,08 μm

% de couverture : 75%

Pression limite face avant : 2 atm

Pression limite face arrière : 1 atm

Test de fuite à l'hélium



Comparaison des facteurs de transmission d'une fenêtre Be classique et de deux fenêtres ultra-minces permanentes l'une en BN, l'autre en polymère

Quelques indications

fenêtre	Be	B	C	N	O	F	Na
Polymère	10	36	60	38	60	70	95
NB		40	13	40	31	53	55

Comparaison du facteur de transmission (%) entre la fenêtre polymère et la fenêtre NB

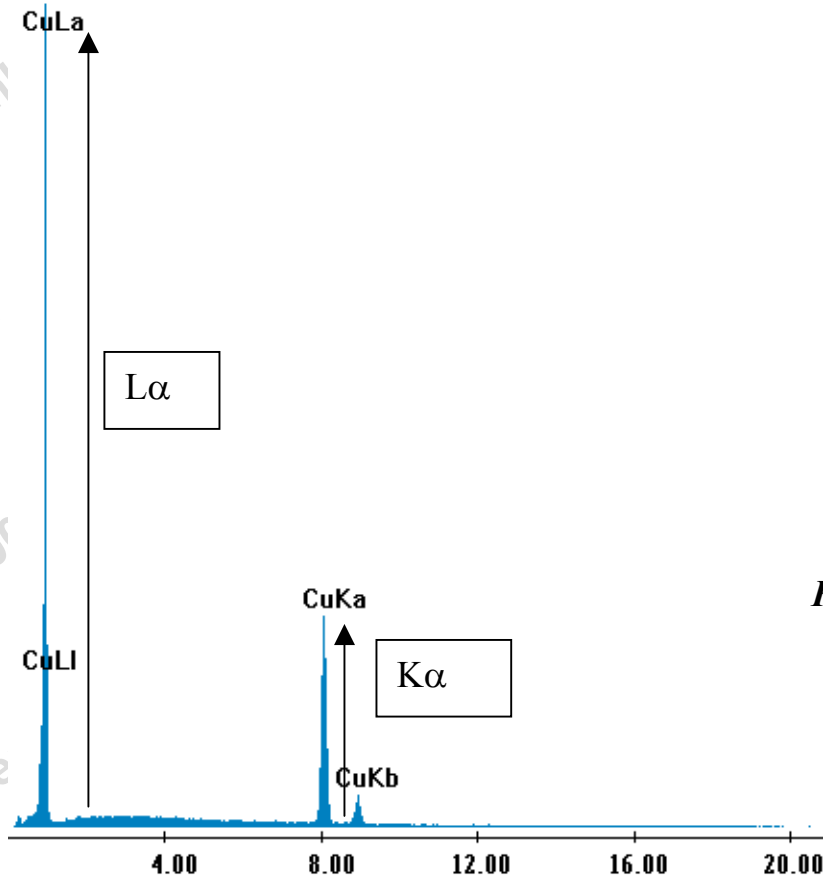
- une fenêtre polymère (carbone) : bonne transmission du rayonnement carbone, absorbe fortement le bore
- une fenêtre en BN absorbe fortement le carbone,...

La nature de la fenêtre a une incidence importante sur la forme du spectre surtout dans le domaine des basses énergies

Attention au vieillissement de la fenêtre

Efficacité de détection aux basses énergies

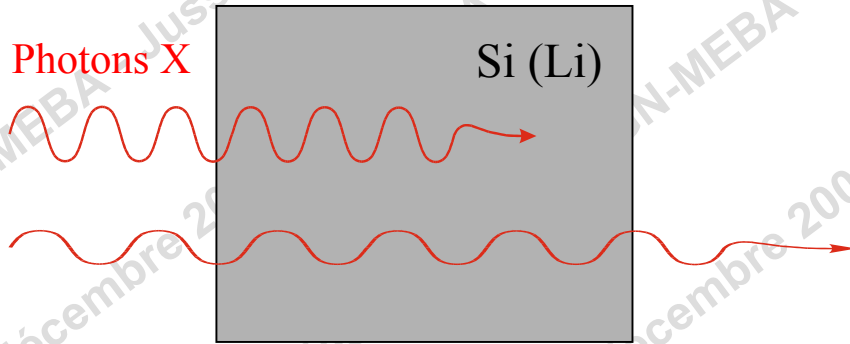
ISO 15632:2002 Spécifications instrumentales pour spectromètres à rayons X à sélection d'énergie avec détecteurs à diodes semi-conductrices (EDX)



Spectre Cu ou Ni
20 kV, 1000 cps

Ratio L/K : rapport des intensités des raies $L\alpha/K\alpha$

Efficacité de détection aux hautes énergies

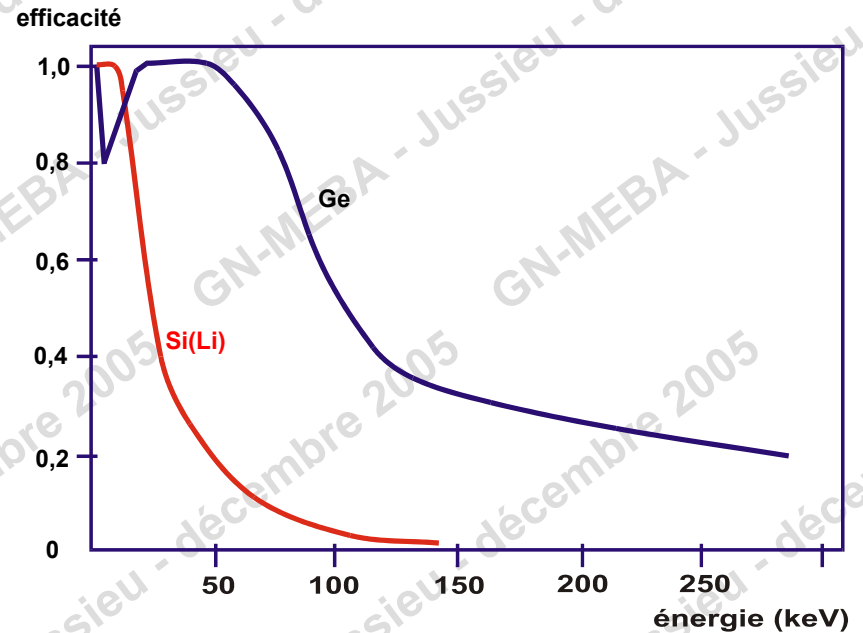


Les rayons X de haute énergie peuvent sortir de la diode sans être absorbés

Une solution consiste à remplacer le silicium par un matériau plus absorbant. Le germanium possède une limite de détection étendue vers les grandes énergies.

En pratique, les tensions d'accélération utilisées dans un microscope électronique à balayage restent limitées

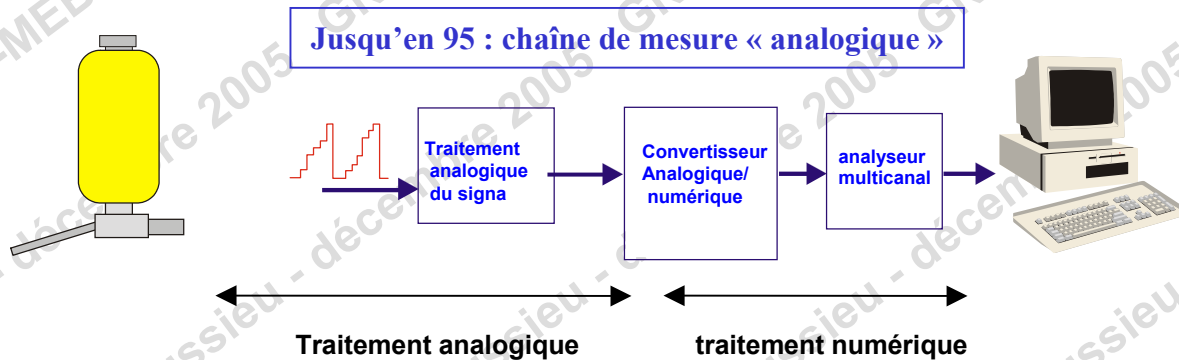
Phénomène « pas très gênant »



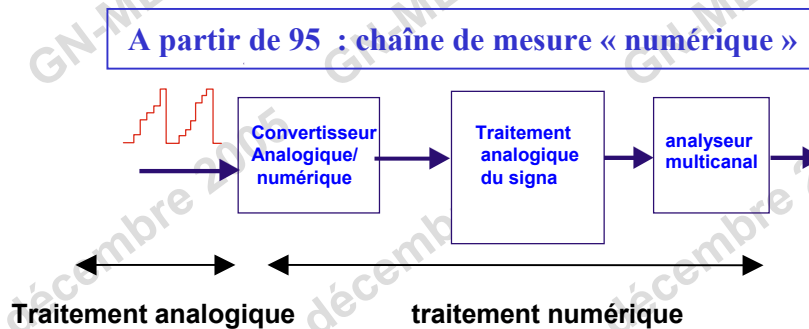
TRAITEMENT DU SIGNAL

LA CHAÎNE ELECTRONIQUE DE TRAITEMENT DES IMPULSIONS

Le but : acquérir un spectre : « mesurer » l'amplitude du signal à la sortie de préamplificateur, lui faire correspondre une énergie de photon et mettre en mémoire la valeur



Le signal à la sortie du préamplificateur est tout d'abord mis en forme et amplifié avant d'être numérisé par le convertisseur analogique/numérique

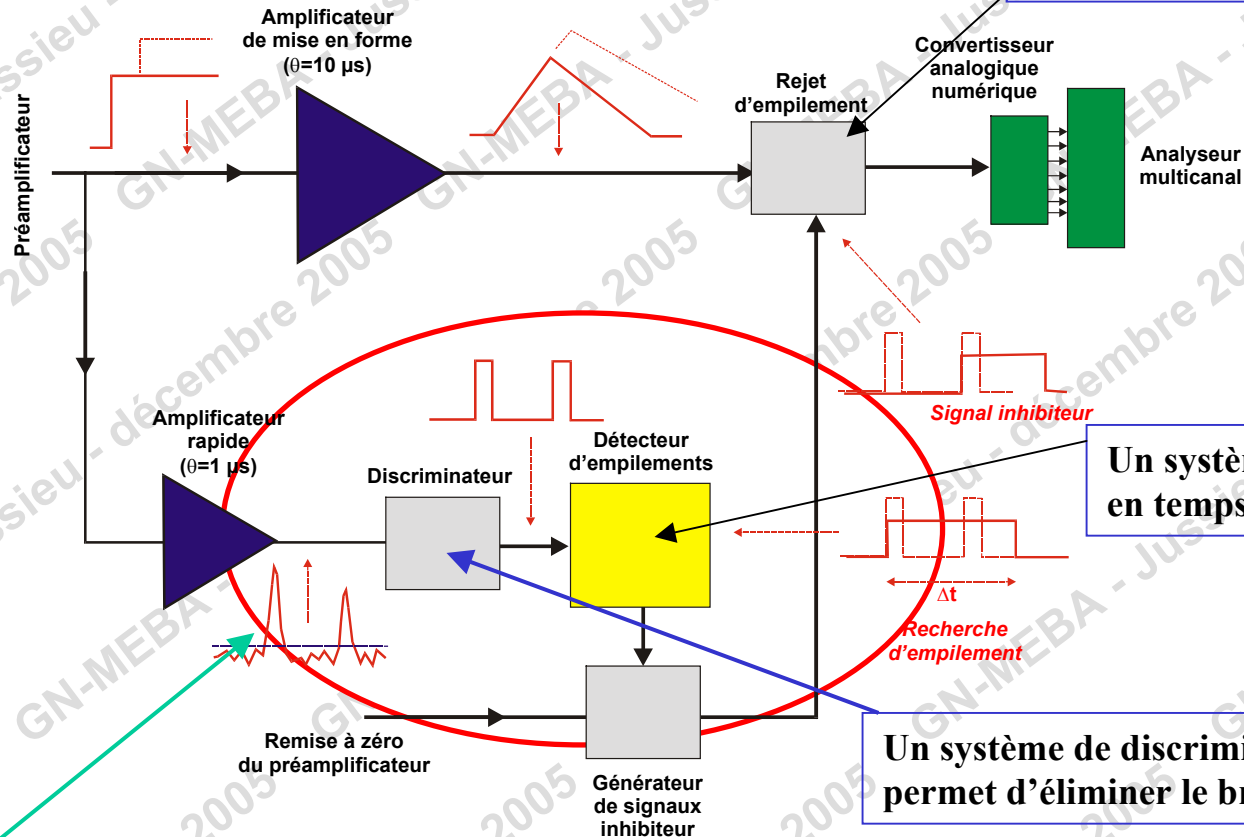


Le signal est numérisé dès la sortie du préamplificateur puis traité numériquement

Numérisation complète de la rampe des impulsions à la sortie du préamplificateur.

Filtrage numérique

La chaîne de traitement de l'impulsion



Systeme de rejet d'empilement

Un système de discrimination en temps

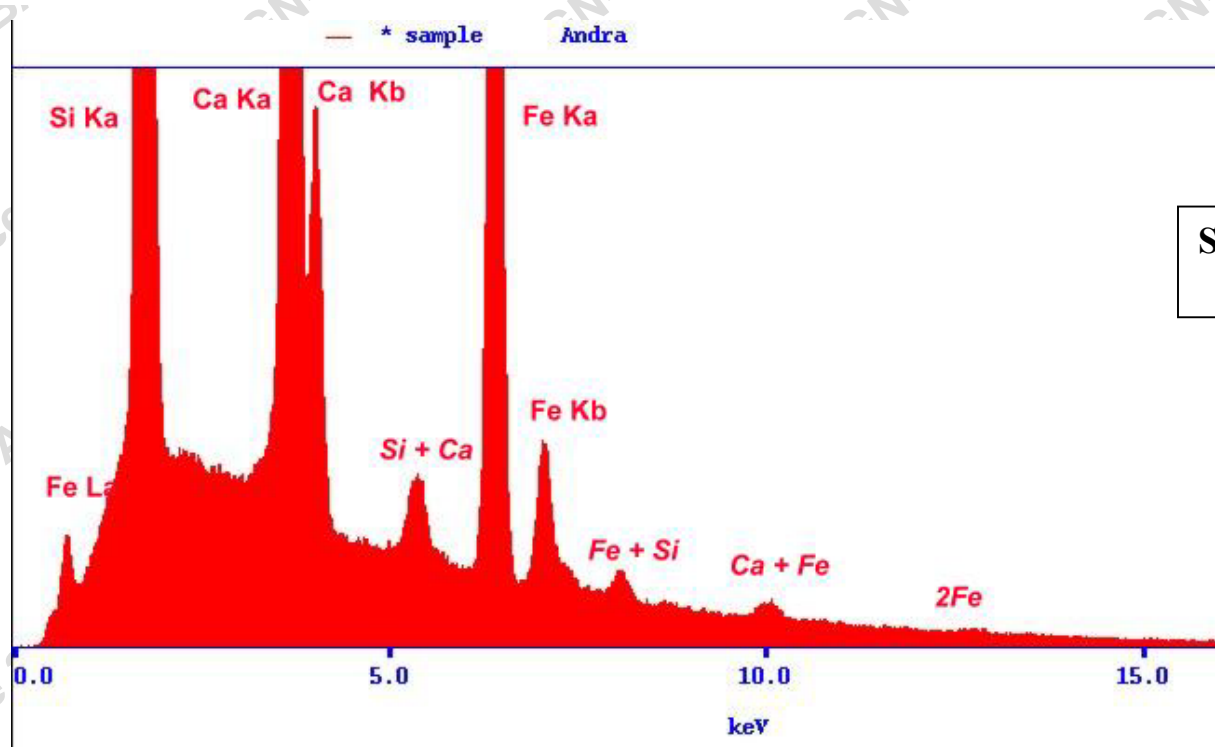
Un système de discrimination en amplitude permet d'éliminer le bruit (seuil)

En parallèle avec l'amplificateur de mise en forme, on place un amplificateur rapide (très faible constante de temps $0,1\mu\text{s}$, choisi par le constructeur). Les signaux résultants n'ont pas la bonne amplitude mais sont parfaitement discriminés en temps.

Ce dispositif permet de détecter les photons qui rentrent dans le détecteur : taux de comptage à l'entrée

Limite du dispositif de rejet d'empilement : apparition de pic d'empilement ou pic somme

Exemple :

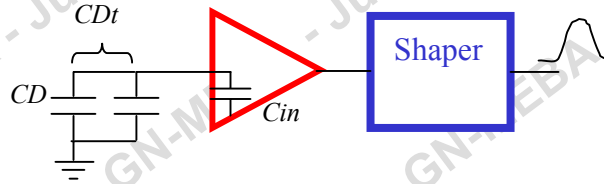


Spectre de l'Andradite
(SiO₂-CaO-Fe₂O₃)

20kV - 80nA
Fort taux de comptage
(temps mort 75%)

Constante de temps et résolution

Ct: capacité totale



τ_p = constante de temps : temps de mise en forme et traitement de l'impulsion

τ_p faible : fort taux de comptage

$$\Delta E = \sqrt{\Delta E_0^2 + B^2}$$

B : bruit électronique

$$B = 2.355 * \epsilon * CEB$$

ϵ est l'énergie moyenne de création d'une paire électron trou dans le détecteur

CEB est la charge équivalente de bruit

$$CEB^2 = CEB_{serie}^2 + CEB_{//}^2 + CEB_{1/f}^2$$

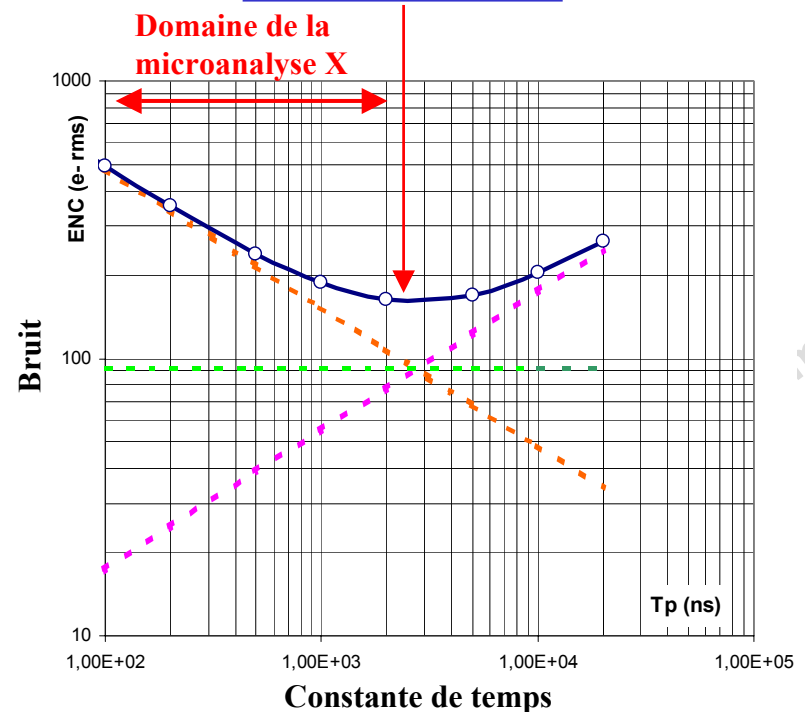
* $CEB_{serie} = A * Ct * \tau_p^{-1/2}$ due au bruit électronique

* $CEB_{//} = B * \tau_p^{1/2}$ due au courant de fuite

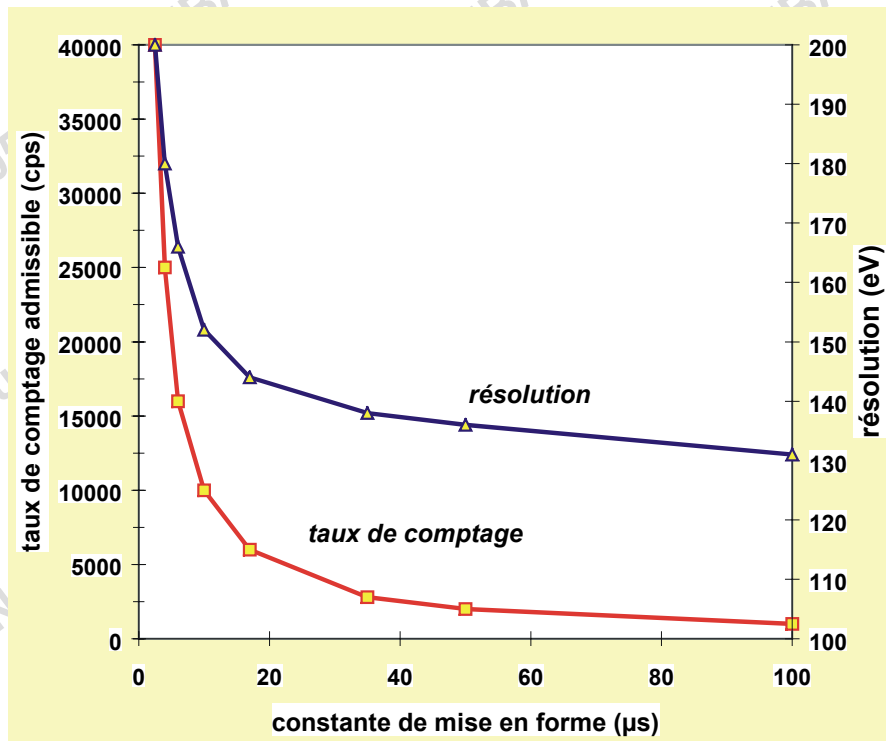
* $CEB_{1/f} = C * Ct$, due au bruit électronique basse fréquence

A, B, C constantes fonction du filtre

Meilleure résolution



Constante de temps, résolution et taux de comptage



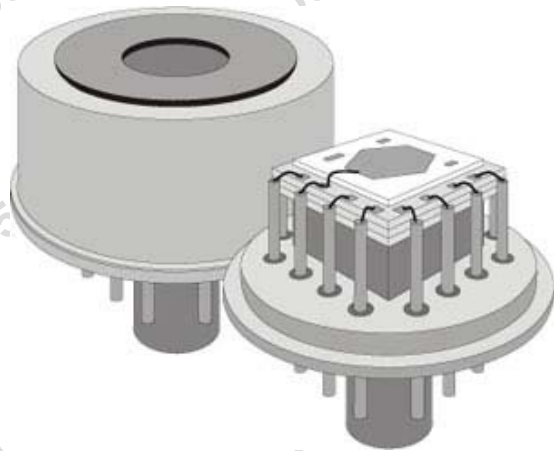
**Constante de temps
Ordre de grandeur
Entre 1µs et 50 µs**

Grâce au traitement numérique du signal, il est possible d'atteindre des taux de comptage de plusieurs dizaines de milliers de coups par seconde.

LE DETECTEUR SDD (Silicon Drift Detector)

L'invention des SDD (Silicon Drift Detectors)

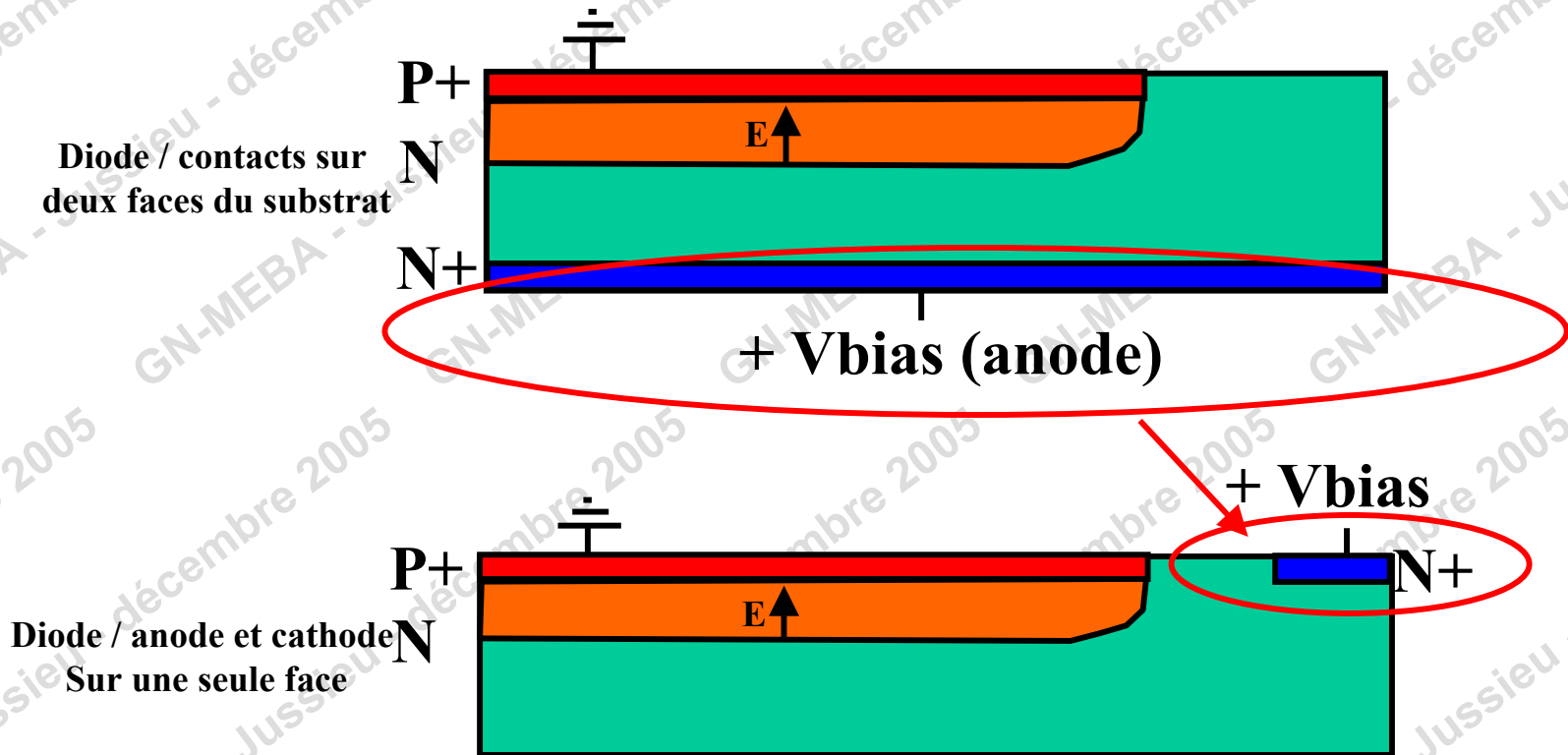
- Détecteur inventé par Gatti et Rehak en 1984
- Les premiers prototypes ont été réalisés en 1985 en collaboration avec Kemmer du Technical University et le Max Planck Institute à Munich.



E. Gatti, P. Rehak, Semiconductor Drift Chamber - An Application of a Novel Charge Transport Scheme, Nucl. Instr. and Meth. A 225, 1984, pp. 608-614.

Principe de fonctionnement des SDD

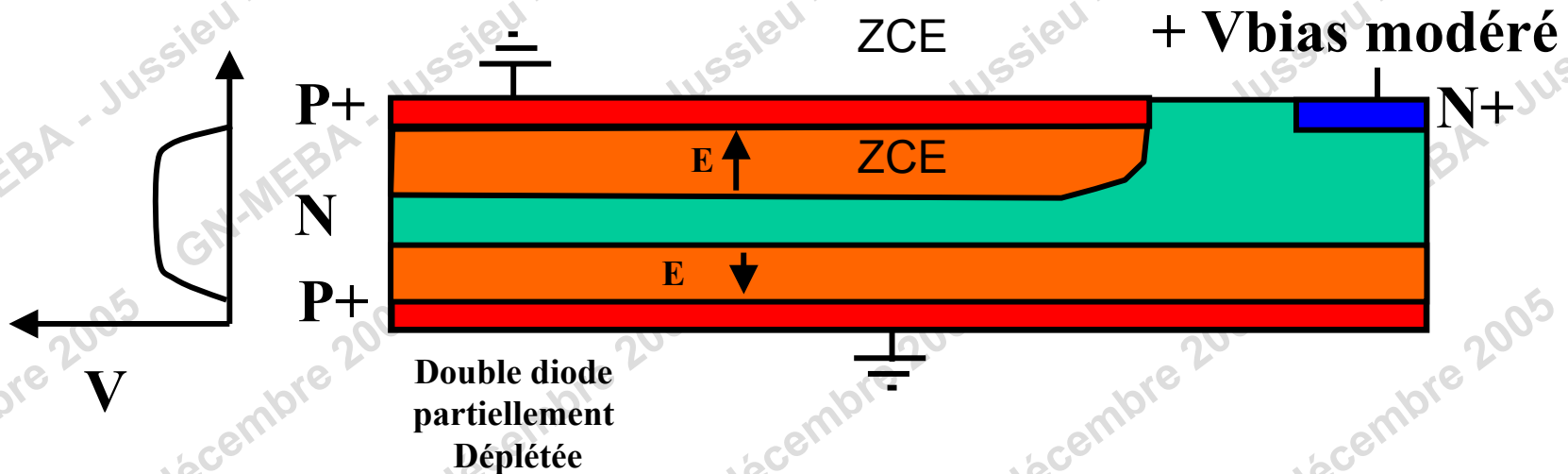
- Contrairement à une diode Si classique, l'anode, qui va collecter les électrons (paires électron-trou), n'a pas besoin de couvrir toute la surface du détecteur Si pour être efficace.



Principe de fonctionnement des SDD

- On dispose deux **diodes dos à dos sur les deux faces du substrat de Si**
- En appliquant une tension sur l'anode on crée deux Zones de Charges d'Espace (ZCE) séparées par une zone semi-conductrice non déplétée

Zone déplétée : zone vidée de ses porteurs majoritaires : zone sensible du détecteur



- **Si la tension est suffisamment élevée à l'anode, le détecteur est totalement déplété**

Dans le cas d'une diode Si(Li), la zone déplétée correspond globalement à la région intrinsèque

Application en microanalyse X

Lorsqu'un photon X, d'énergie E_0 , pénètre dans le SDD, il est absorbé par ionisation d'un atome du cristal



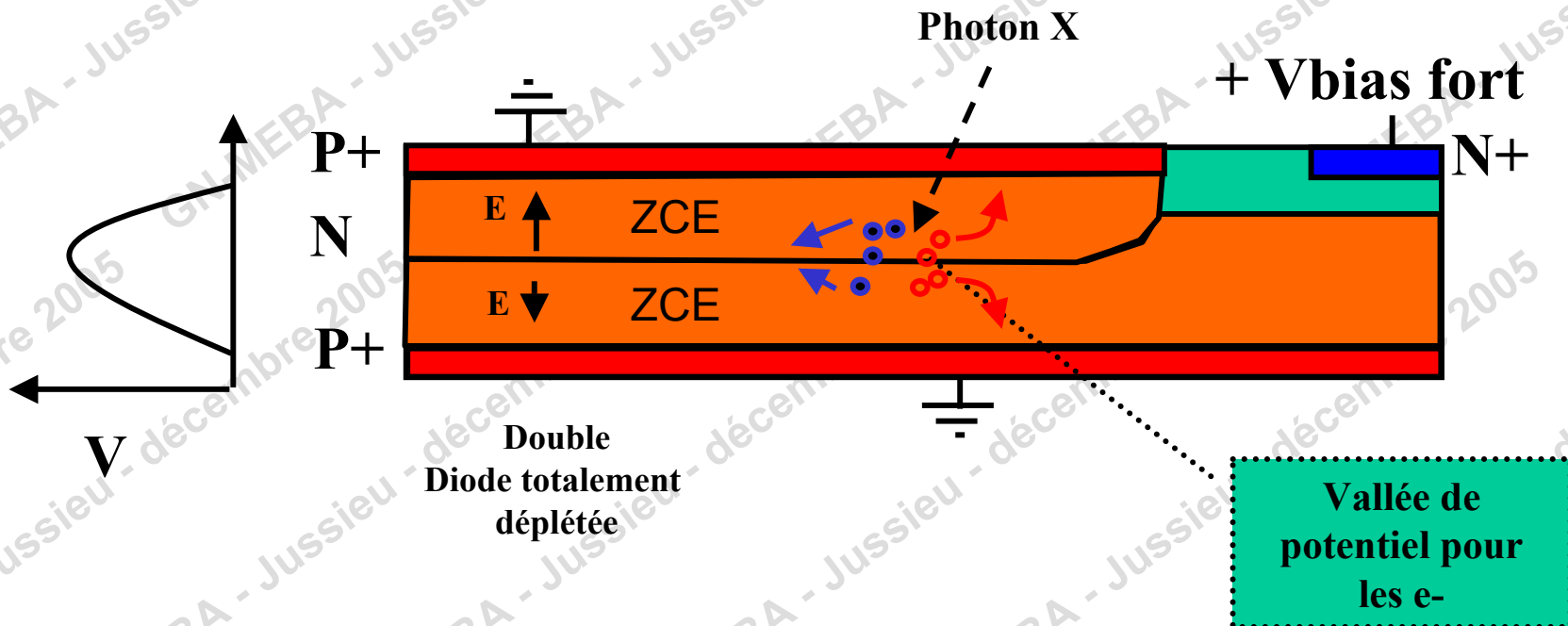
photoélectron libéré résultant d'une ionisation photonique X



création de paires électron-trou

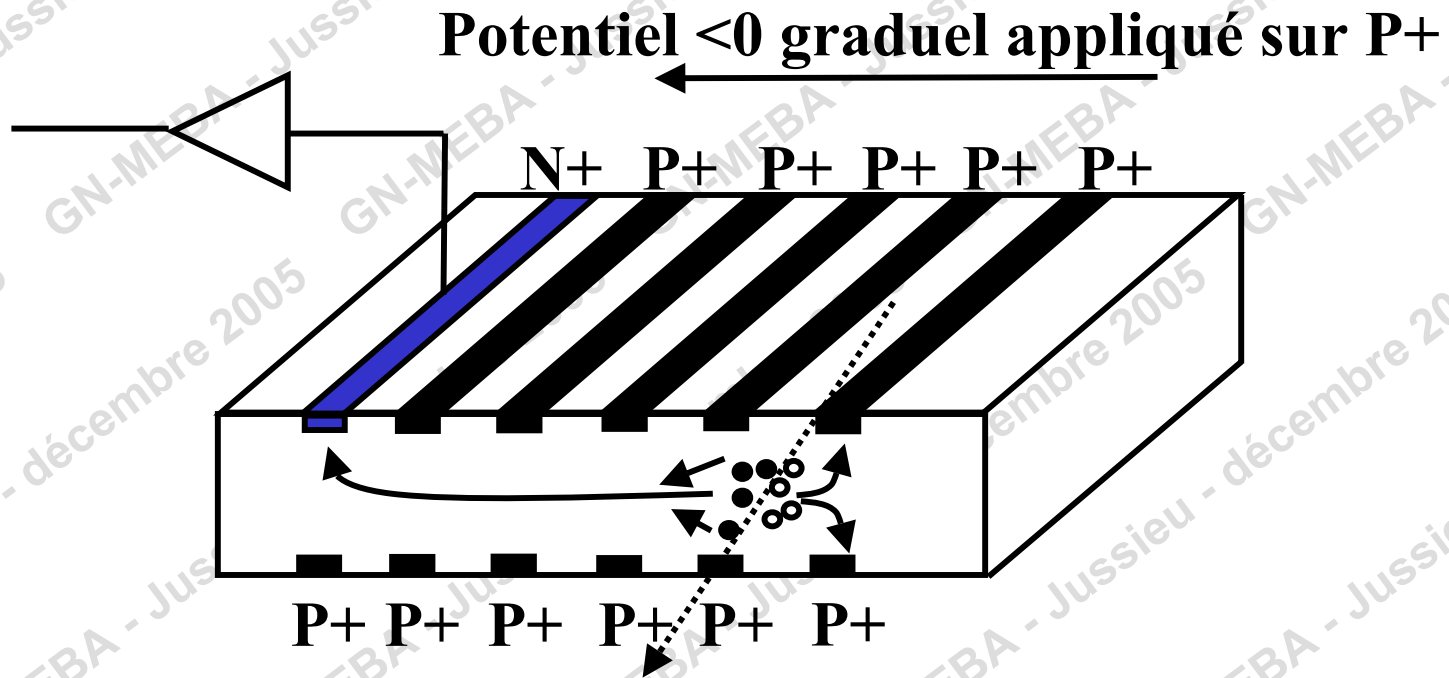
Il faut éviter la recombinaison...

- les électrons générés vont migrer dans une vallée de potentiel
- les trous quant à eux dérivent (ou « driftent ») vers les électrodes P+



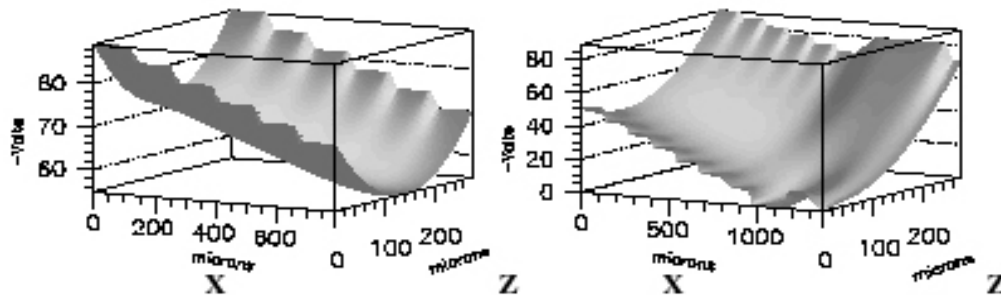
Principe de fonctionnement des SDD

- L'étape suivante est la « **collecte** » des électrons à l'anode
- Pour ce faire :
 - On crée un champ supplémentaire parallèle à la surface pour faire « drifter » les électrons vers l'anode (contact N+)
 - Technologiquement, ceci peut être réalisé à l'aide d'une série de contacts **sur deux faces du substrat** sur lesquels une tension graduelle est appliquée



Principe de fonctionnement des SDD

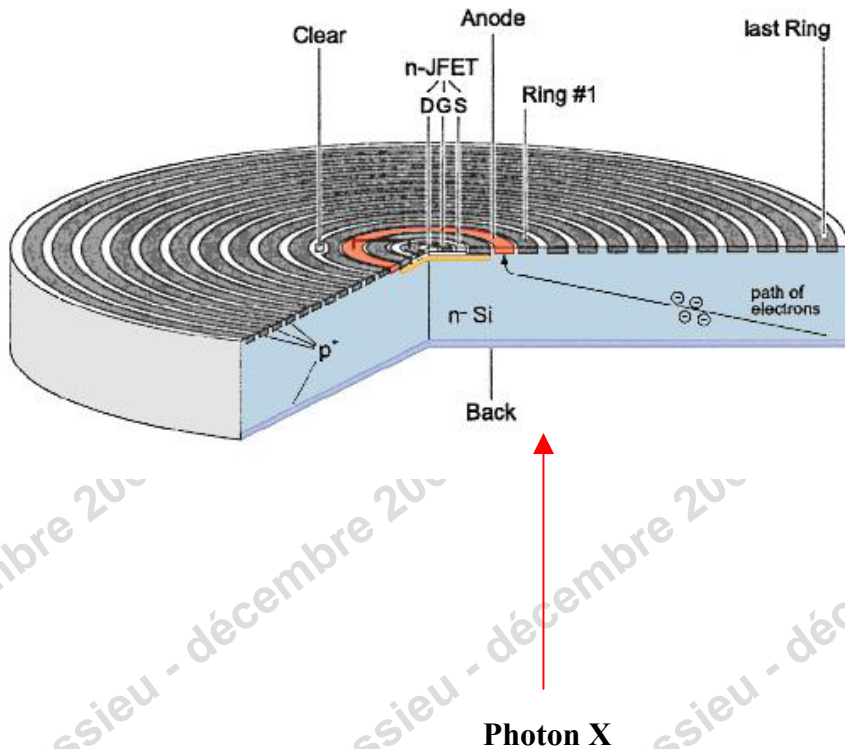
- *Par analogie,*
 - Mettons des balles de Ping-Pong sur un drap (d'un lit bien fait !)
 - Relevons à deux les bords du drap comme pour le plier en deux
 - Les balles se précipitent dans la vallée centrale
 - C'est l'effet produit sur les électrons par le champ des deux diodes dos à dos
 - Soulevons le drap d'un côté seulement
 - Les balles glissent le long de la vallée
 - C'est l'effet produit sur les électrons par le champ graduel appliqué sur les électrodes strippées P+



--Drift time determines 'X' coordinate
--Hit anodes determine 'Y' coordinate

Géométrie du détecteur

- A l'origine composant linéaire puis réalisé en **géométrie radiale**



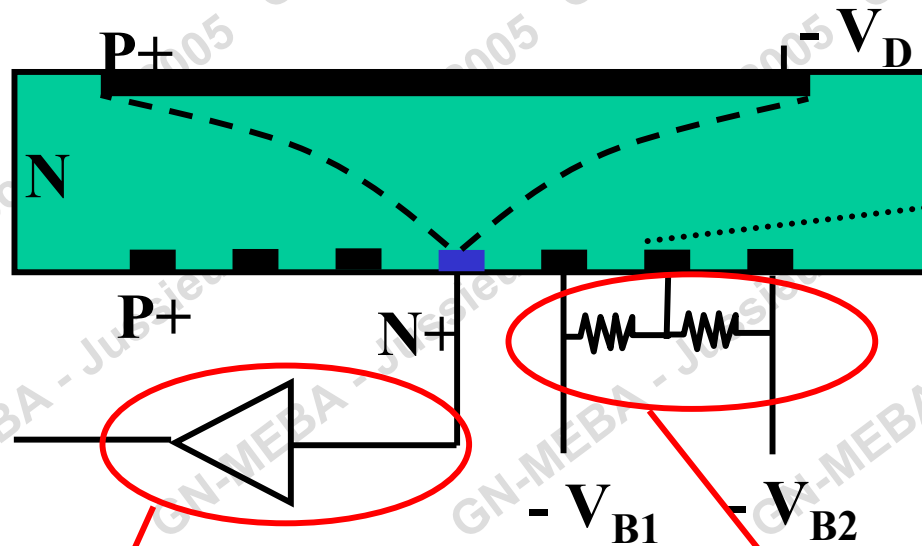
Autour de l'anode centrale une série d'anneaux concentriques polarisés forme un champ électrique parallèle à la surface.

La conformation du champ imposée par les anneaux entraîne les électrons vers l'anode centrale alors que les trous sont collectés vers la cathode ou vers les anneaux.

Préamplificateur

• Le FET ou l'électronique de lecture est implantée directement au centre du composant.

C'est la naissance des SDD « classiques » : SSJFET, (Single sided JFET)



La tension de polarisation de l'ordre de -100 V

Vallée de potentiel pour les e^-

Le JFET est implanté sur le silicium

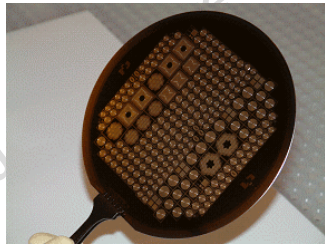
Les résistances sont implantées sur le Silicium

Pas de câblage :
Pas de bruit microphonique

Fabrication d'un SDD

Technologie en salle blanche type semi-conducteur

Dépôt, Implantation, Recuit, Gravure ...



Wafer de Si de 300 μm d'épaisseur



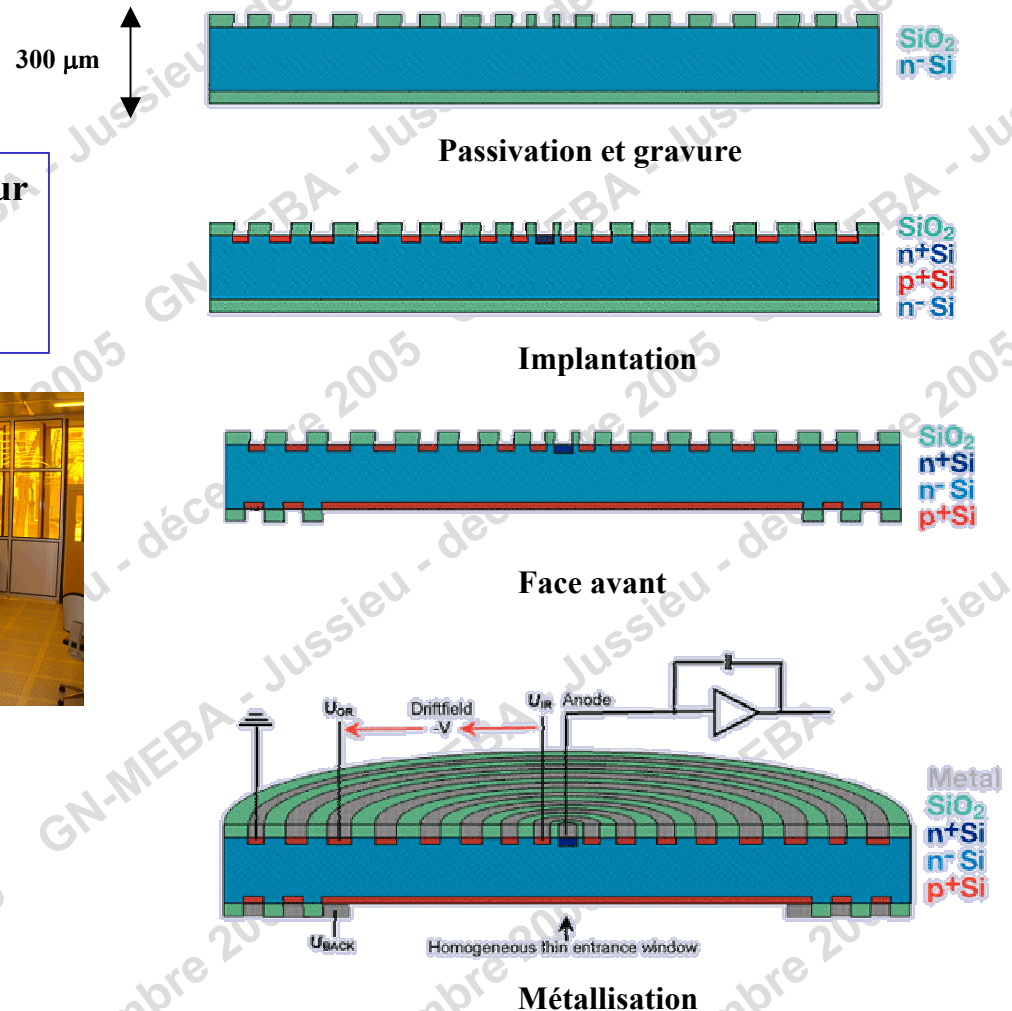
Principal fabricant :

Institut Max-Planck (Munich)

Semiconductor Laboratory of the of
Physics and Extraterrestrial Physics



Pas de Li !



Mise en œuvre complexe en raison de la technologie

Cela explique en grande partie son développement plutôt récent

Caractéristiques d'un SDD

Prenons l'exemple d'un détecteur de 10 mm², avec un rayon de 1.8 mm

- Le détecteur est très peu capacitif ~200 fF (diode: 1 pF)
- Le courant de fuite est extrêmement faible : 1 nA/cm² à température ambiante (diode : 100 nA /cm²)
- Pas de dopage de type Li

Élargissement instrumental

$$\Delta E = \sqrt{\Delta E_0^2 + B^2}$$

B : bruit électronique

$$CEB^2 = CEB_{\text{serie}}^2 + CEB_{//}^2 + CEB_{1/f}^2$$

* $CEB_{\text{serie}} = A * C_t * \tau_p^{-1/2}$ due au bruit électronique

* $CEB_{//} = B (i_n^2) * \tau_p^{1/2}$ due au **courant de fuite**

* $CEB_{1/f} = C * C_t$, due au bruit électronique basse fréquence

C_t : capacité totale, τ_p : constante de temps, A, B, C constantes

- Faible bruit série et 1/f
- Faible bruit parallèle :

Cette source de bruit limite normalement la résolution : **le courant de fuite i_n augmente de façon exponentielle avec la température absolue**



Un refroidissement modéré suffit (-20°C).

Caractéristiques d'un SDD

- Vitesse des porteurs :

$$v_n = \mu_n E = \mu_n \frac{V}{L}$$

$$t_{drift\ electrons} = \frac{L^2}{\mu_n V}$$

Sous 250 V de tension de drift, le temps de dérive est au maximum de 85 ns
+ FET intégré sur le composant

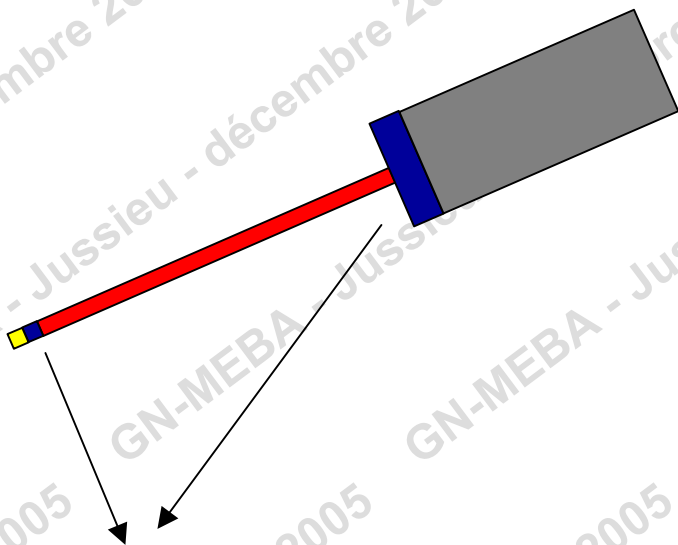
 COMPOSANT RAPIDE



Taux de comptage élevé

Refroidissement du détecteur

T° de fonctionnement entre -10°C et -25°C
refroidissement par effet Peltier

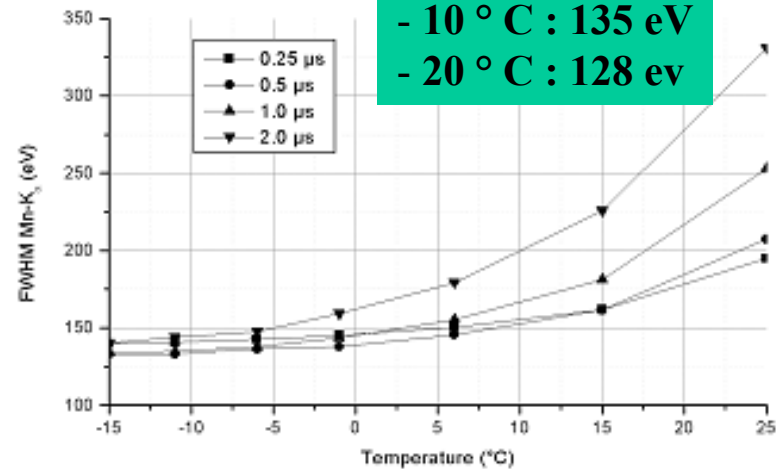


Étage Peltier implanté directement sur le
composant
+ Étage Peltier au niveau de la canne
+ Module électronique

Opérationnel en quelques minutes



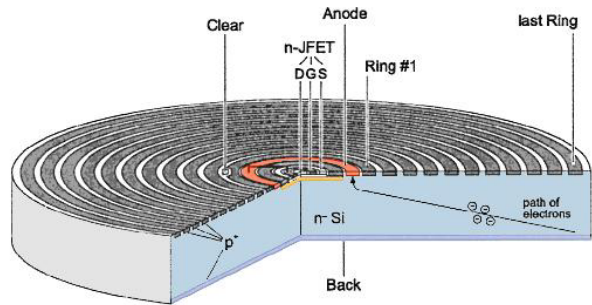
Résolution



Température

résolution : largeur à mi-hauteur de la raie $K\alpha$ Mn (5,9 KeV)

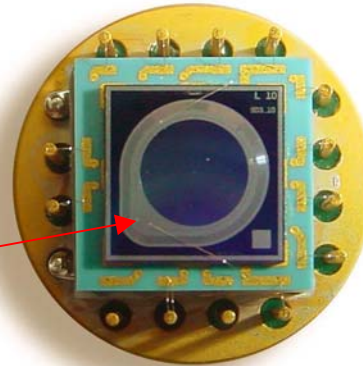
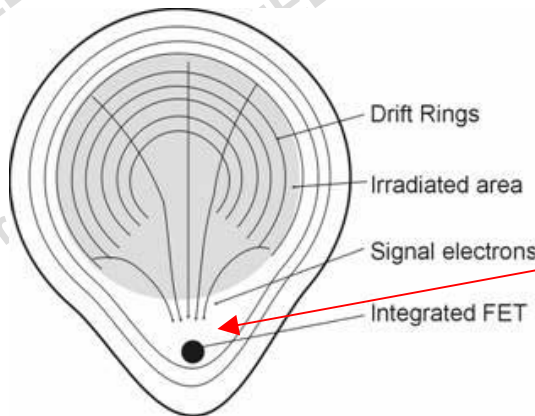
A l'origine : anneaux concentriques



Résolution 138 eV (10 mm²)

Le préamplificateur est irradié par les photons X qui pénètrent dans le détecteur :
Augmentation du bruit

Nouvelle forme dite en gouttelette « droplet » Silicon Drift Detector Droplet (SD³)

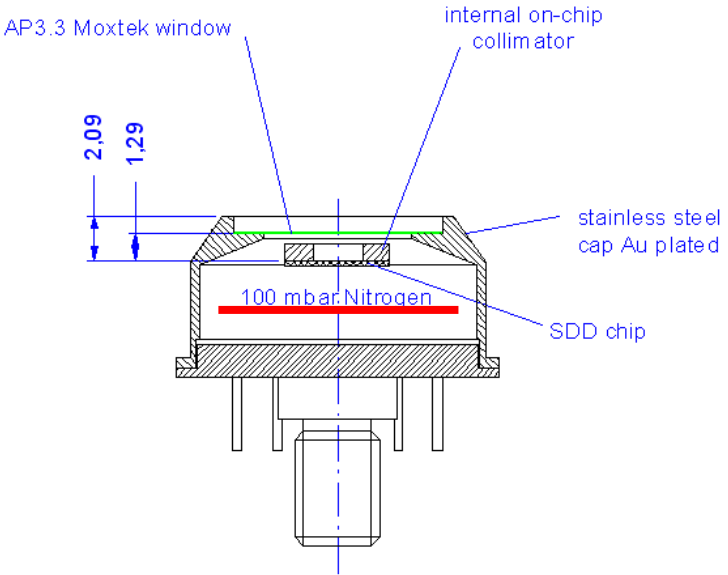


Le préamplificateur est excentré et protégé du rayonnement incident par un cache
Meilleure résolution
Résolution 129 eV voire 127 eV (10 mm²)

Depuis 1995 : amélioration constante de la résolution

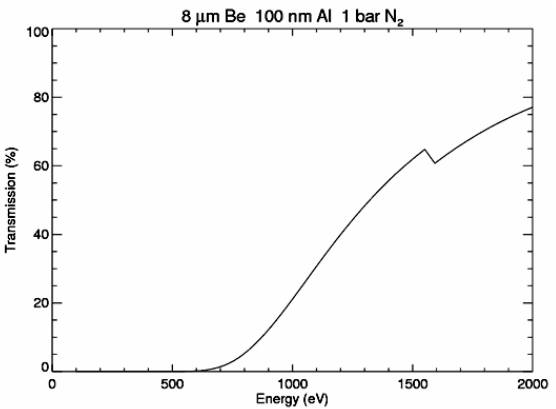
Efficacité aux basses énergies du SDD

Présence d'une fenêtre de séparation pour éviter la condensation (-15 à -20 °C)

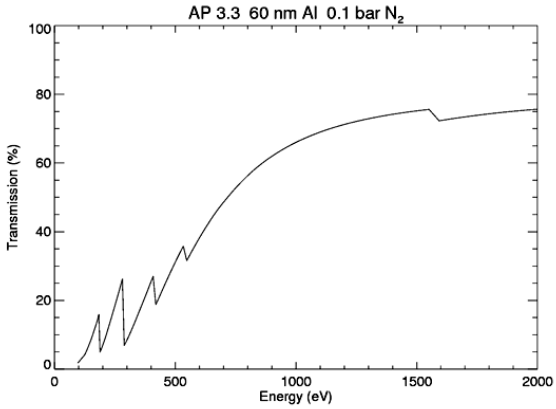


Différentes solutions :

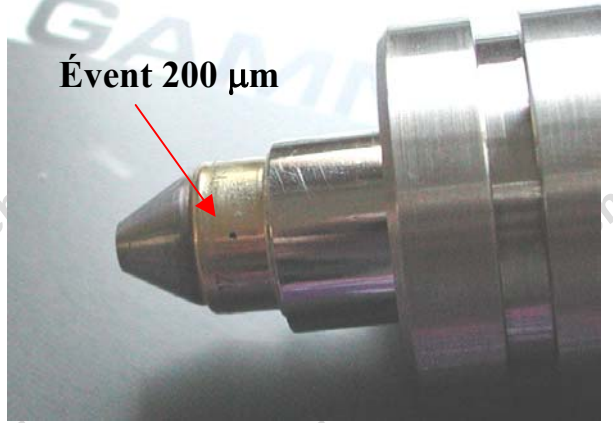
- Fenêtre scellée avec remplissage de l'enceinte à l'azote (solution standard ou pour MEB à pression contrôlée)
- Fenêtre avec un évent latéral (microscope haut vide) : le refroidissement est coupé lorsque l'on casse le vide dans la chambre du microscope.



Fenêtre Be 1 bar N2 (A l'origine en 1997)



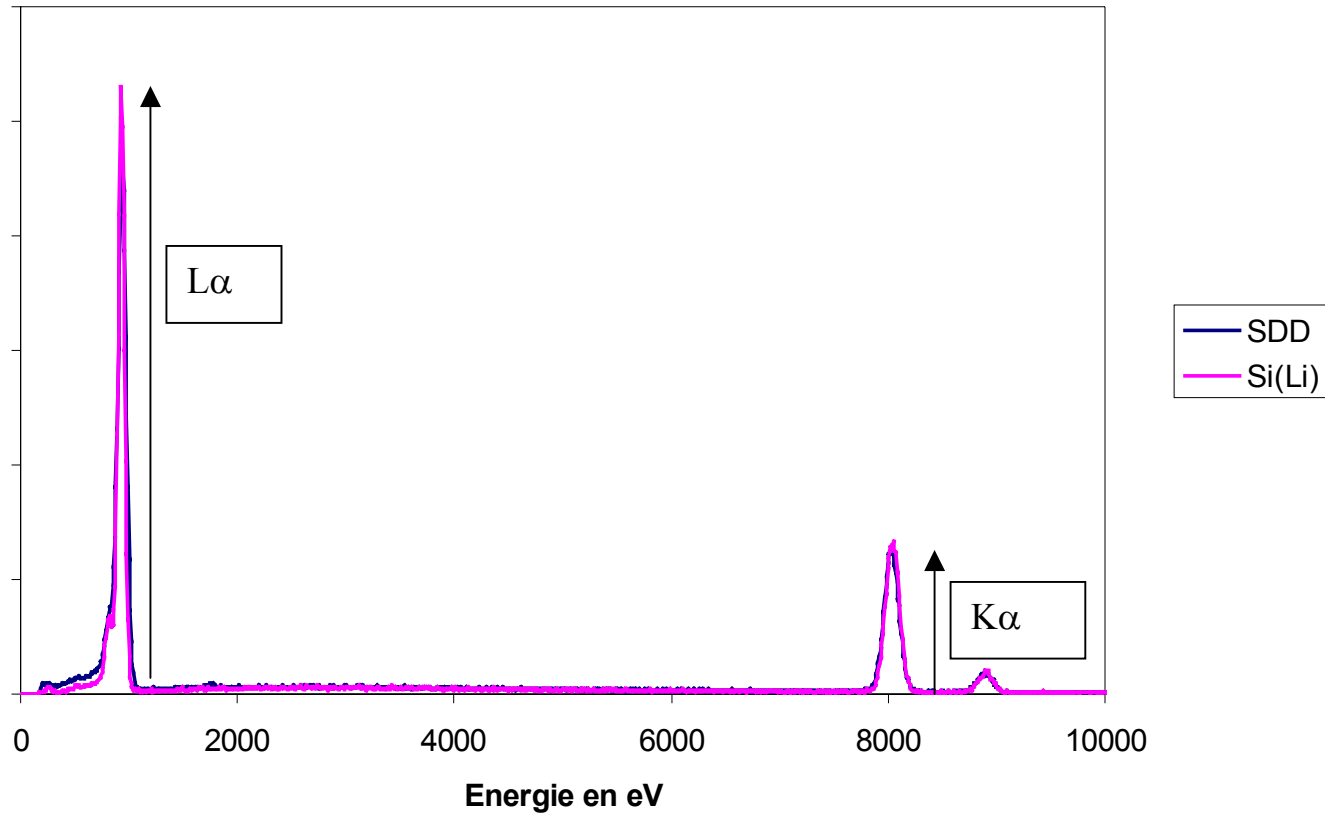
Fenêtre polymère 0,1 bar N2



Fenêtre avec évent latéral

Efficacité aux basses énergies du SDD

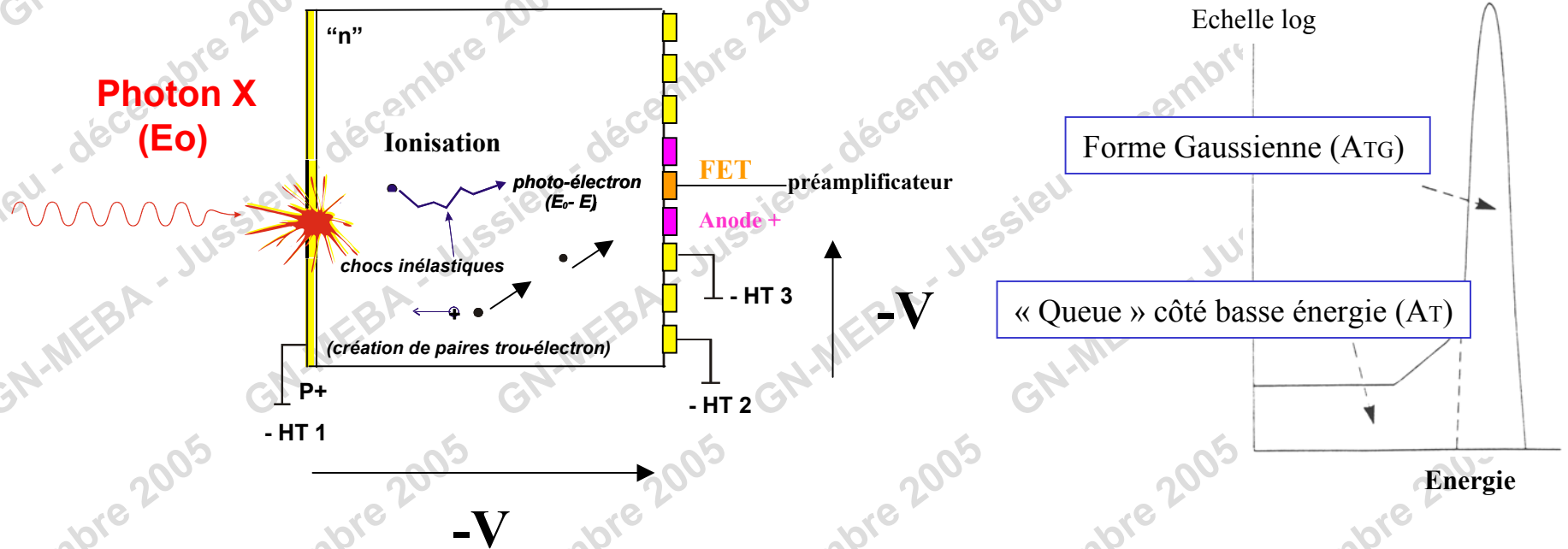
Spectre Cu 20 kV



Efficacité comparable à une Si(Li)

Phénomène de perte de collecte de charge dans un SDD (+ bruit électronique ?)

Ce phénomène affecte la forme des pics en produisant une traînée du côté des basses énergies.



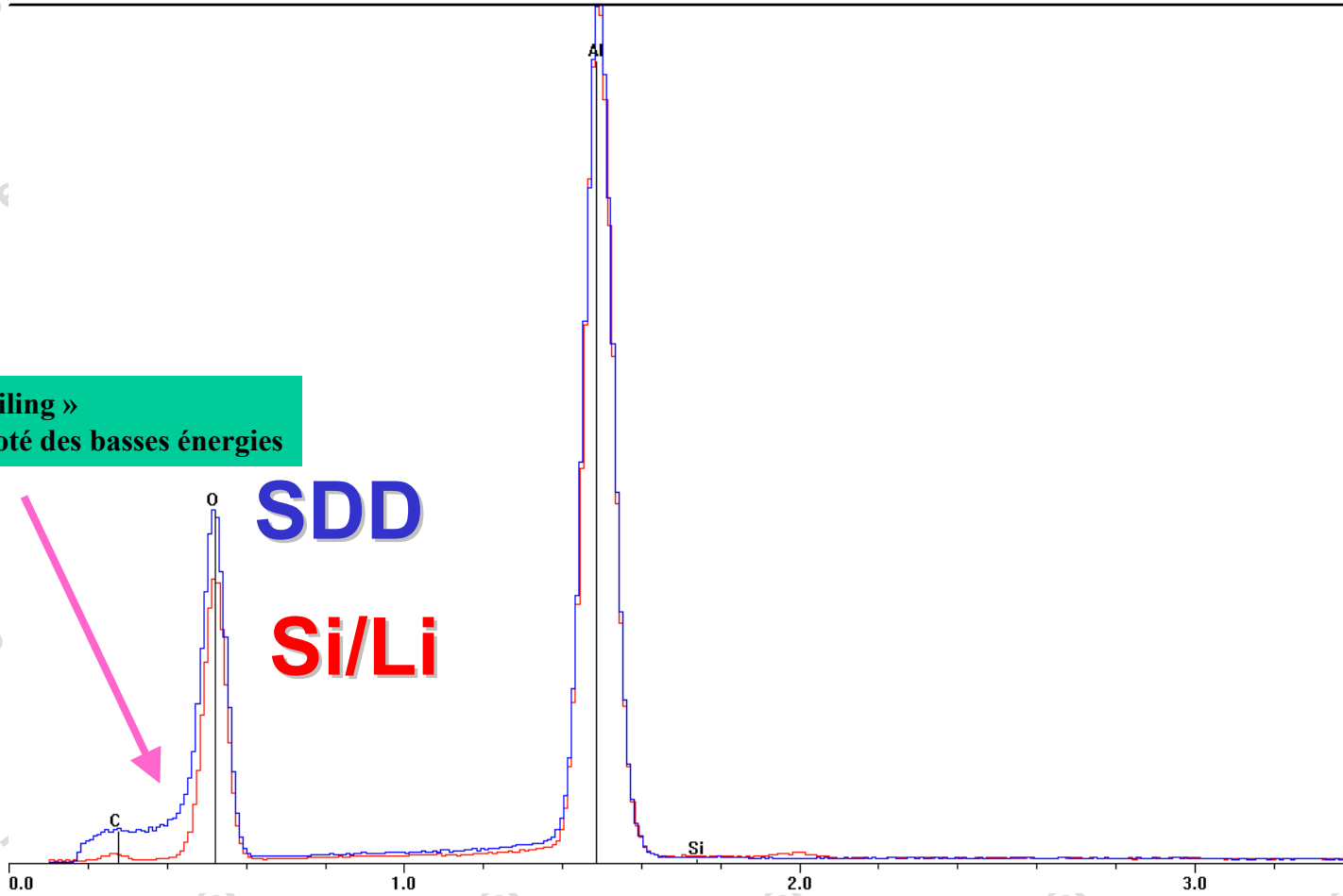
La présence d'une jonction P+ homogène, sans structure affecte la collecte des charges.
Les paires électrons-trou créées dans cette zone de transition peuvent se recombiner avant décharge ("Tail" en anglais).

Effets présents pour les rayonnements incidents de faible énergie (<1 keV)

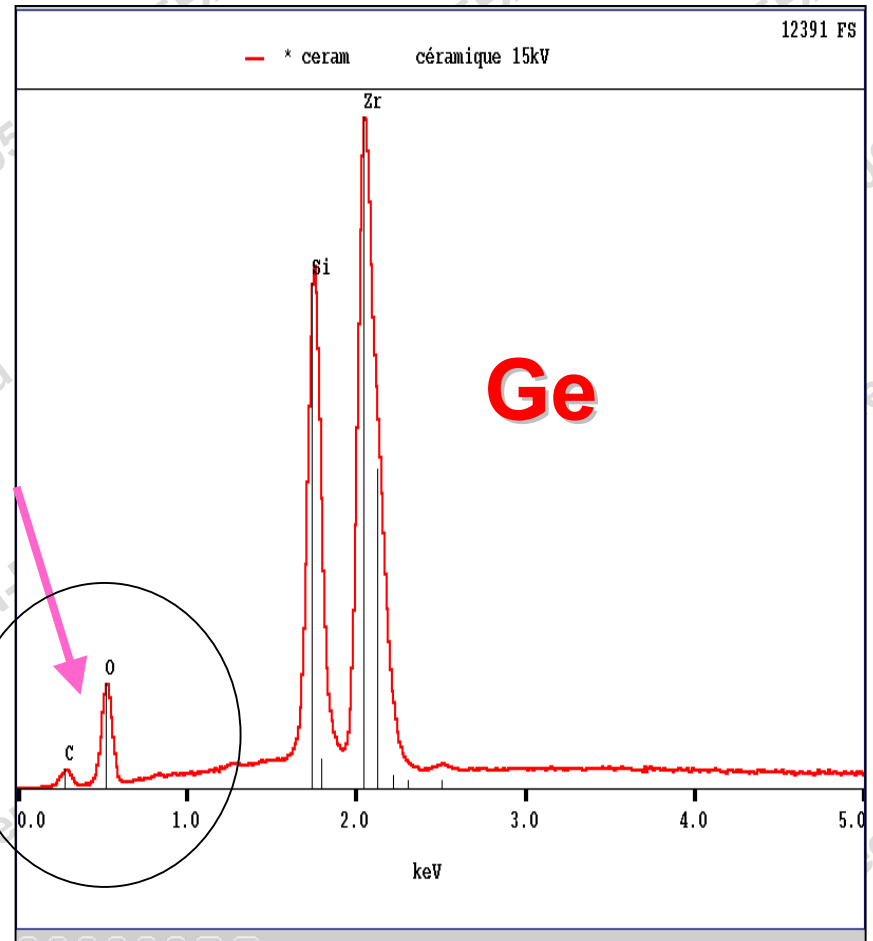
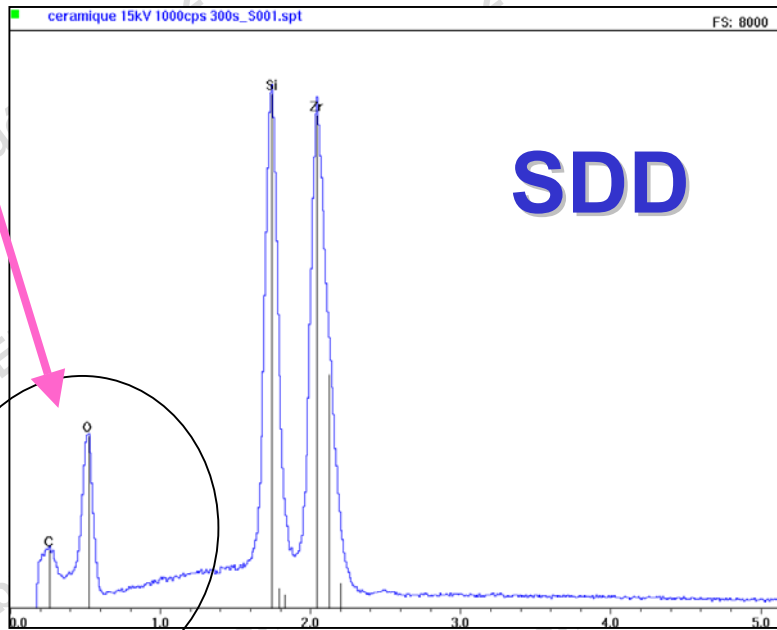
Exemple : spectre Al2O3 15 kV

■ Al2O3_SiLi.pgt
■ Al2O3_SDD.pgt

Effet de « Tailing »
Traînée du côté des basses énergies

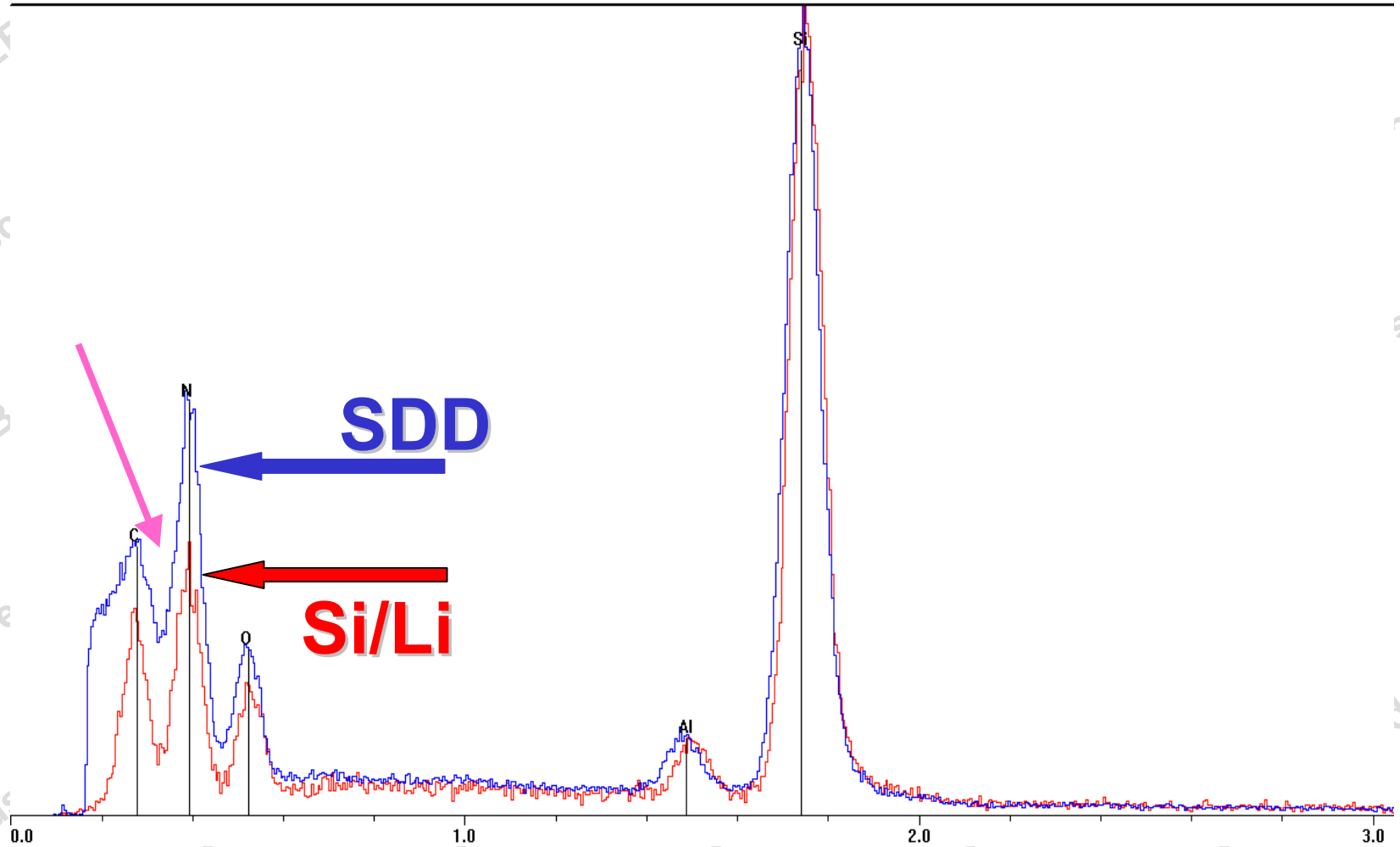


Autre exemple : spectre de Zircon - 15 kV



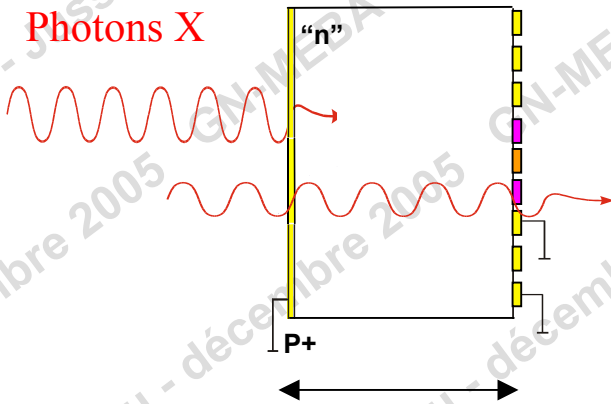
Spectre SiC-Al-O-N 5 kV

■ SiLi5kV.pgt
■ SDD5kV.pgt



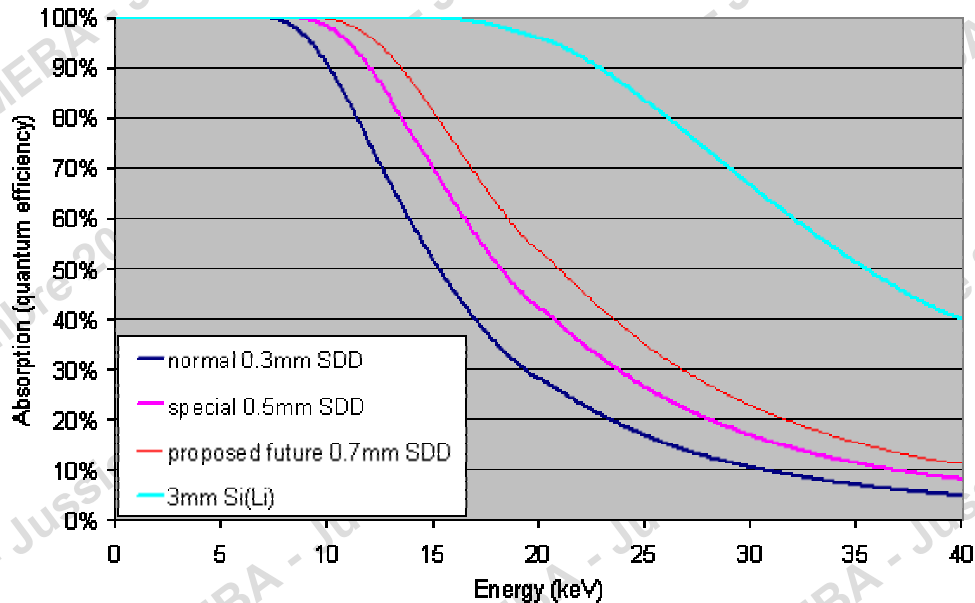
SDD : Efficacité de détection aux hautes énergies

Photons X



300 μm : épaisseur typique d'un wafer de Si

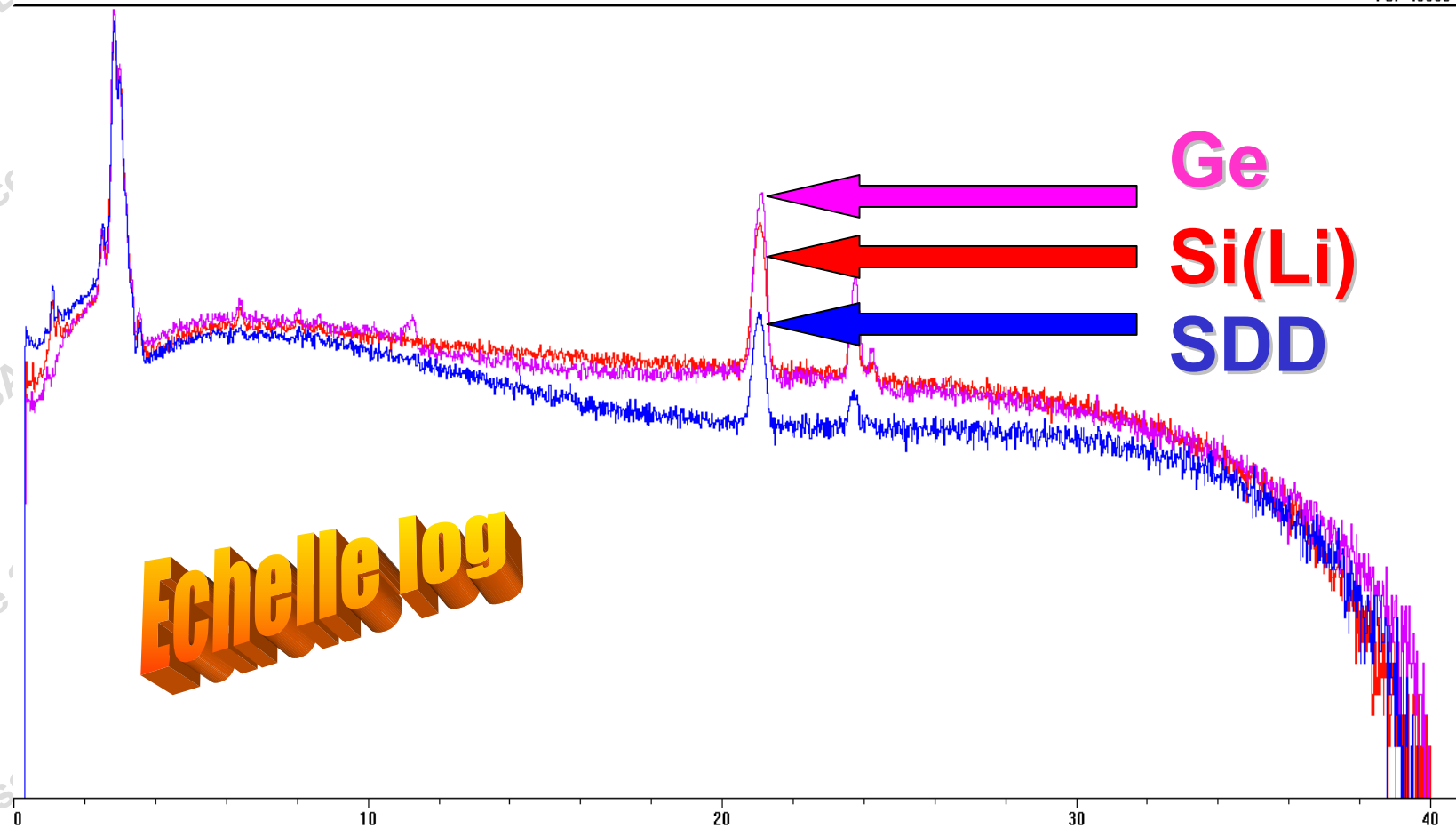
L'efficacité du SDD est limitée pour les hautes énergie par la largeur de la zone utile t_D : les rayons X de haute énergie pouvant sortir du SDD sans être absorbés.



Spectre Pd - 40 kV

■ spectre_Pd_40kV_SiLi.pgt
■ spectre_Pd_40kV_Ge.pgt
■ spectre_Pd_40kV_SDD_droplet10.pgt

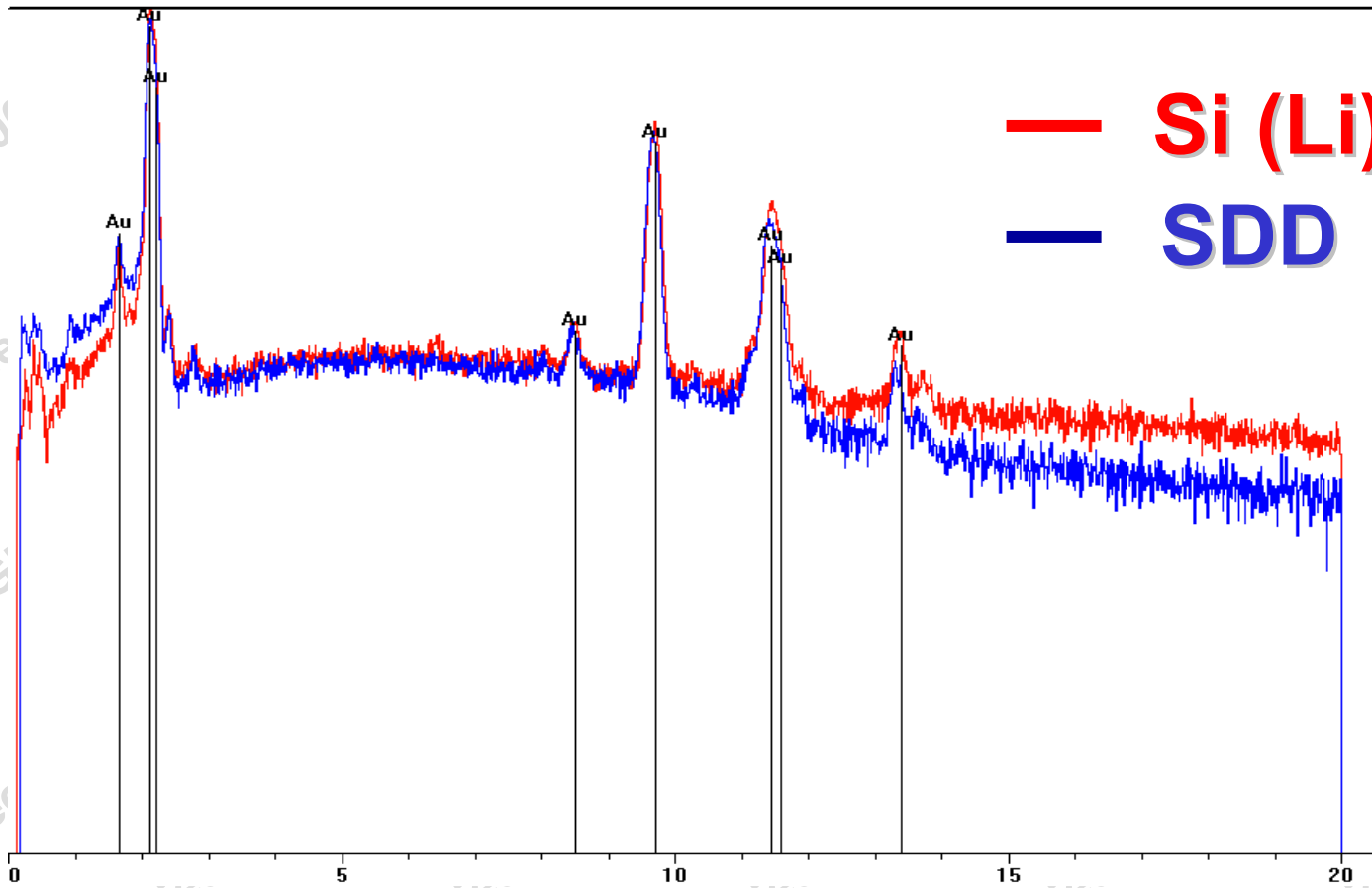
FS: 40000



Echelle log

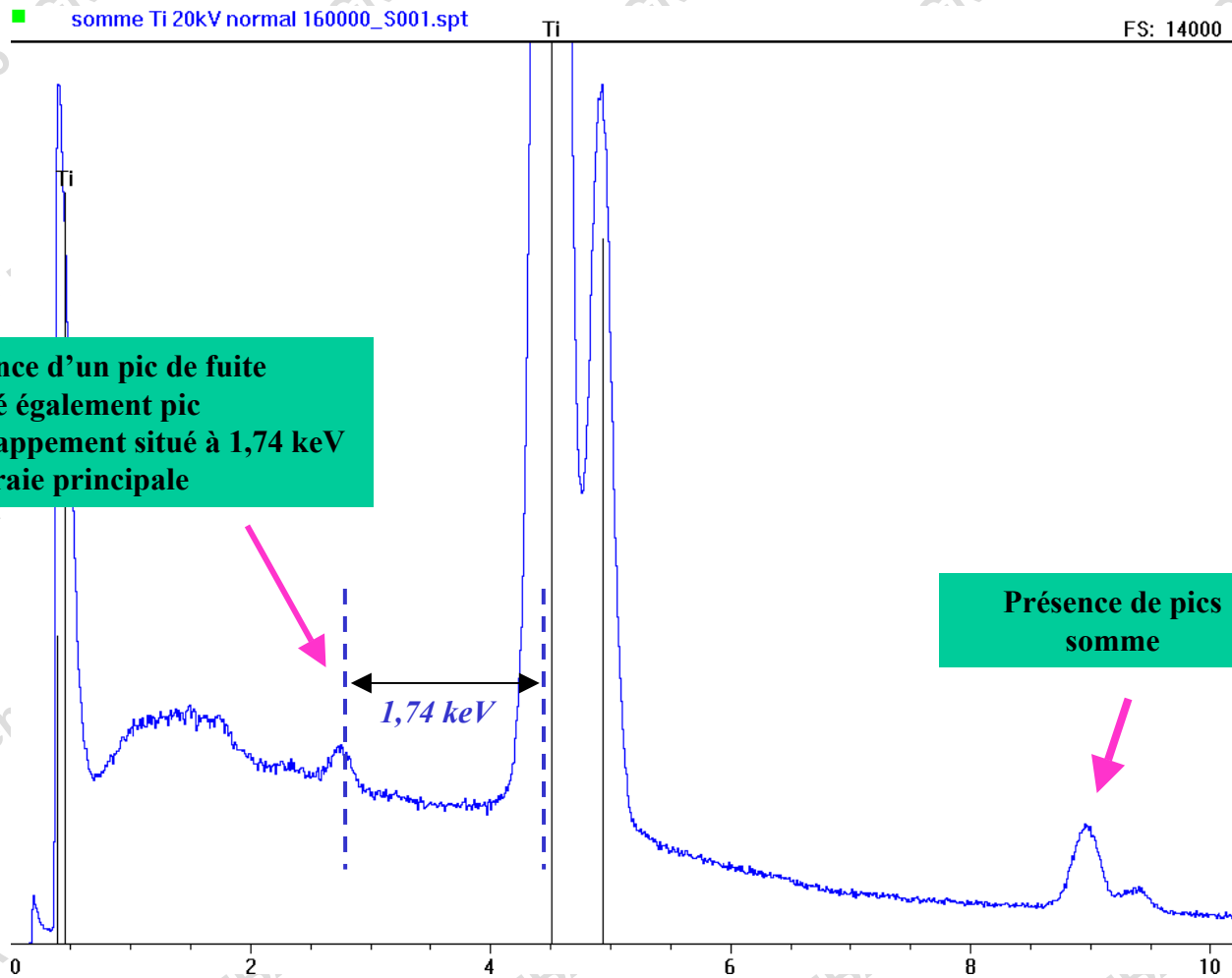
Spectre Au - 30 kV

■ Au_30kV_SiLi.pgt
■ Au_30kV_SDD.pgt



Artefacts de détection - SDD

Spectre Ti 20 kV – 160 000 cps

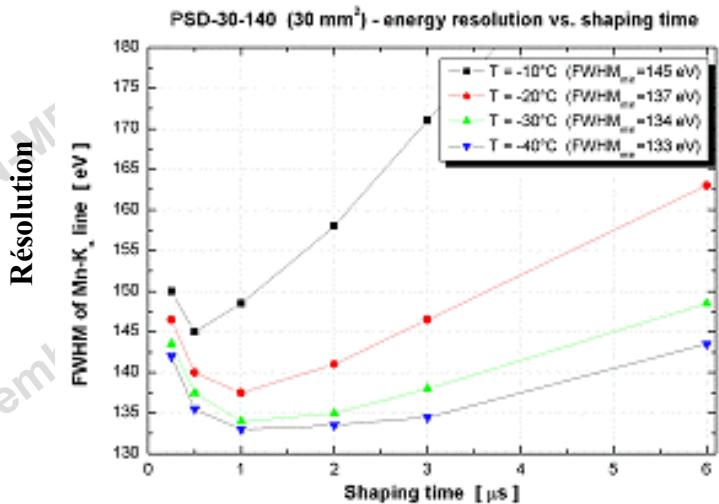


LA CHAINE ELECTRONIQUE DE TRAITEMENT DES IMPULSIONS

Électronique spécifique adaptée au SDD
(préamplificateur)

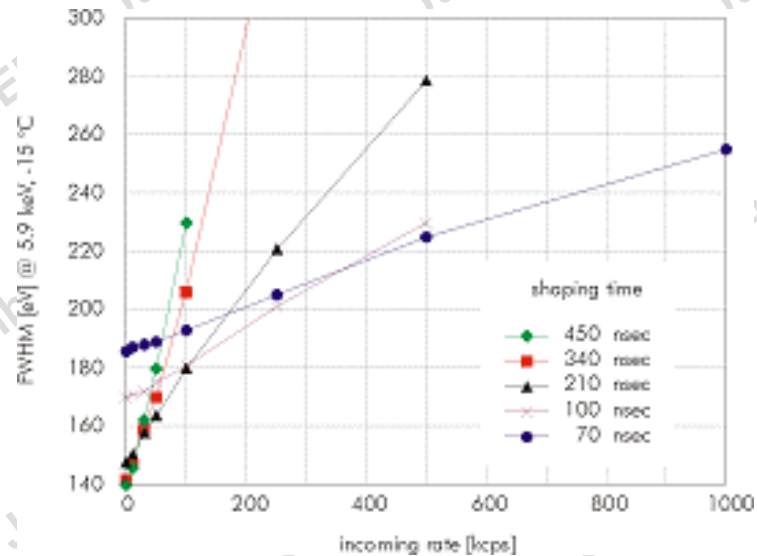
Pas compatible aujourd'hui avec l'électronique d'une diode Si(Li)

Constante de temps, résolution et taux de comptage



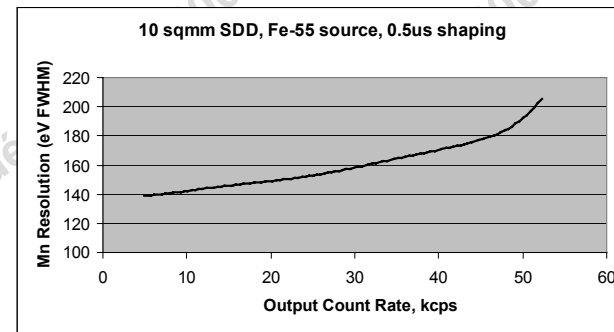
Constante de temps

Constante de temps : 250 ns à quelques μs



On peut atteindre des taux de comptage très élevés (200 000 cps voire 10⁶ cps entrée)

Applications en cartographie X

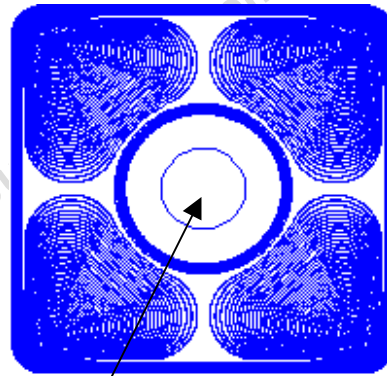
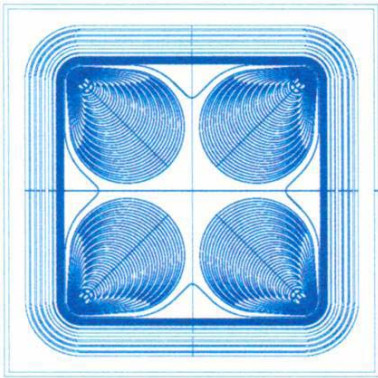


Résolution fonction du taux de comptage

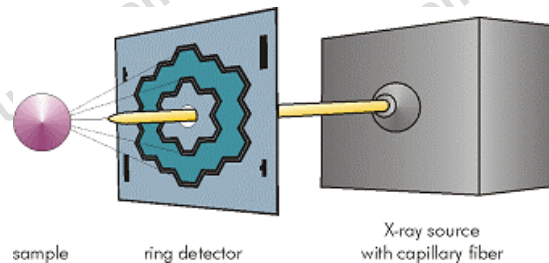
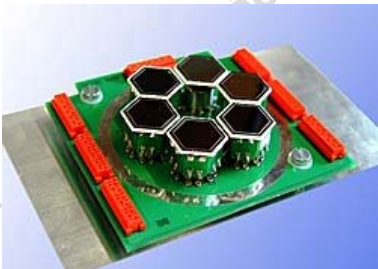
Nouveautés et perspectives :

Possibilité actuelle d'avoir des surfaces actives de 5 mm², 10 mm², 30 mm² et 40 mm².

Les surfaces de 40 mm² sont composées de 4 cristaux de 10mm² accolés et pilotés par une seule électronique – résolution équivalente à un cristal de 10mm².



Trou central



Fluorescence X

Très nombreuses applications

Vers l'image X en live ?

En résumé

Diodes Si (Li) :

Refroidissement azote liquide ou équivalent

Améliorations continues (électroniques numériques, basse énergie ..)

Solutions technologiques matures

SDD :

Solution technologique récente

Refroidissement modéré

Toujours en développement

Solution technologique qui s'implante en microanalyse X

Coûts comparables

Remerciements

Eric Delagnes, CEA Saclay
Raphaël Passas, EFGP

ELEXIENCE, Thermo Noran, Thierry Grenut, Marc Briand

ELOÏSE, Edax, Bernard Jean, Guillaume Wille

FONDIS ELECTRONIC, SAM'X, Jean-Pierre Saez, Jean-François Thiot

JEOL, François Lopez

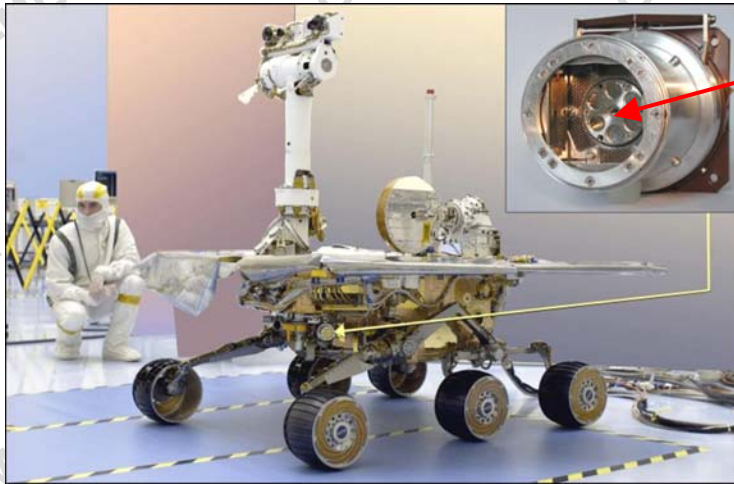
OXFORD INSTRUMENTS, Dominique Condamin, Eric Pasquier

ROENTEC, Hélène Jordany

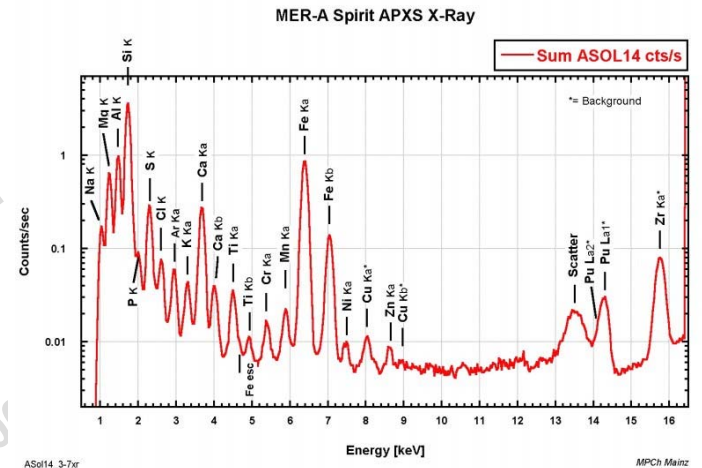
SYNERGIE 4, PGT, Philippe Lasson

Jacky Ruste (crédit schémas !)

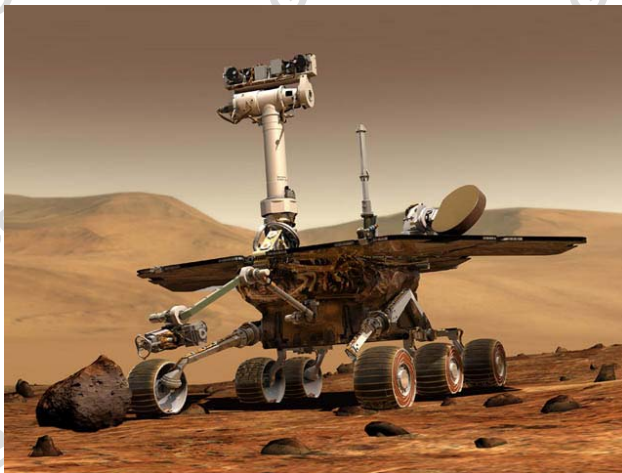
Autres applications



SDD



Spectre d'un échantillon de sol Martien



Robot Martien

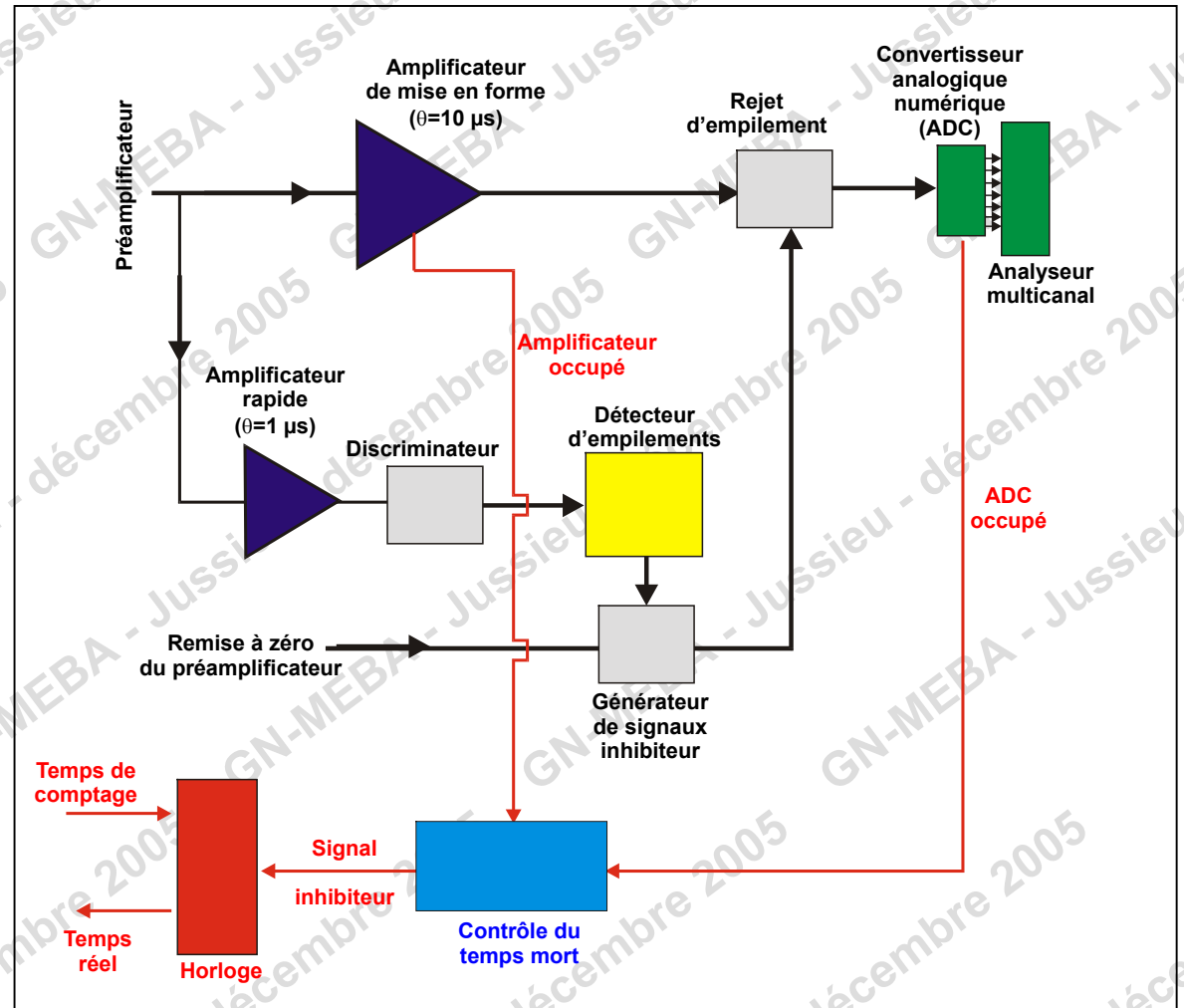
La correction de temps mort

Durées de traitement :

- diode : $0,1 \mu\text{s}$
- amplificateur : de 10 à $70 \mu\text{s}$
- ADC : $25 \mu\text{s}$

Le temps de traitement de l'électronique est considérablement plus grand que celui de la diode.

La diode est capable de traiter un très grand nombre de photons dont la majorité sera perdue, et ceci d'autant plus que cette intensité sera élevée !



Pour que le comptage garde sa signification et soit indépendante du taux de comptage, on bloque l'horloge de comptage tant que l'amplificateur, le système de rejet d'empilement et le convertisseur travaillent. Le temps effectif de comptage peut donc être très supérieur au temps affiché. Cette information est donnée par le coefficient de temps mort.

Résolution actuelle

Type	surface mm ²	C $\kappa\alpha$ eV	F $\kappa\alpha$ eV	Mn $\kappa\alpha$ eV
Si(Li)	10	60-66	65-70	129-133
	30	72-75	75-85	136-138
	60			148
Ge	10	55	65	115
	50	65	75	129
SDD	10	58	61-70	127-129