Spectrométrie Raman et de cathodoluminescence couplées sur MEB.

A. JAMBON et O. BOUDOUMA

UPMC, Institut des Sciences de la Terre,
UMR 7193, 4 place Jussieu, 75005 Paris.
albert.jambon@upmc.fr

Cathodoluminescence

- émission de lumière par excitation électronique.
- Imagerie : synchronisation du balayage et de la détection (monochromatique ou panchromatique).
- Spectroscopie : en mode ponctuel ou en balayage.

Spectroscopie Raman

- Diffusion inélastique de la lumière
- Excitatrice : laser (exemple argon 532 nm)
- Spectroscopie : spectre de la lumière diffusée (écart par rapport à l'excitatrice).
- Imagerie : déplacement de l'échantillon sous le faisceau laser.

Equipement

- MEB-FEG Zeiss Ultra VP 55
- Spectromètre Horiba Jobin-Yvon
- Système optique OPEA

- CL : 20 kV, fort courant
- Raman : mode VP sans métallisation, Laser argon 532 nm, 0.2 mW

Couplage

- Miroir parabolique
- Fibre optique

- 2 réseaux spécifiques

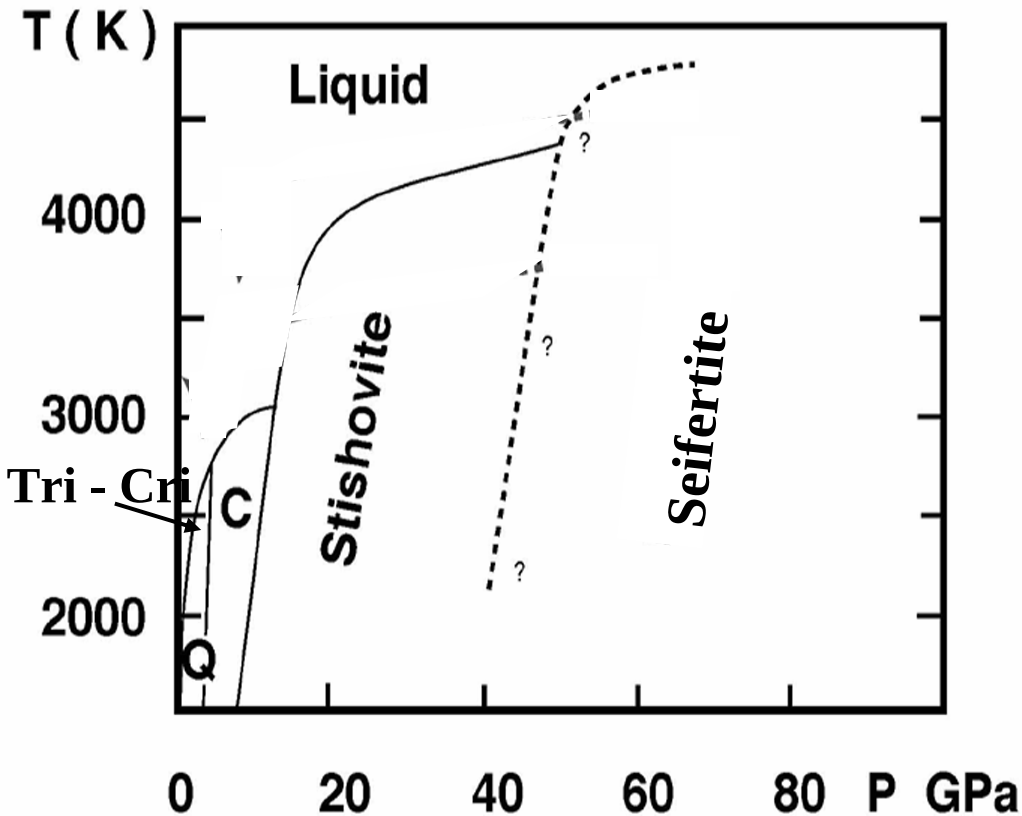
- 1 seul sytème d’exploitation

Spéciation de la silice

- La silice rencontrée dans les météorites martiennes, les eucrites, les chondrites à enstatite et les météorites lunaires peut se présenter sous différentes formes (Chennaoui Aoudjehane et al, 2005, 2006, 2008 ; El Goresy et al, 2000, 2004) :

- **Cristobalite,**
- **Tridymite,**
- **Quartz,**
- **Coesite**
- **Stishovite**
- **Seifertite**
- **Verres de haute et basse pression**

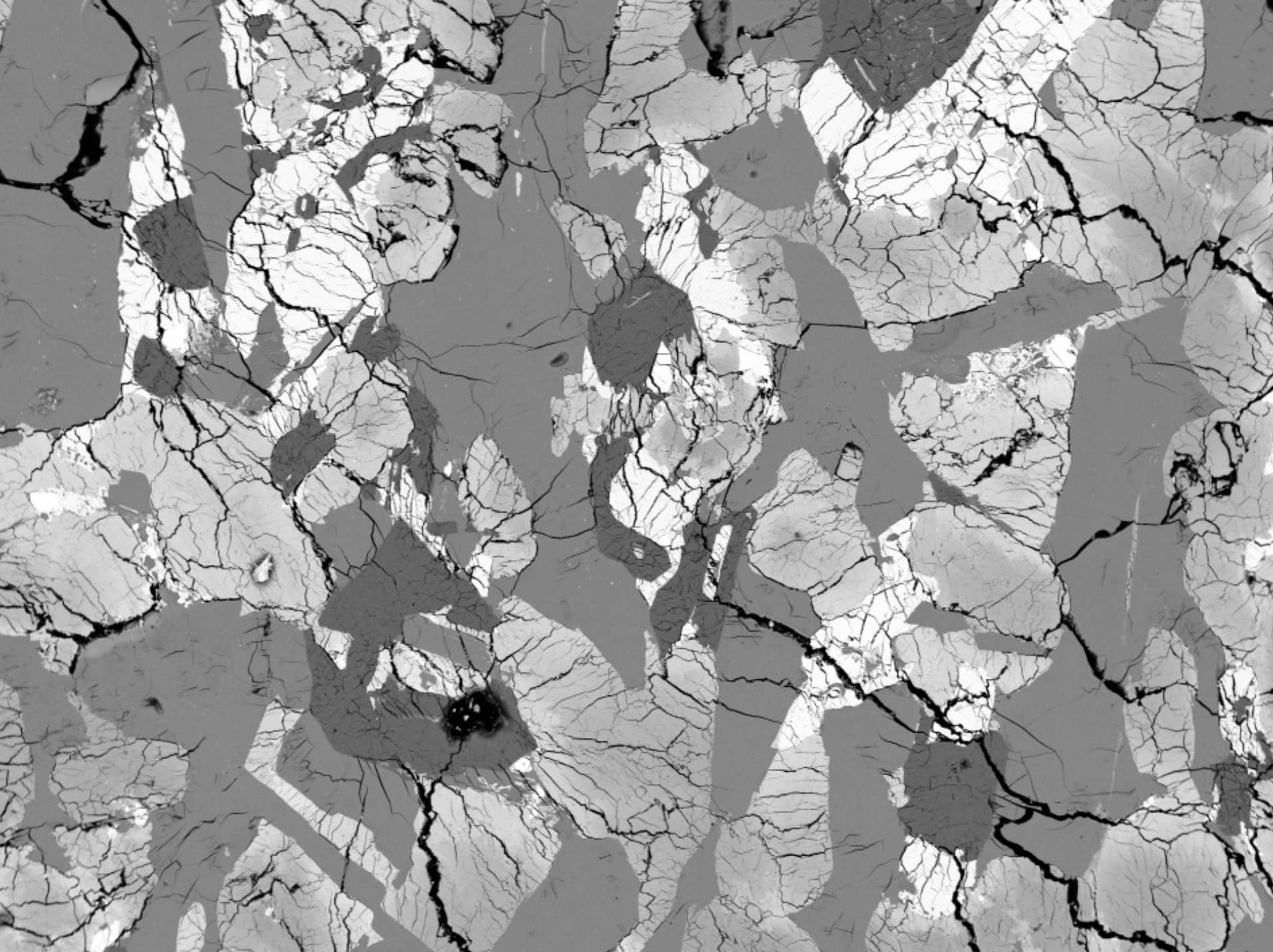
Diagramme de phase de la silice, d'après Liu (2004)

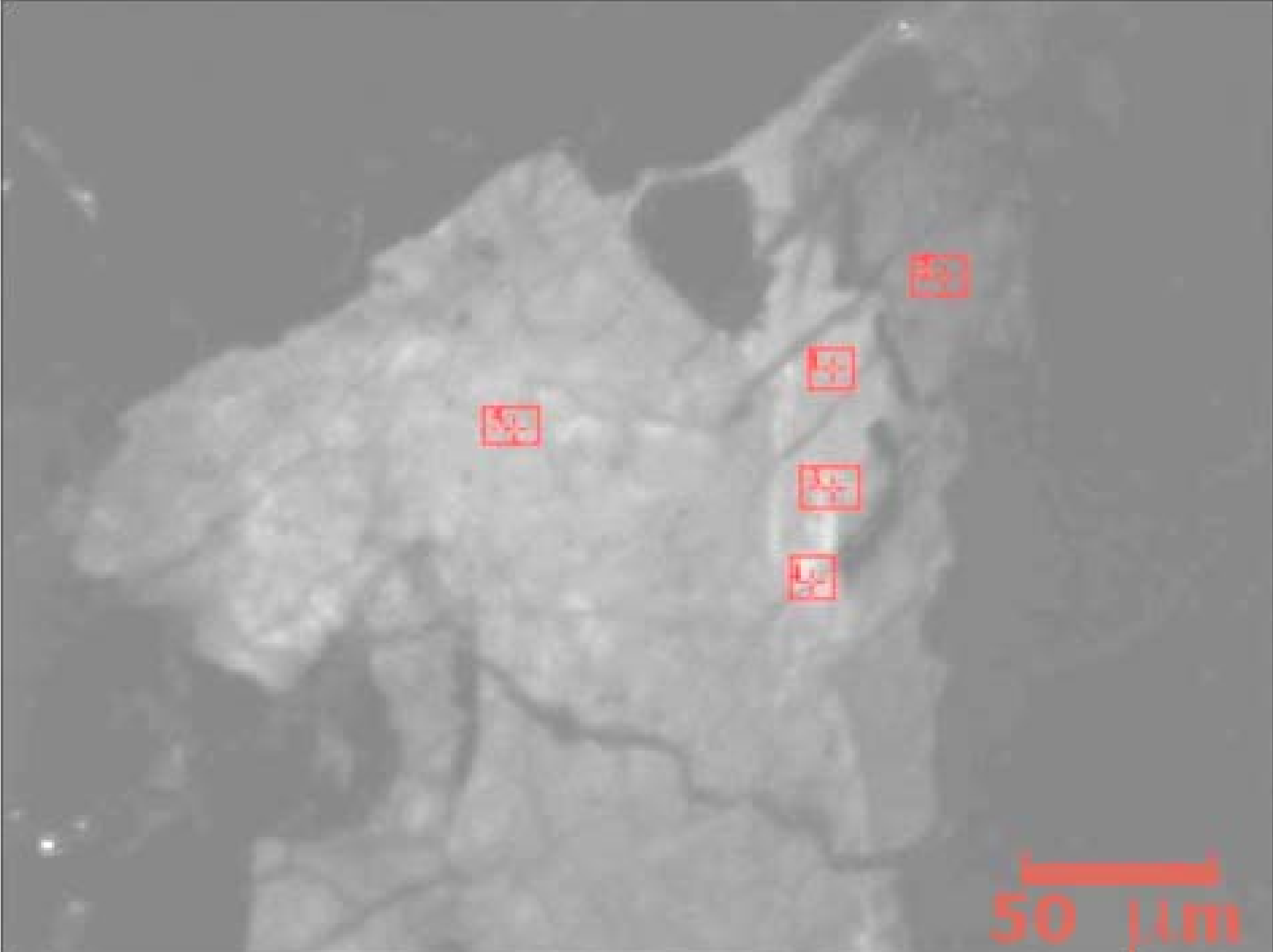


- L'identification de la forme de silice est importante : informations sur l'intensité du choc.

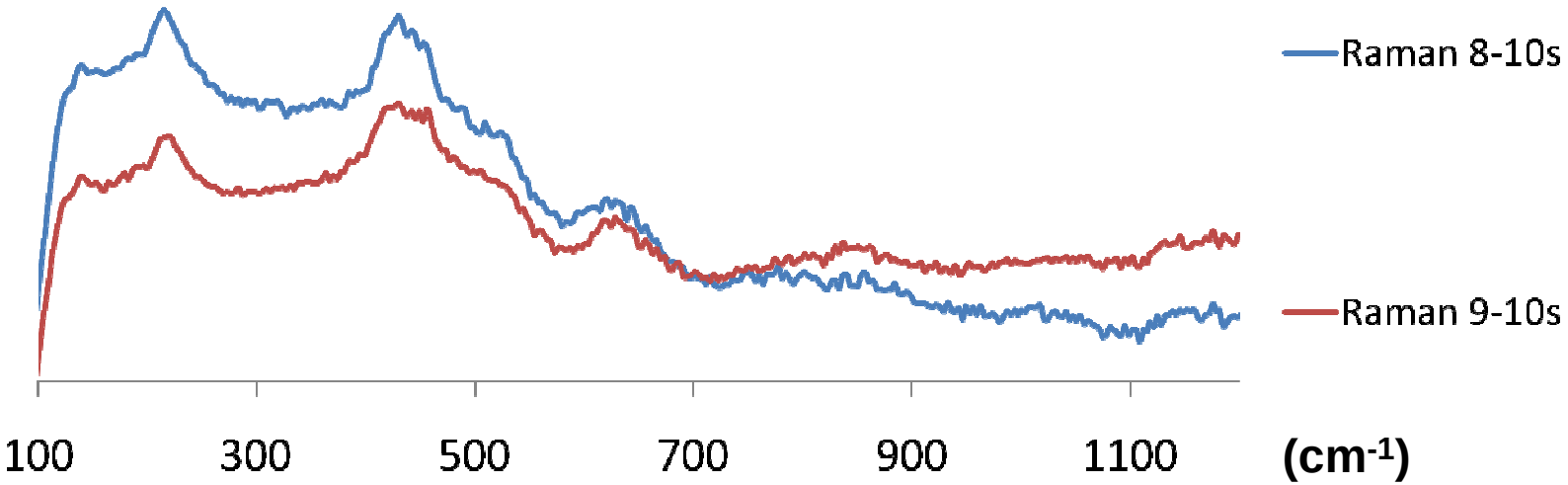
Exemple : météorite lunaire NWA 4734

- Composition basaltique :
- anorthite, clinopyroxène,
- silice, ilmenite, phosphates …

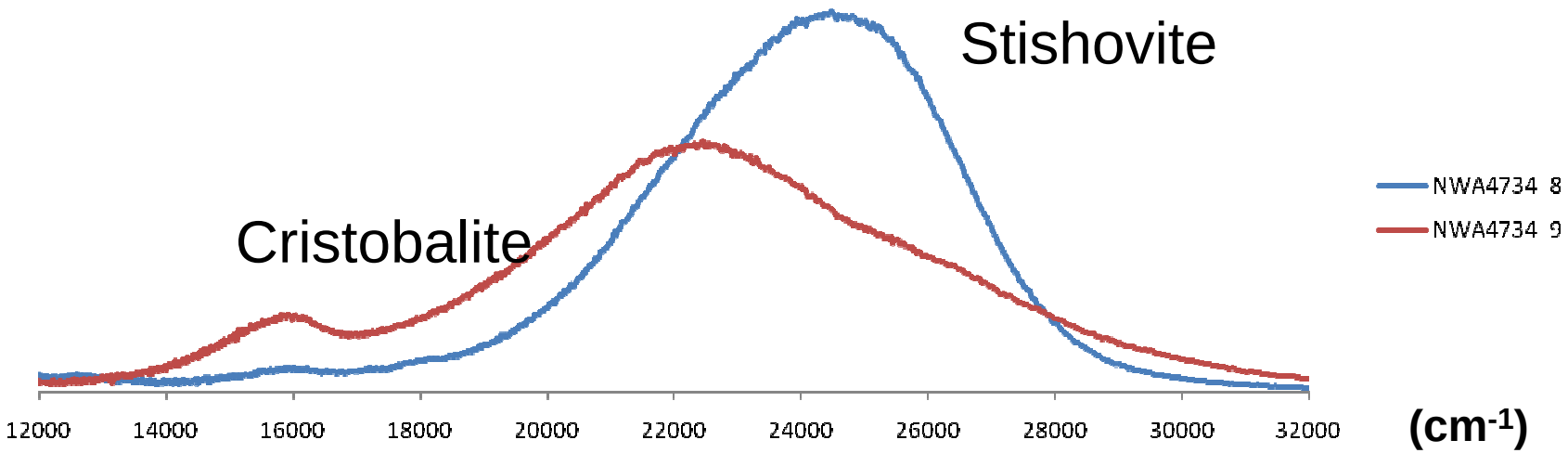



50 µm

Spectres Raman de cristobalite



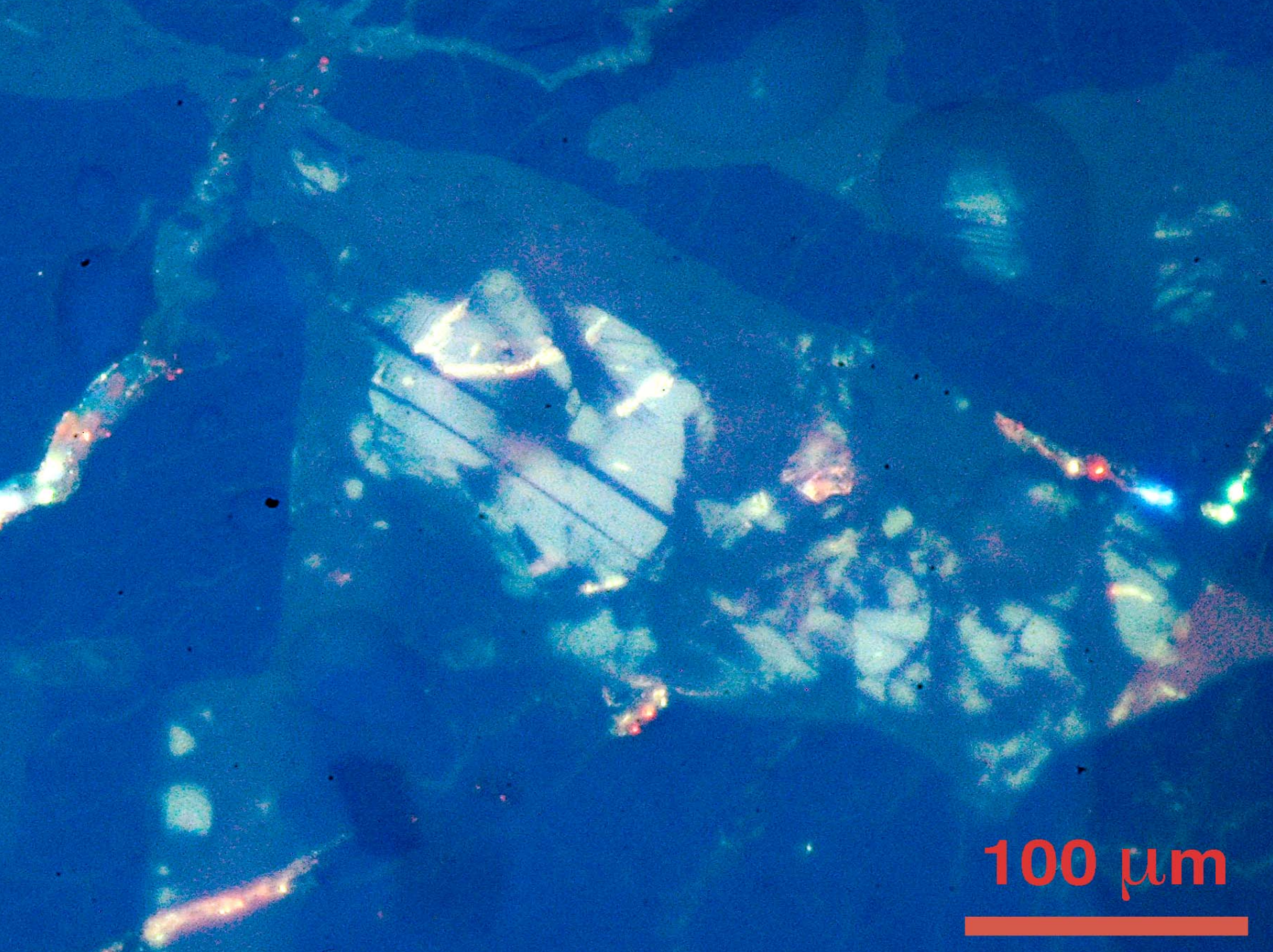
Spectres de cathodoluminescence



Spéciation de l'anorthite : $CaAl_2Si_2O_8$

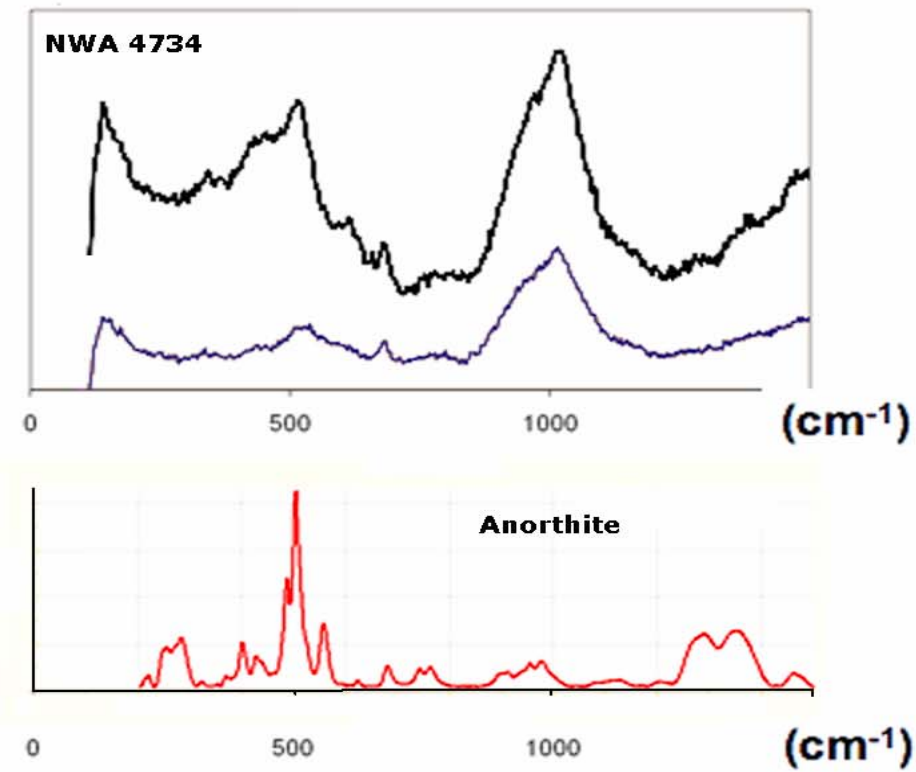
- Anorthite
- Maskelynite : vitrification par le choc

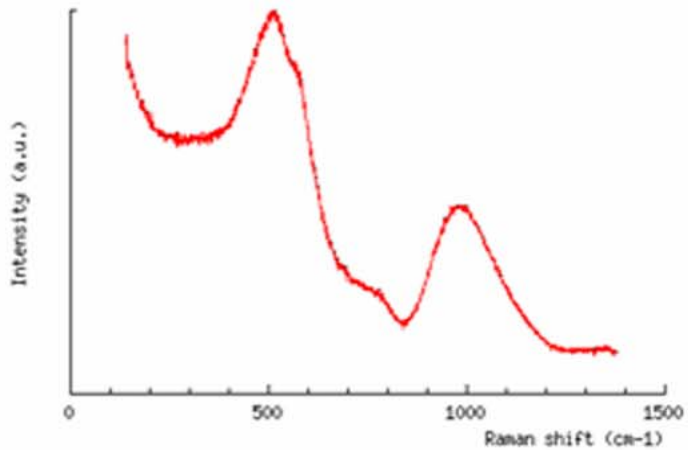
- Exemple : météorite lunaire NWA 4734


100 μm

Anorthite partiellement vitrifiée

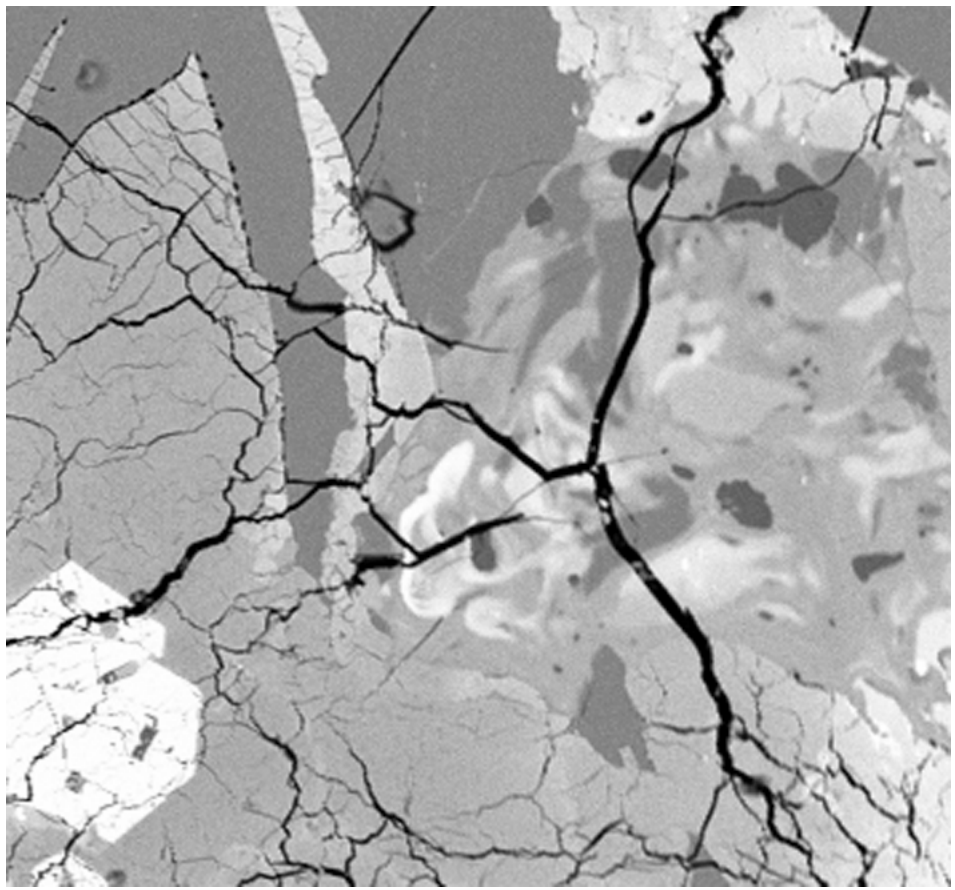
Verre d'anorthite (Raman)



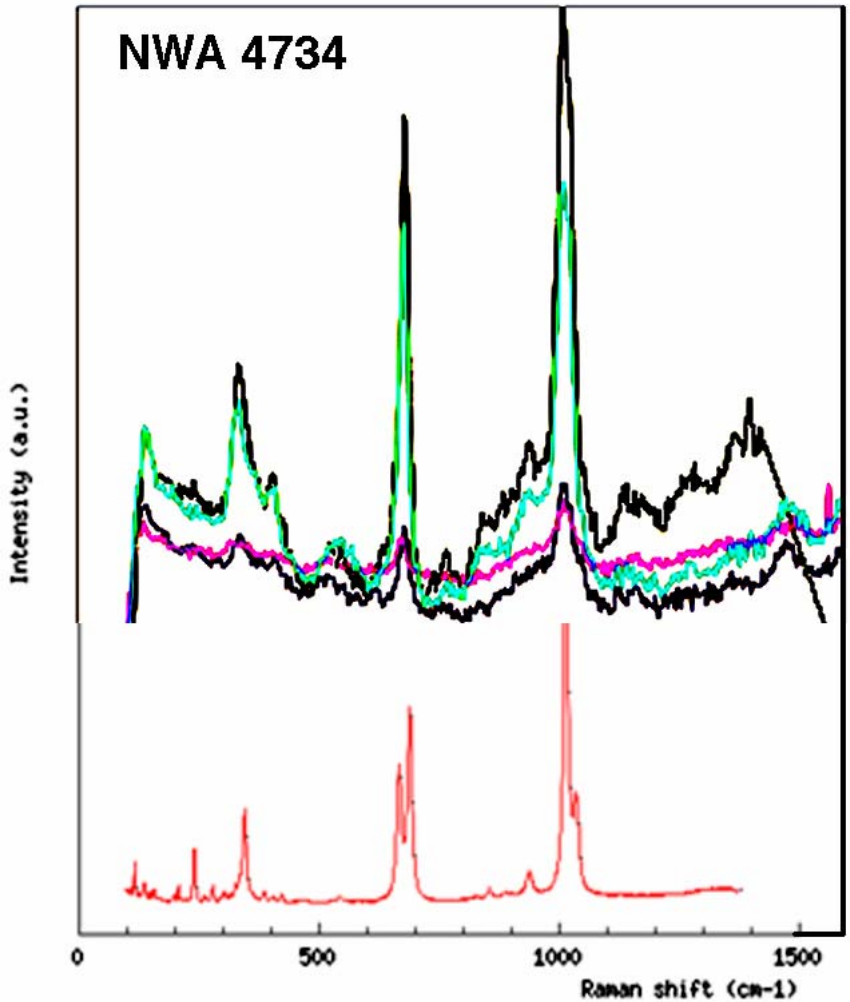


Raman spectrum of **anorthite glass** collected with 514.5 nm exciting line by Laboratoire de Sciences de la Terre ENS-Lyon

Poches de fusion : comportement du pyroxène



Alteration de la structure du pyroxène



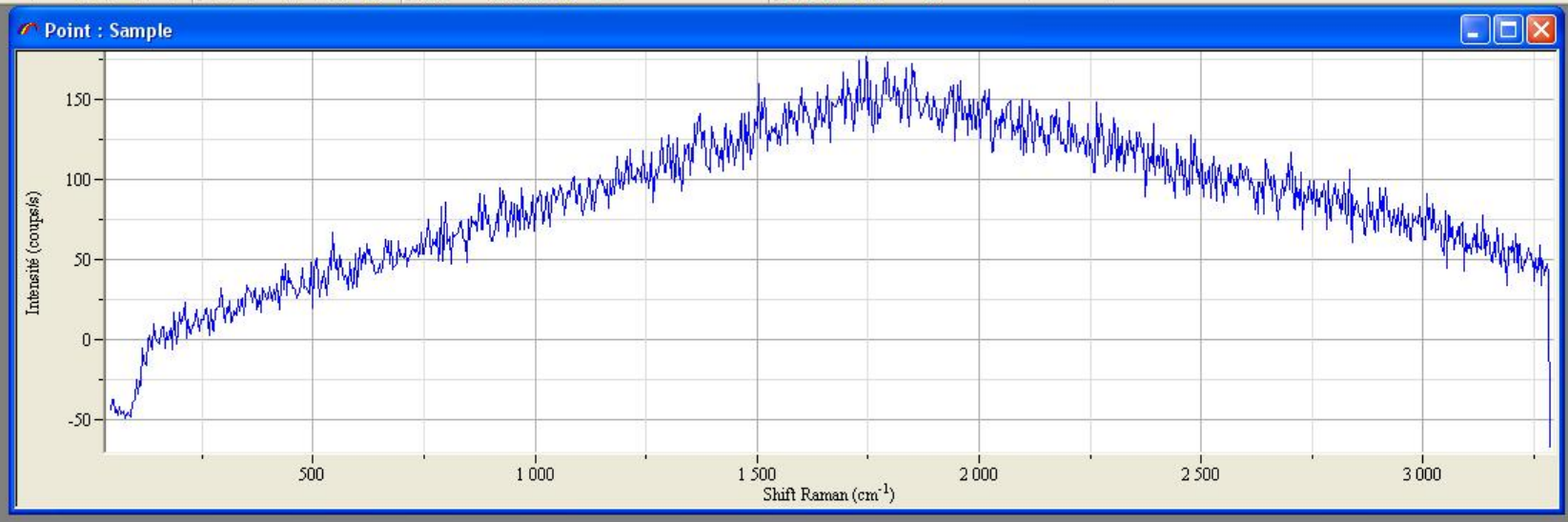
Cartographie Hyperspectrale

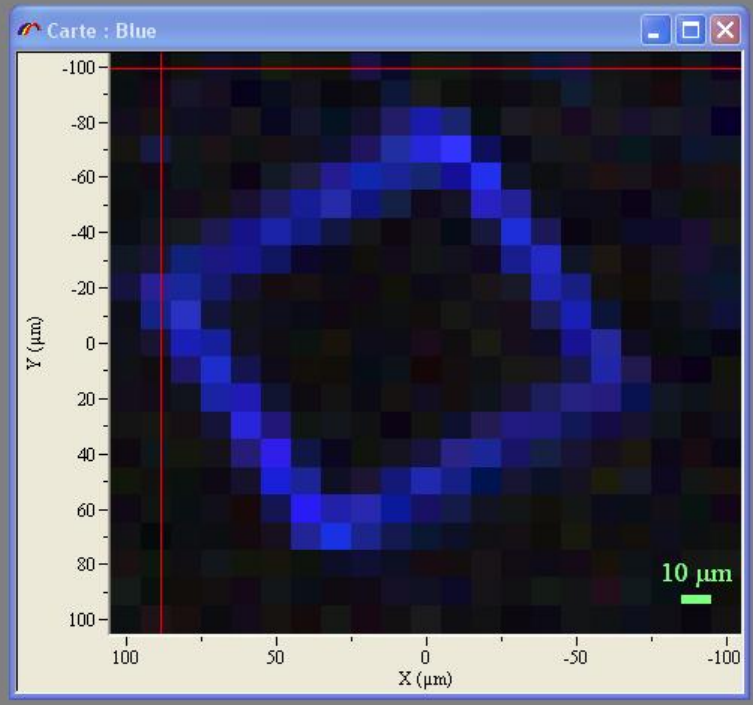
- Exemple : Plaque de silicium avec masque d'aluminium.
- Cartographie hyperspectrale, 20x20 pixels de 10x10 μm^2
- Image en zone d'intérêt

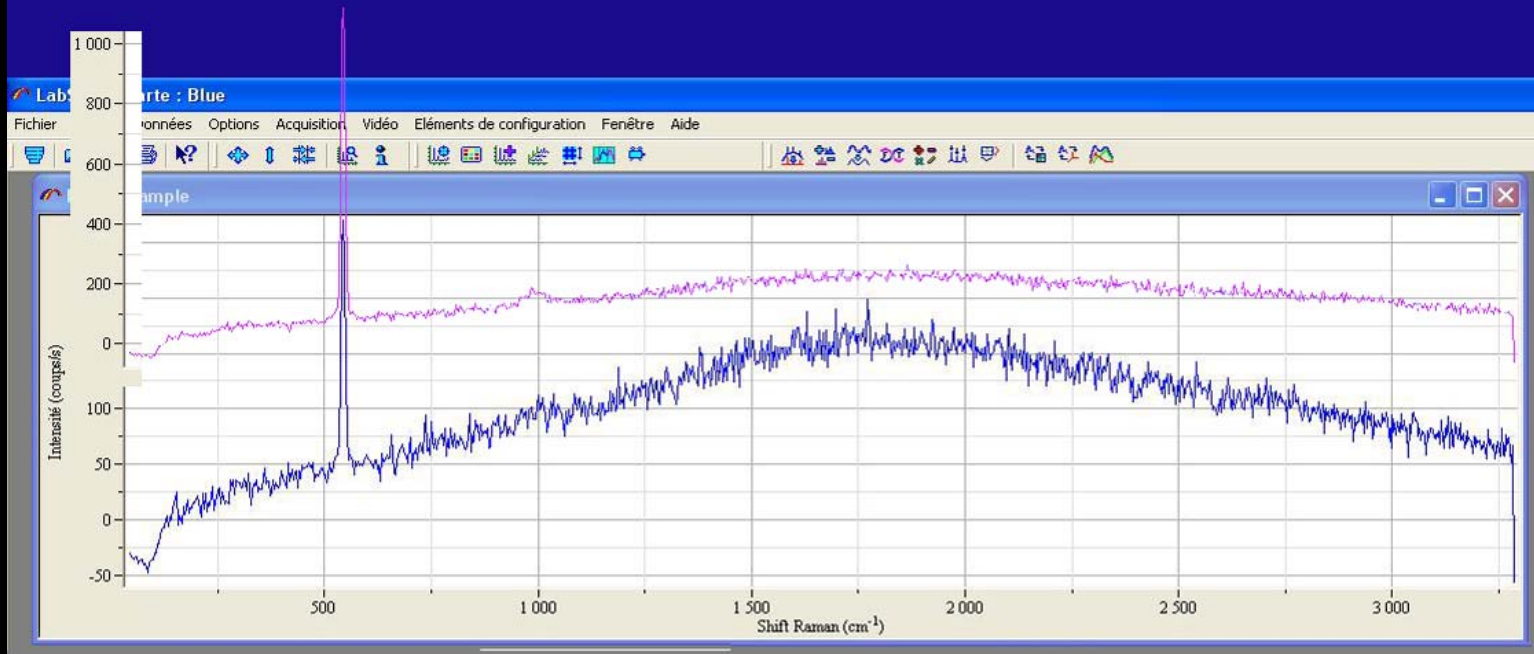

20 µm
EHT = 25.00 kV
WD = 17.0 mm
Signal A = SE2
Vacuum Mode = High Vacuum
Date :25 Jun 2011
Mag = 220 X

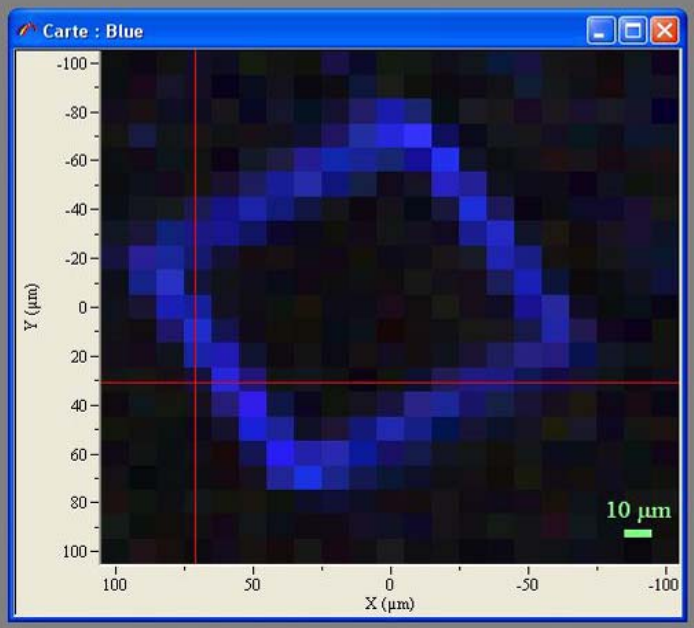
LabSpec - Point : Sample

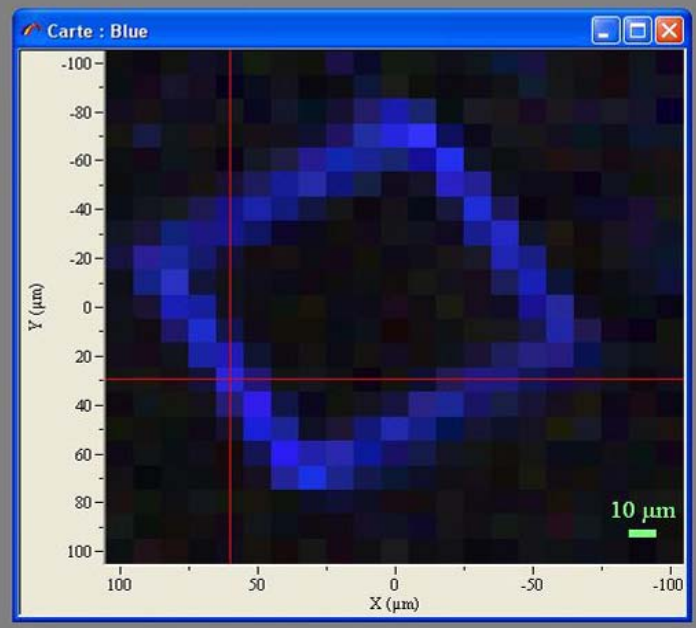
Fichier Edition Données Options Acquisition Vidéo Eléments de configuration Fenêtre Aide






Intensité (coups/s)
Shift Raman (cm-1)

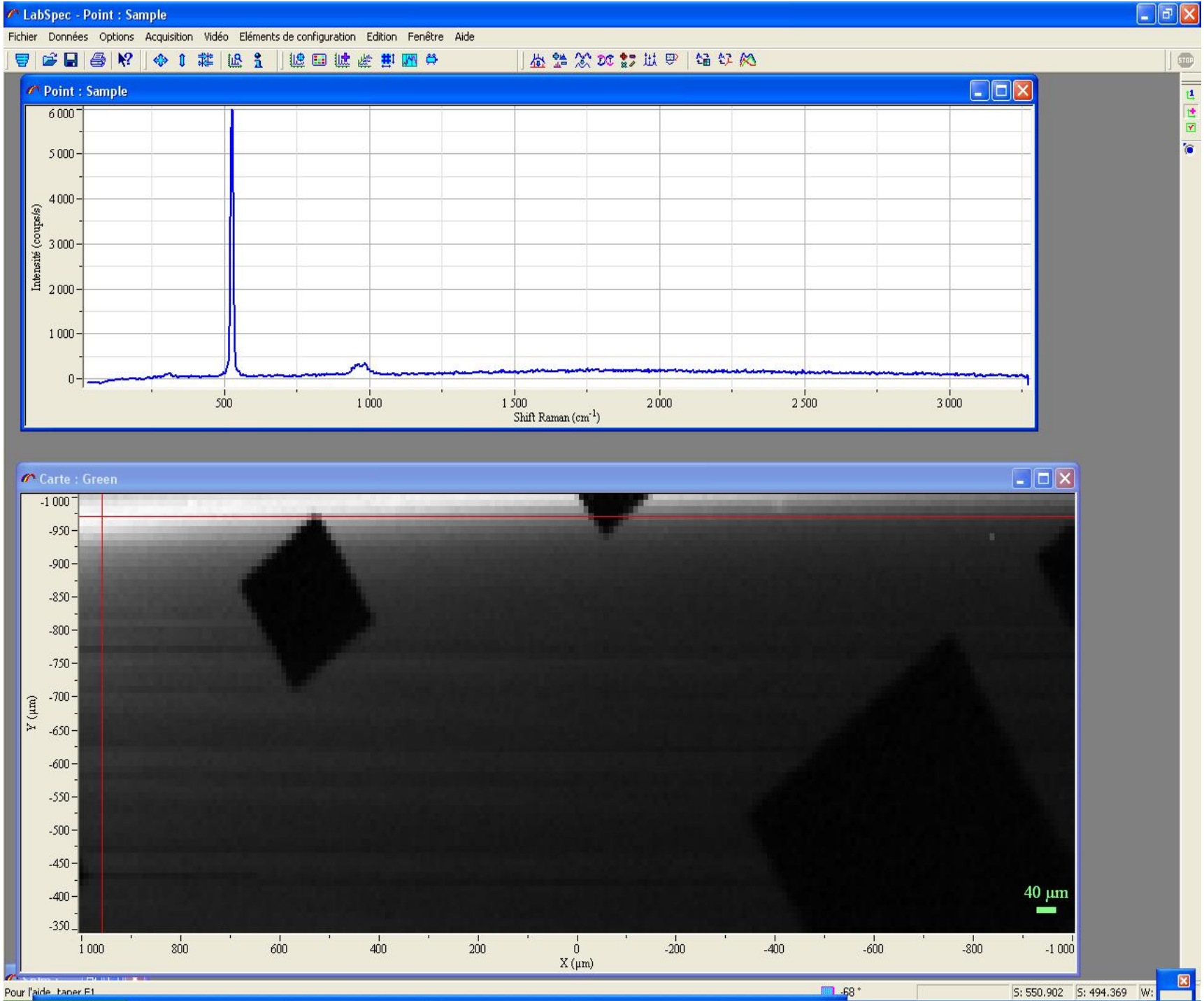

Carte : Blue
Y (µm)
X (µm)
10 µm


Carte : Blue
Y (µm)
X (µm)
10 µm

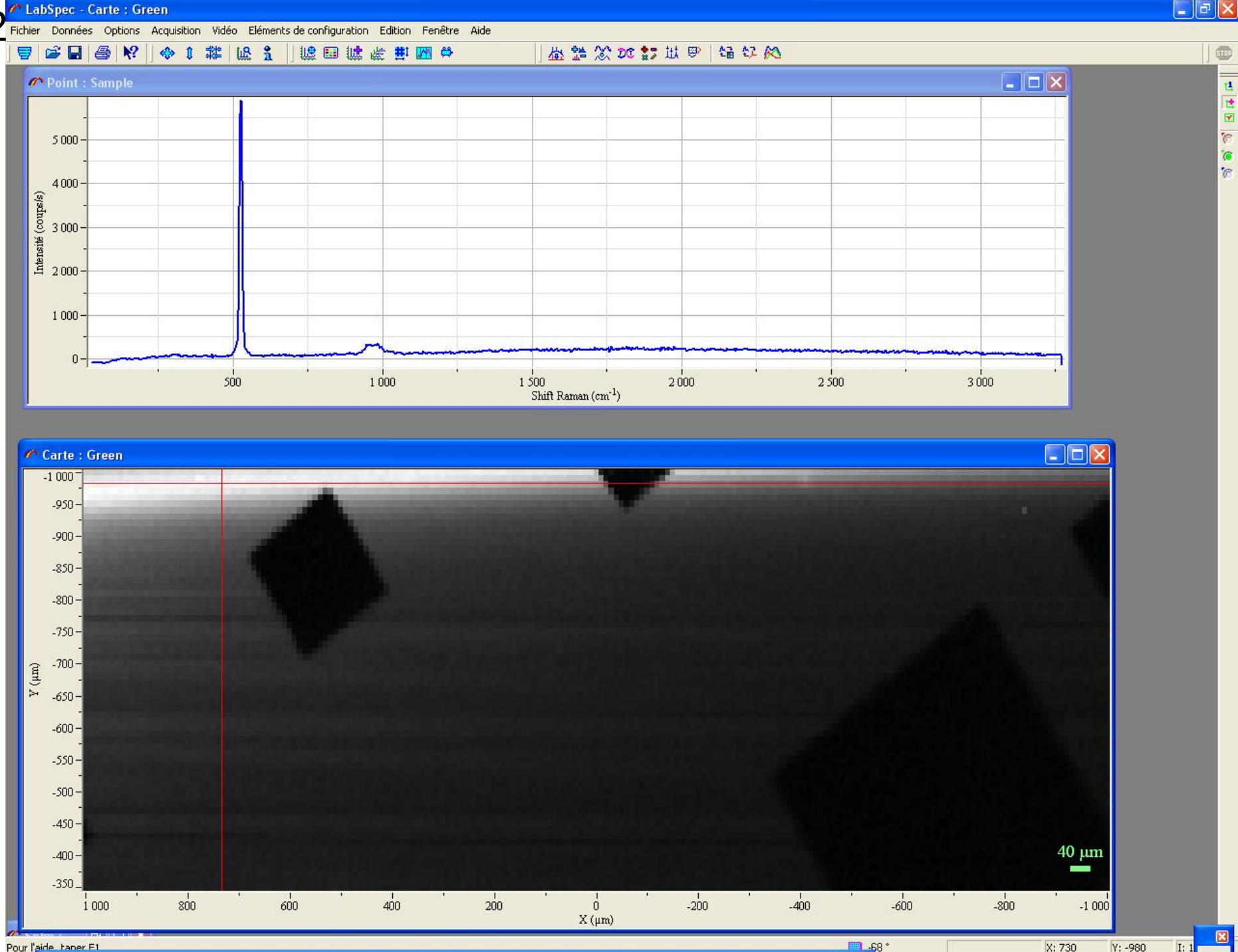
Problèmes de focalisation

- Exemple : Défaut de focalisation de 60 microns due à l'orientation.
- Plaque de silicium avec masque d'aluminium.
- Cartographie hyperspectrale, 200x80 pixels de 10x10 μm^2
- Image en zone d'intérêt

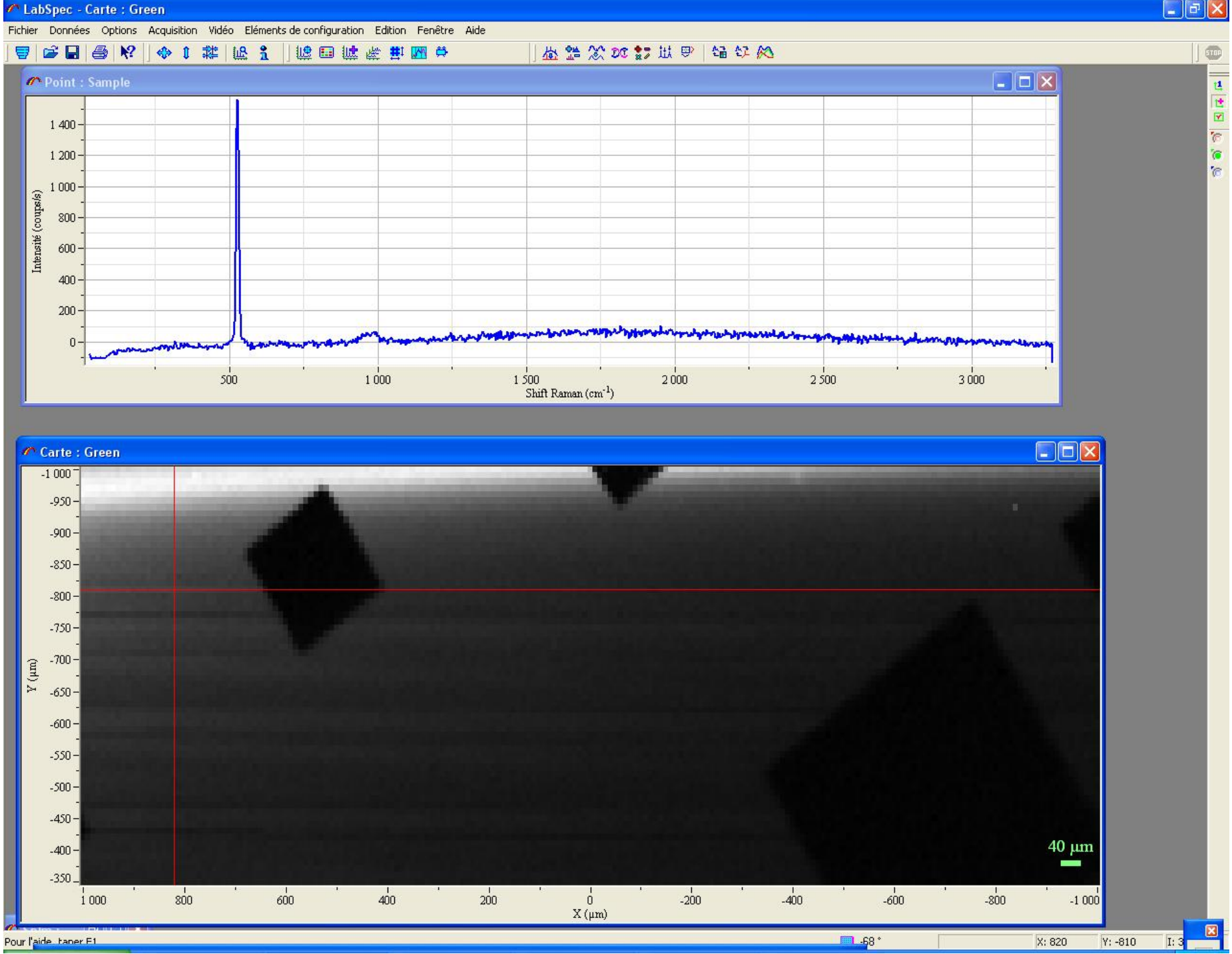
1


LabSpec - Point : Sample
Fichier Données Options Acquisition Vidéo Eléments de configuration Edition Fenêtre Aide
Point : Sample
Intensité (coups/s)
6 000
5 000
4 000
3 000
2 000
1 000
0
500
1 000
1 500
2 000
2 500
3 000
Shift Raman (cm-1)
Carte : Green
Y (µm)
-1 000
-950
-900
-850
-800
-750
-700
-650
-600
-550
-500
-450
-400
-350
1 000
800
600
400
200
0
-200
-400
-600
-800
-1 000
X (µm)
40 µm
Pour l'aide, taper F1
S: 550.902
S: 494.369
W:

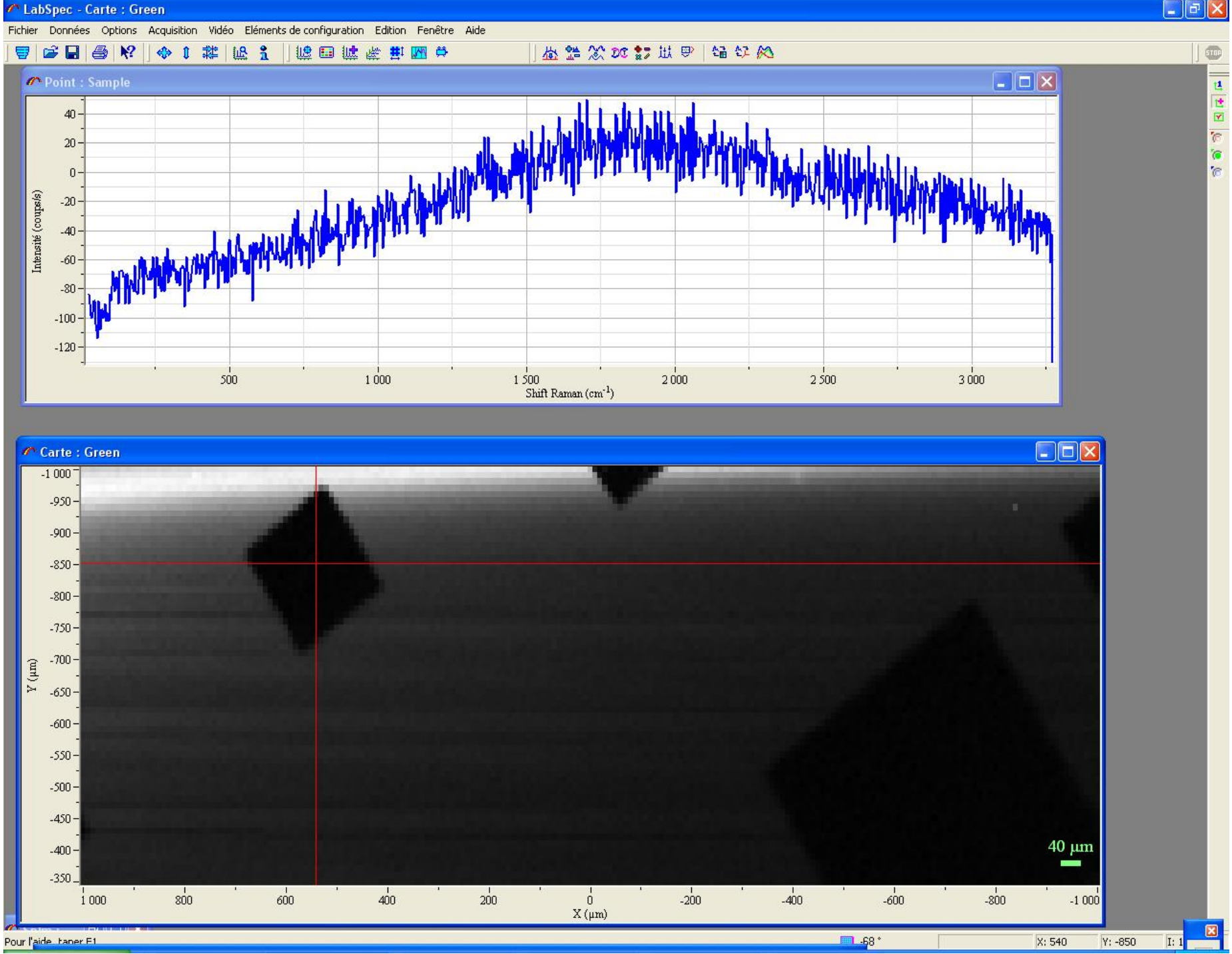
2


LabSpec - Carte : Green
Fichier Données Options Acquisition Vidéo Eléments de configuration Edition Fenêtre Aide
Point : Sample
Intensité (coups/s)
5 000
4 000
3 000
2 000
1 000
0
500
1 000
1 500
2 000
2 500
3 000
Shift Raman (cm-1)
Carte : Green
Y (µm)
-1 000
-950
-900
-850
-800
-750
-700
-650
-600
-550
-500
-450
-400
-350
1 000
800
600
400
200
0
-200
-400
-600
-800
-1 000
X (µm)
40 µm
Pour l'aide, taper F1
-68 °
X: 730
Y: -980

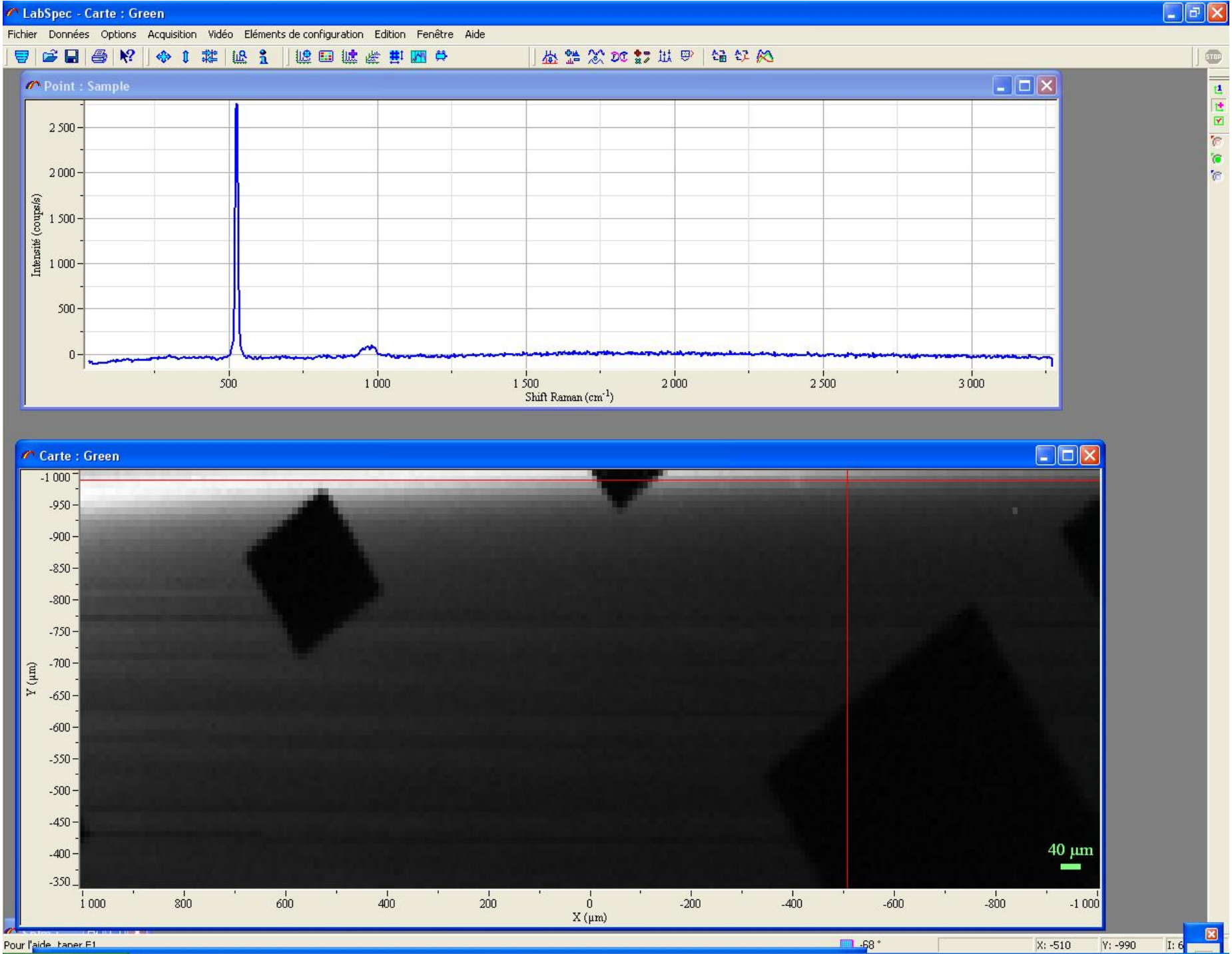
3


LabSpec - Carte : Green
Fichier Données Options Acquisition Vidéo Eléments de configuration Edition Fenêtre Aide
Point : Sample
Intensité (coups/s)
Shift Raman (cm-1)
Carte : Green
Y (µm)
X (µm)
40 µm
Pour l'aide, taper F1
X: 820
Y: -810

4


LabSpec - Carte : Green
Fichier Données Options Acquisition Vidéo Eléments de configuration Edition Fenêtre Aide
Point : Sample
Intensité (coups/s)
Shift Raman (cm-1)
Carte : Green
Y (µm)
X (µm)
40 µm
Pour l'aide, taper F1
X: 540
Y: -850

6

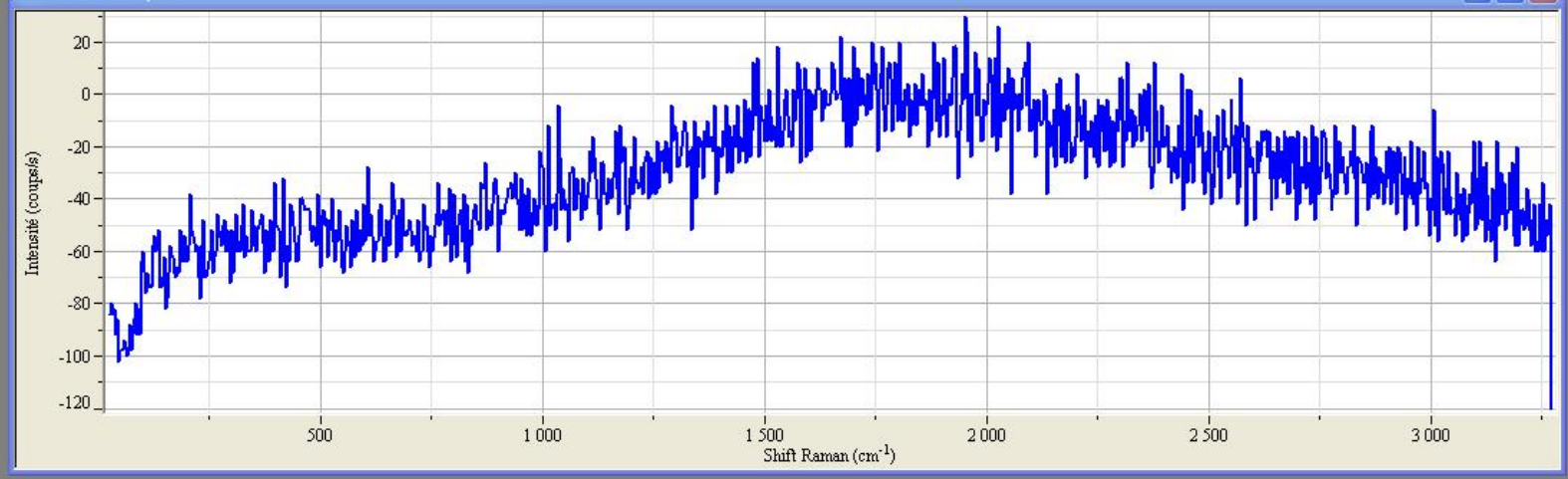

LabSpec - Carte : Green
Fichier Données Options Acquisition Vidéo Eléments de configuration Edition Fenêtre Aide
Point : Sample
Intensité (coups/s)
Shift Raman (cm-1)
Carte : Green
Y (µm)
X (µm)
40 µm
Pour l'aide, taper F1
X: -510
Y: -990

7

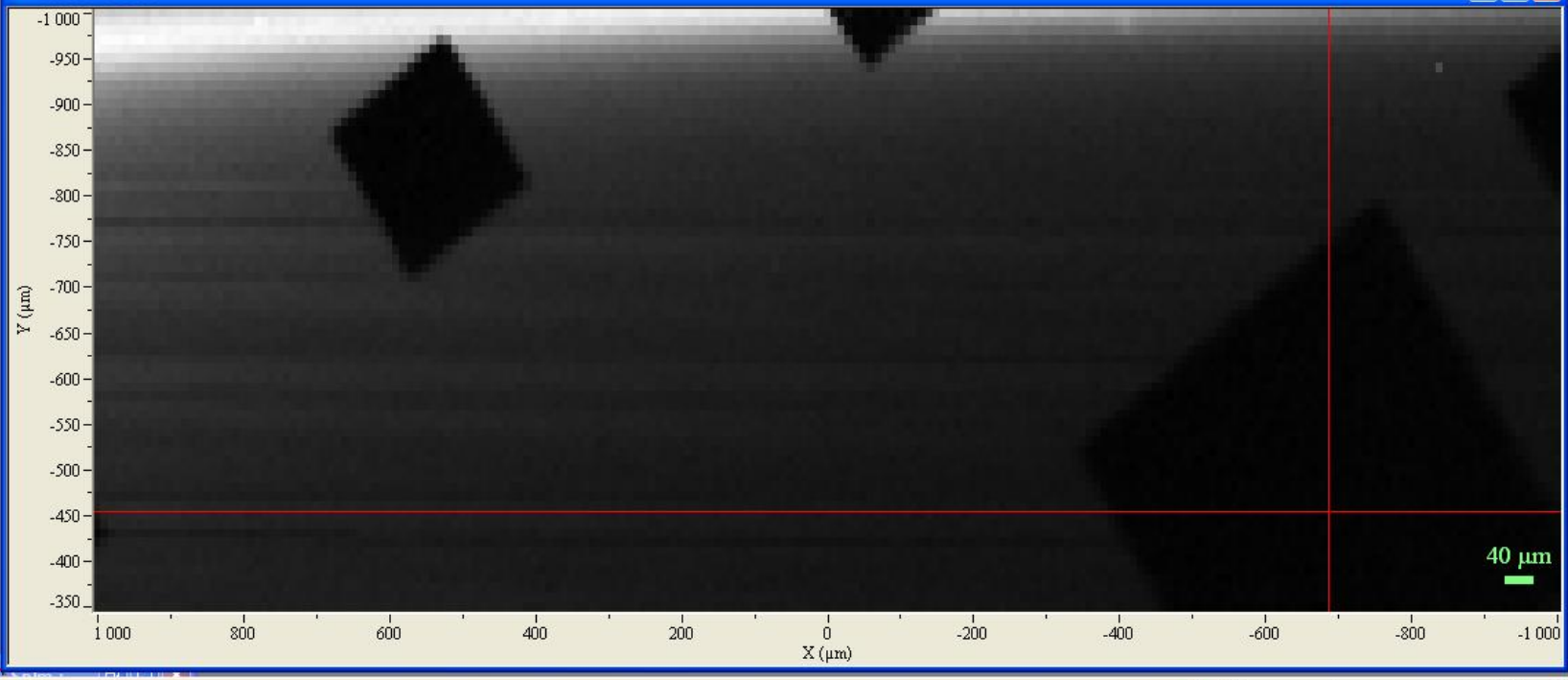
LabSpec - Carte : Green

Fichier Données Options Acquisition Vidéo Eléments de configuration Edition Fenêtre Aide

Point : Sample



Carte : Green



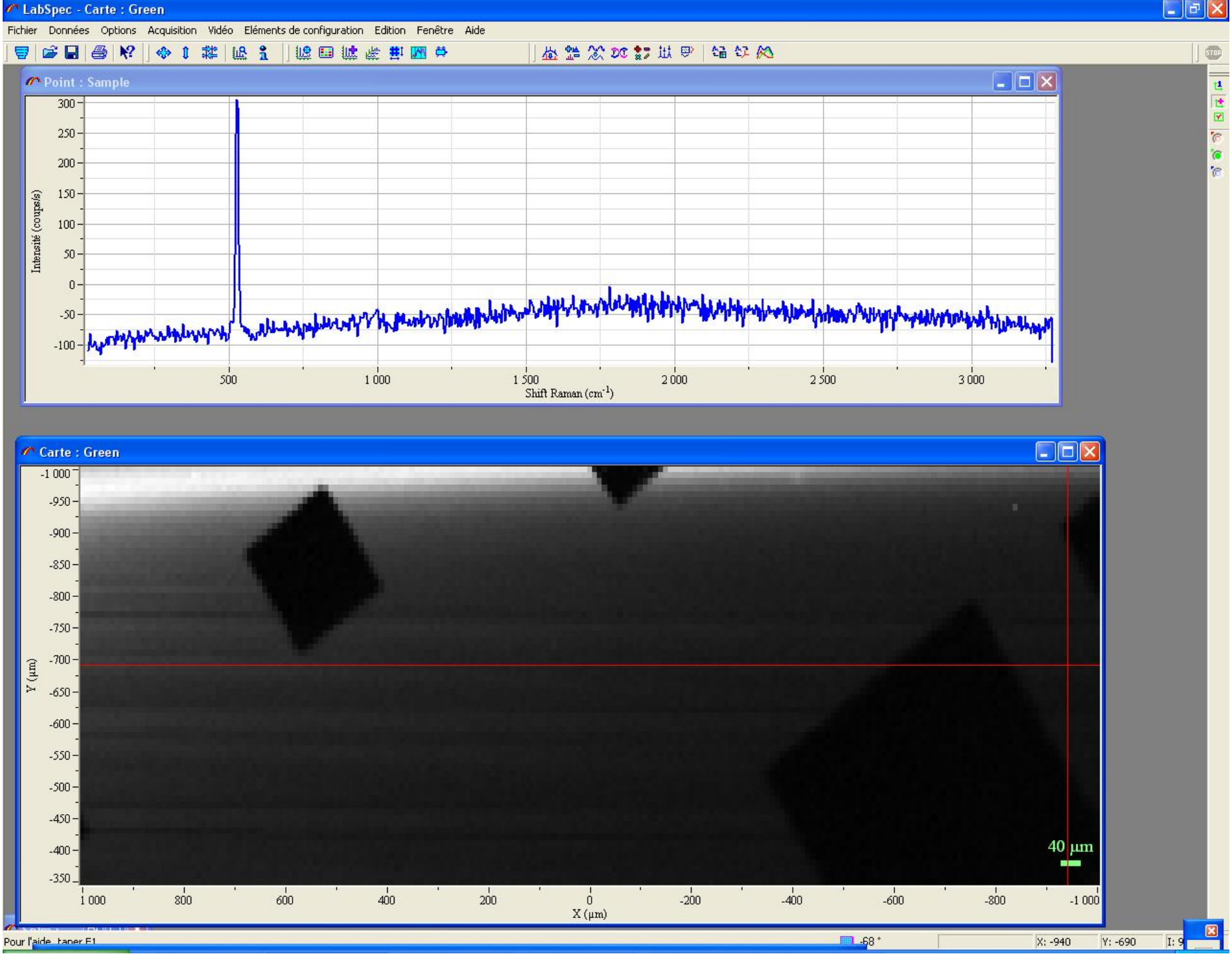
Pour l'aide, taper F1

-68 °

X: -690

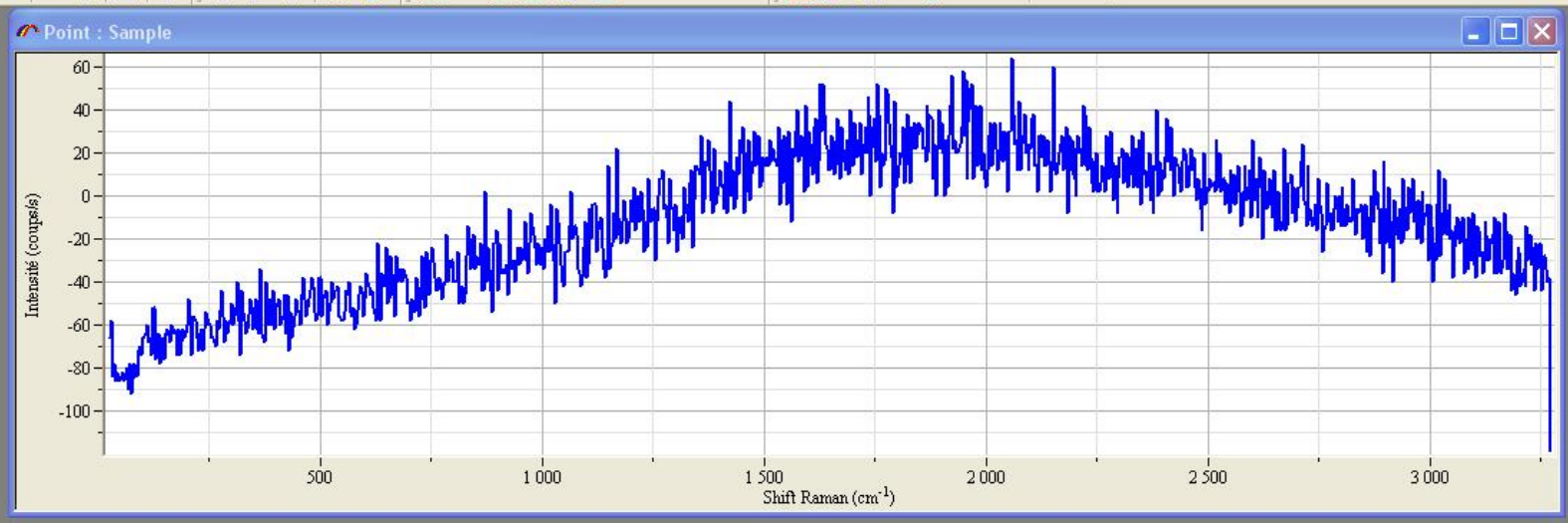
Y: -460

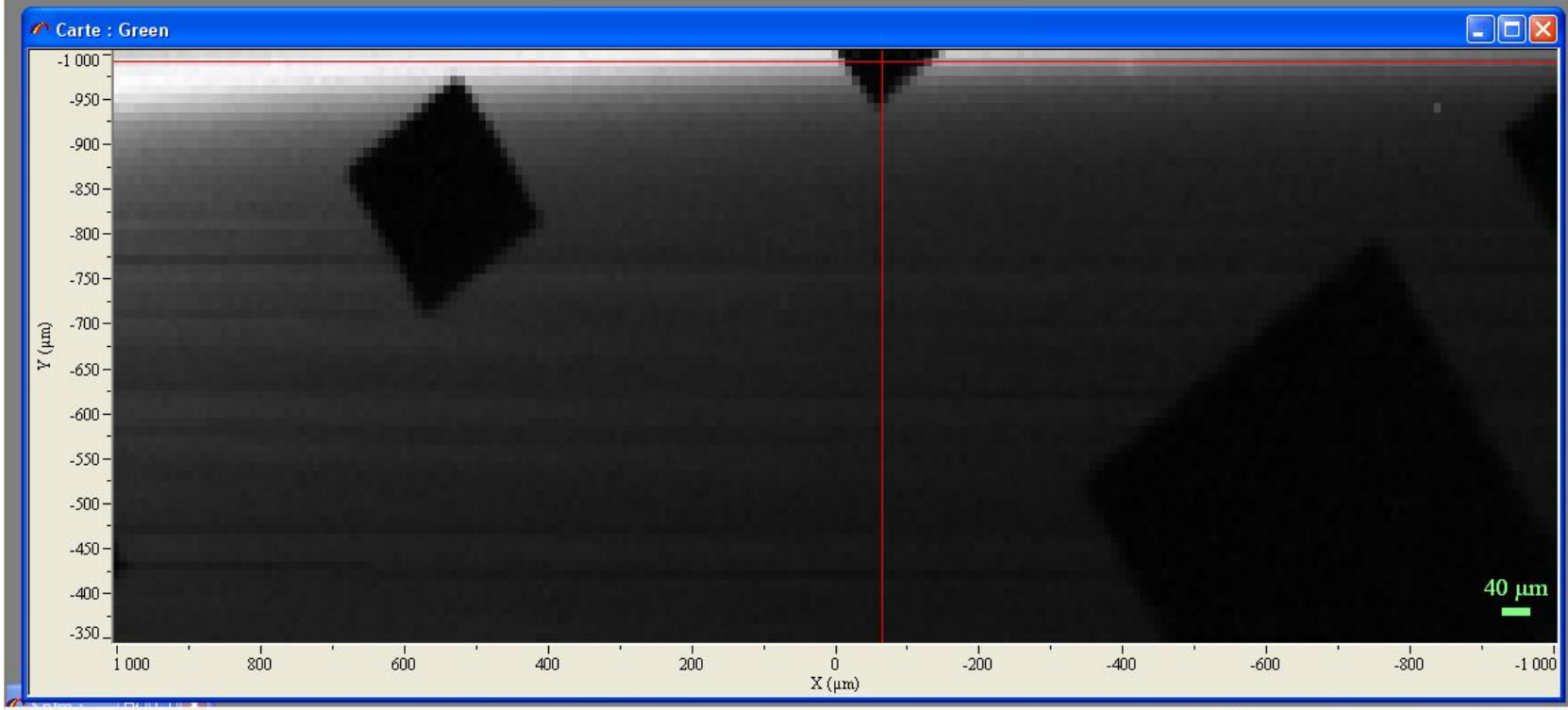
9


LabSpec - Carte : Green
Fichier Données Options Acquisition Vidéo Eléments de configuration Edition Fenêtre Aide
Point : Sample
Intensité (coups/s)
300
250
200
150
100
50
0
-50
-100
500
1 000
1 500
2 000
2 500
3 000
Shift Raman (cm-1)
Carte : Green
Y (µm)
-1 000
-950
-900
-850
-800
-750
-700
-650
-600
-550
-500
-450
-400
-350
1 000
800
600
400
200
0
-200
-400
-600
-800
-1 000
X (µm)
40 µm
Pour l'aide, taper F1
-68 °
X: -940
Y: -690

LabSpec - Carte : Green

Fichier Données Options Acquisition Vidéo Eléments de configuration Edition Fenêtre Aide





Pour l'aide, taper F1

-68 °

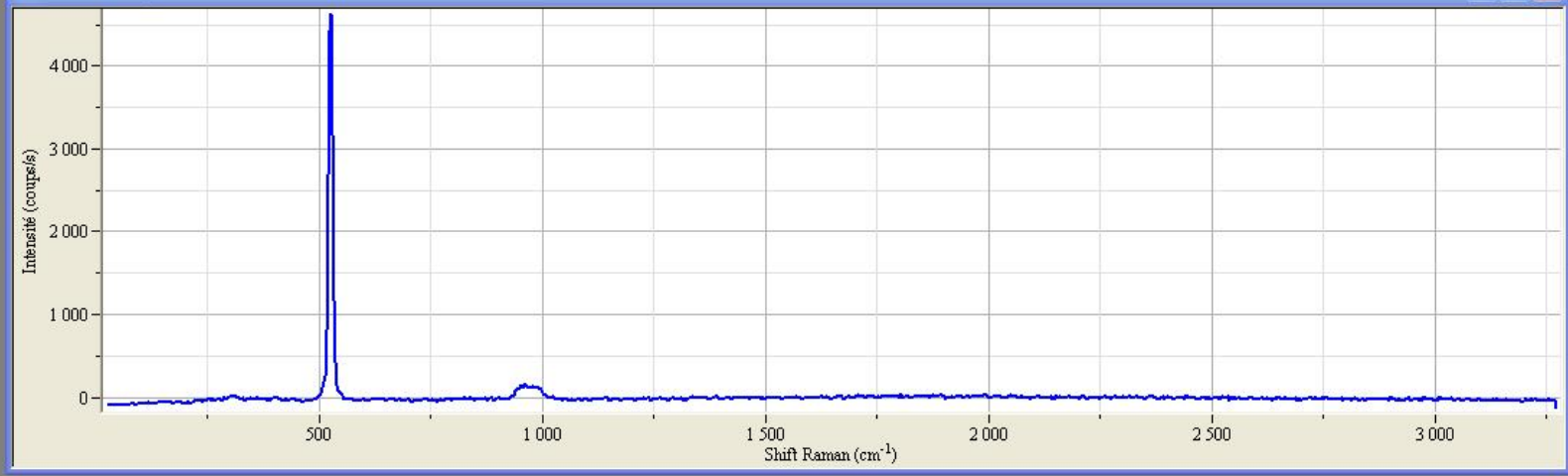
X: -60

Y: -990

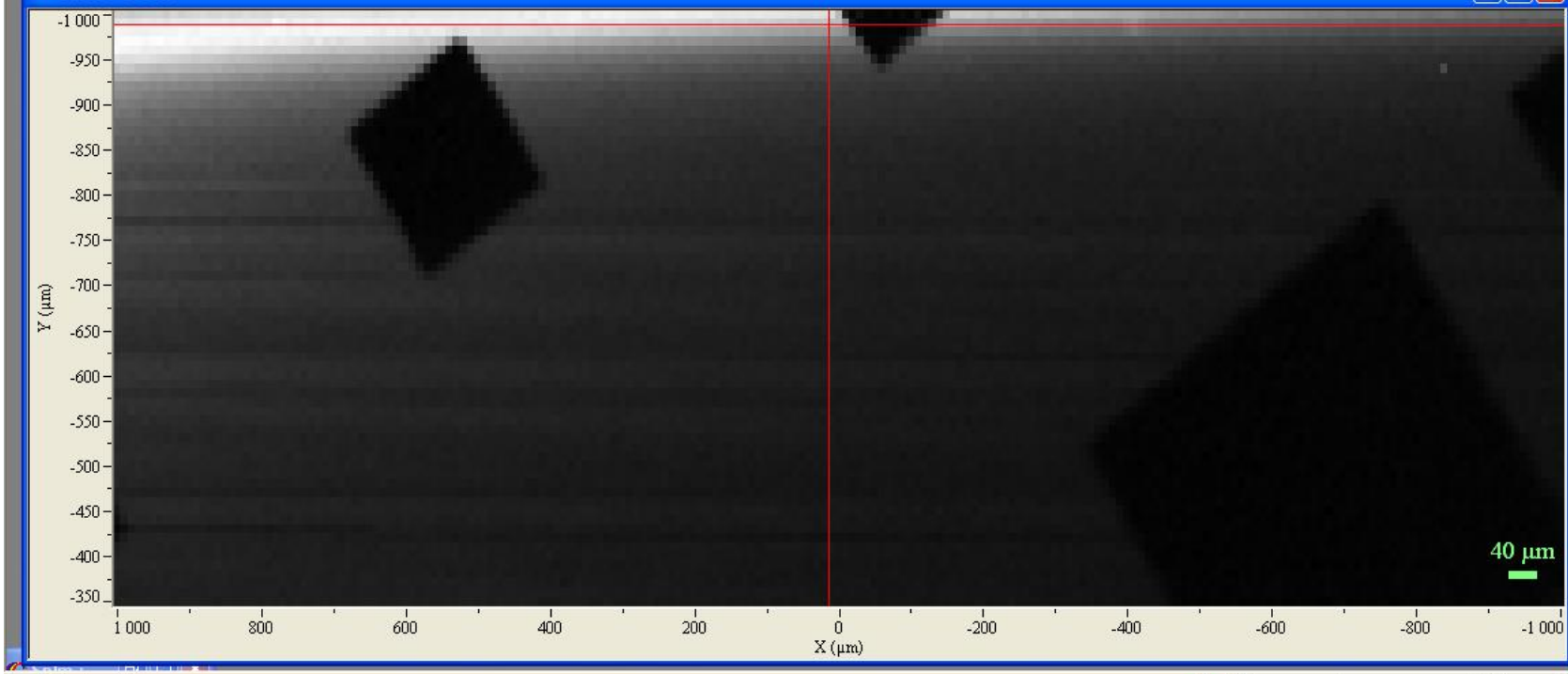
LabSpec - Carte : Green

Fichier Données Options Acquisition Vidéo Eléments de configuration Edition Fenêtre Aide

Point : Sample



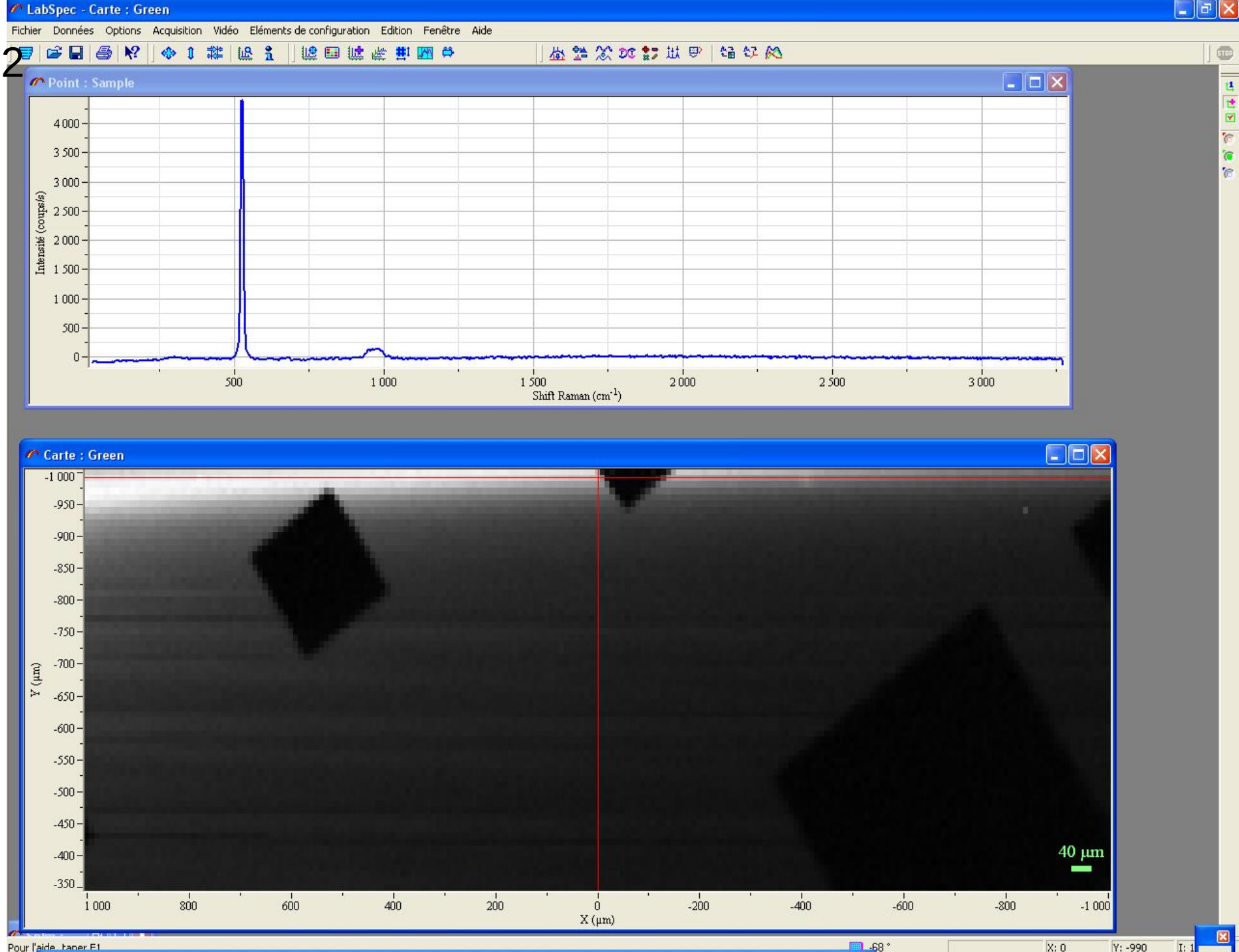
Carte : Green

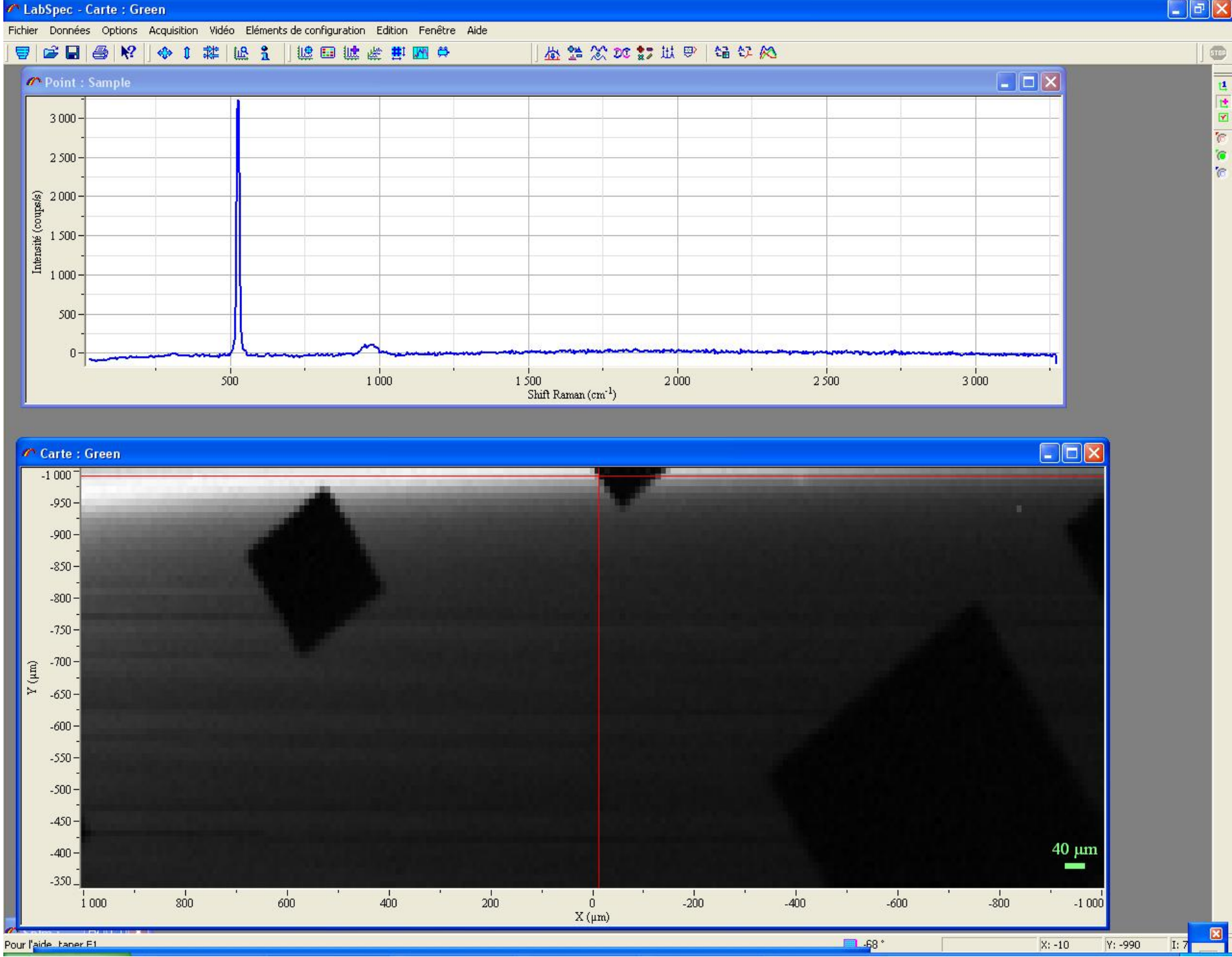


Pour l'aide, taper F1

-68 °

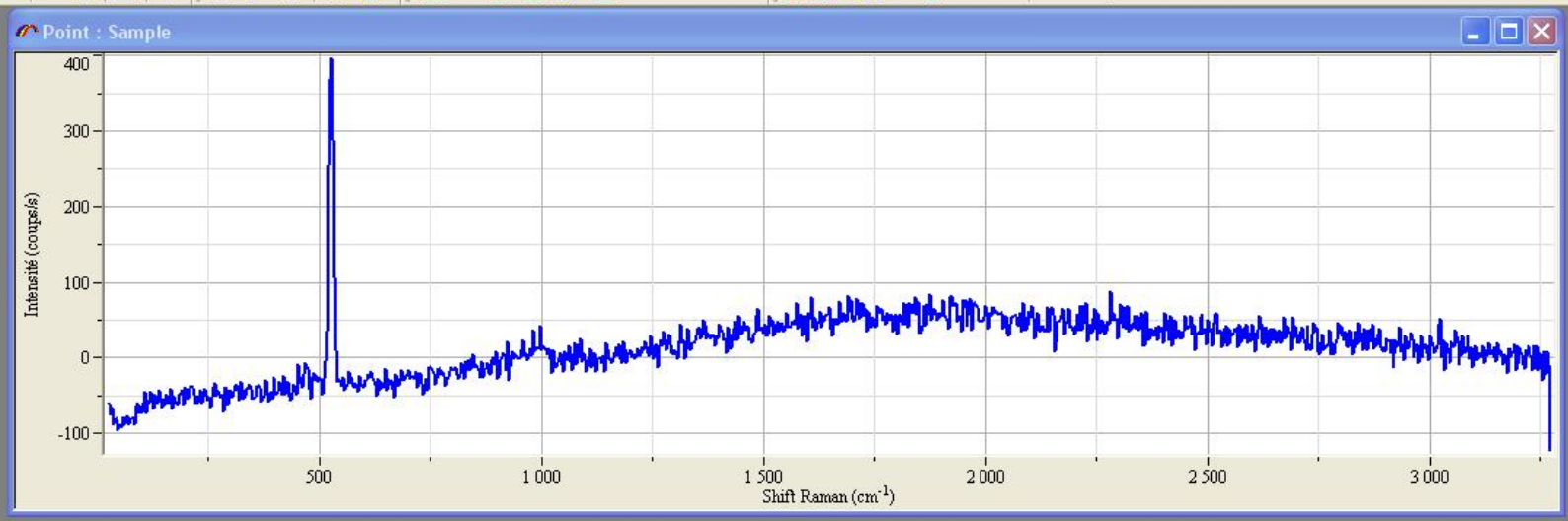
X: 20 Y: -990 I: 1

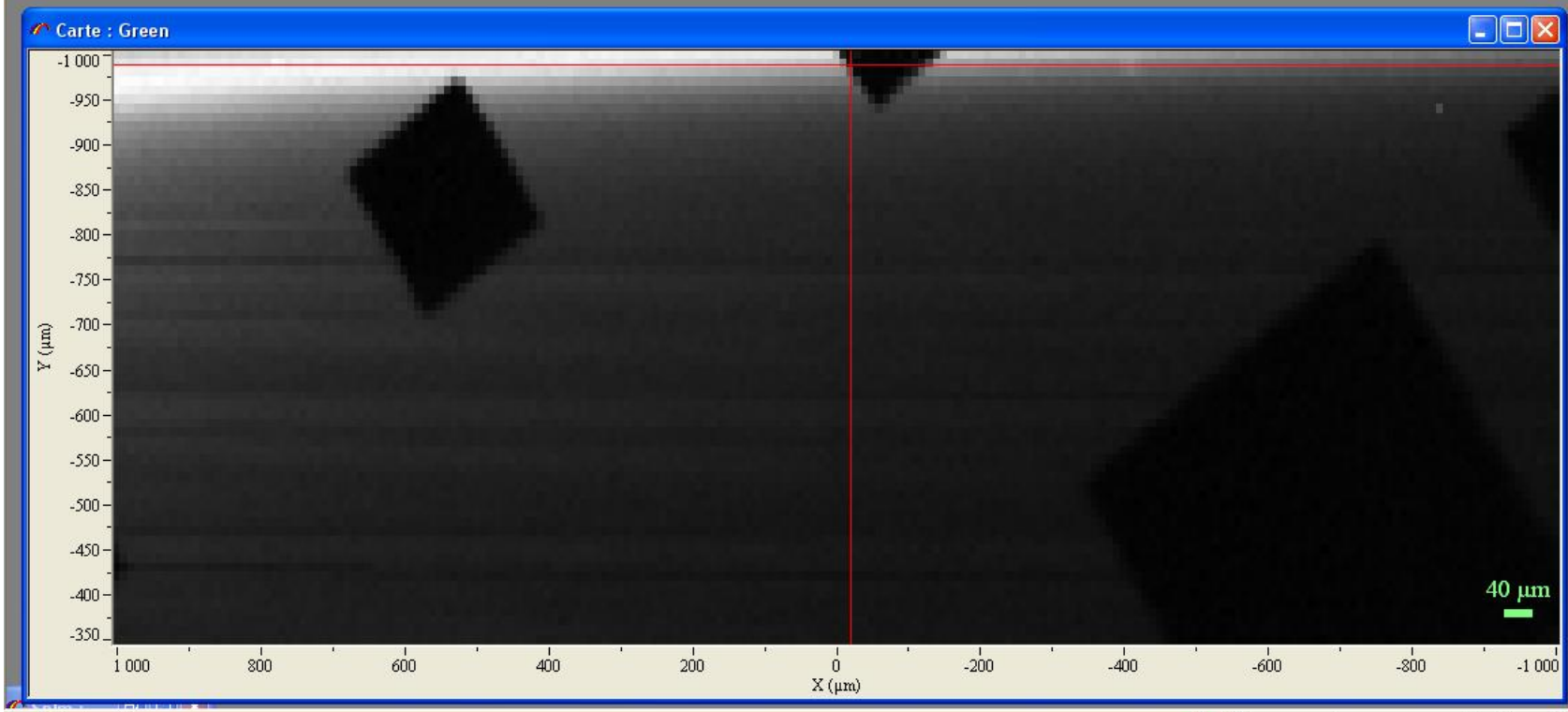

LabSpec - Carte : Green
Fichier Données Options Acquisition Vidéo Eléments de configuration Edition Fenêtre Aide
Point : Sample
Intensité (coups/s)
4 000
3 500
3 000
2 500
2 000
1 500
1 000
500
0
500
1 000
1 500
2 000
2 500
3 000
Shift Raman (cm-1)
Carte : Green
Y (µm)
-1 000
-950
-900
-850
-800
-750
-700
-650
-600
-550
-500
-450
-400
-350
1 000
800
600
400
200
0
-200
-400
-600
-800
-1 000
X (µm)
40 µm
Pour l'aide, taper F1
-68 °
X: 0
Y: -990
I: 1


LabSpec - Carte : Green
Fichier Données Options Acquisition Vidéo Eléments de configuration Edition Fenêtre Aide
Point : Sample
Intensité (coups/s)
3 000
2 500
2 000
1 500
1 000
500
0
500
1 000
1 500
2 000
2 500
3 000
Shift Raman (cm-1)
Carte : Green
Y (µm)
-1 000
-950
-900
-850
-800
-750
-700
-650
-600
-550
-500
-450
-400
-350
X (µm)
1 000
800
600
400
200
0
-200
-400
-600
-800
-1 000
40 µm
Pour l'aide, taper F1
-68 °
X: -10
Y: -990

LabSpec - Carte : Green

Fichier Données Options Acquisition Vidéo Eléments de configuration Edition Fenêtre Aide





Pour l'aide, taper F1

-68 °

X: -20

Y: -990

Remèdes :

- Traitement de l’image
- Asservissement de la mise au point

Conclusions

- Maîtrise de la localisation : potentiellement meilleure qu'en optique
- Couplage cathodoluminescence …
- Problèmes de fluorescence: excitation lumineuse par le laser