

# Traitement des spectres en EDS

**Christine Gendarme**

**Université de Lorraine - Institut Jean Lamour - Nancy**

# Introduction : pourquoi un traitement des spectres ?

Traitement des spectres = à partir des données brutes (raies caractéristiques), il faut extraire l'information utile (aire des pics).

Pourquoi traiter un spectre EDS ?

- analyse qualitative
- analyse quantitative
- cartographie.

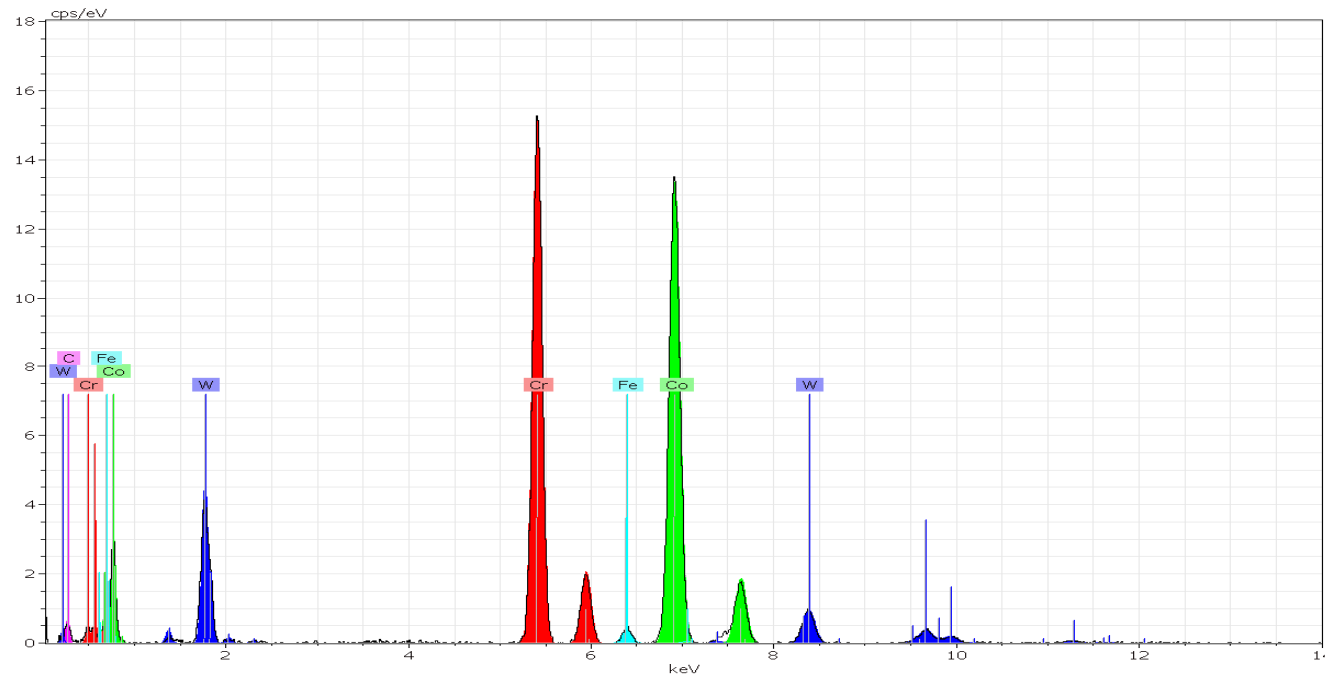
La qualité de l'analyse dépend très fortement de :

- \* la qualité de l'acquisition (conditions opératoires)
- \* du traitement du spectre.

# Introduction : les étapes du traitement

Quel type de traitement ?

- identification des raies des éléments présents
- identification des pics parasites
- soustraction du fond continu
- déconvolution des raies superposées
- extraction de l'intensité (aire) des pics.

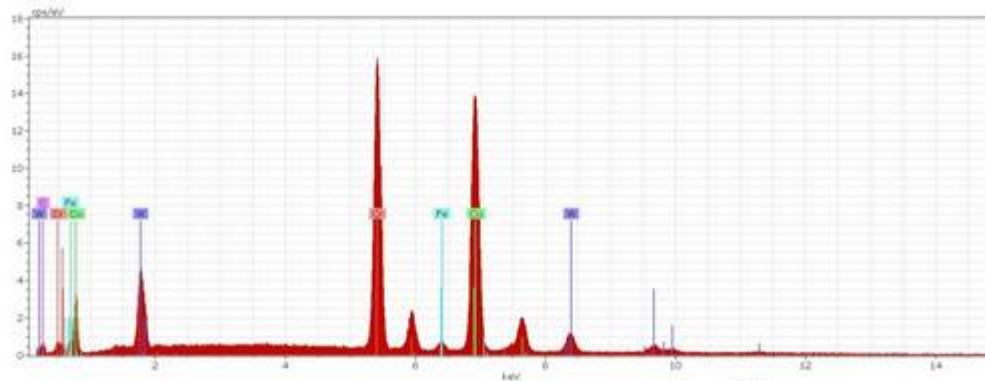


# Mais avant le traitement... l'acquisition du spectre !

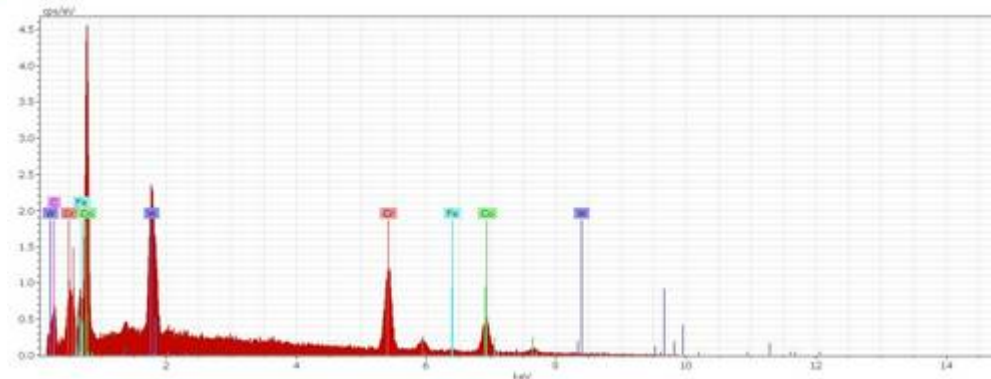
Le spectre n'aura pas la même « allure » en fonction des paramètres d'acquisition :

➔ à choisir donc avec précaution !

- \* l'étalonnage de la chaîne de mesure
- \* la gamme énergétique de visualisation
- \* la constante de temps
- \* la tension d'accélération des électrons.



spectre d'une stellite  
à 25 kV puis à 10 kV

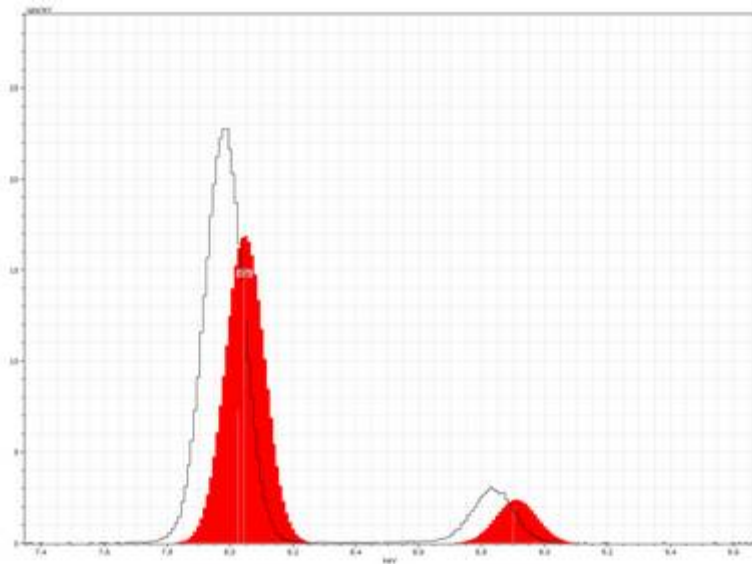


# Mais avant le traitement... l'acquisition du spectre !

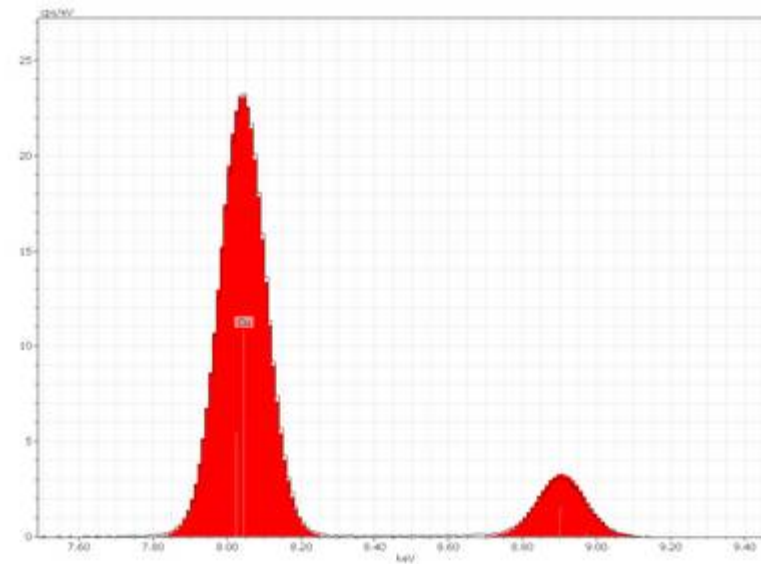
## 1 - Etalonnage de la chaîne de mesure

Le pic doit être à la « bonne » position.

Sinon :  
- erreur sur l'identification des raies  
- mauvaise détermination de l'aire sous le pic.



systeme mal calibré

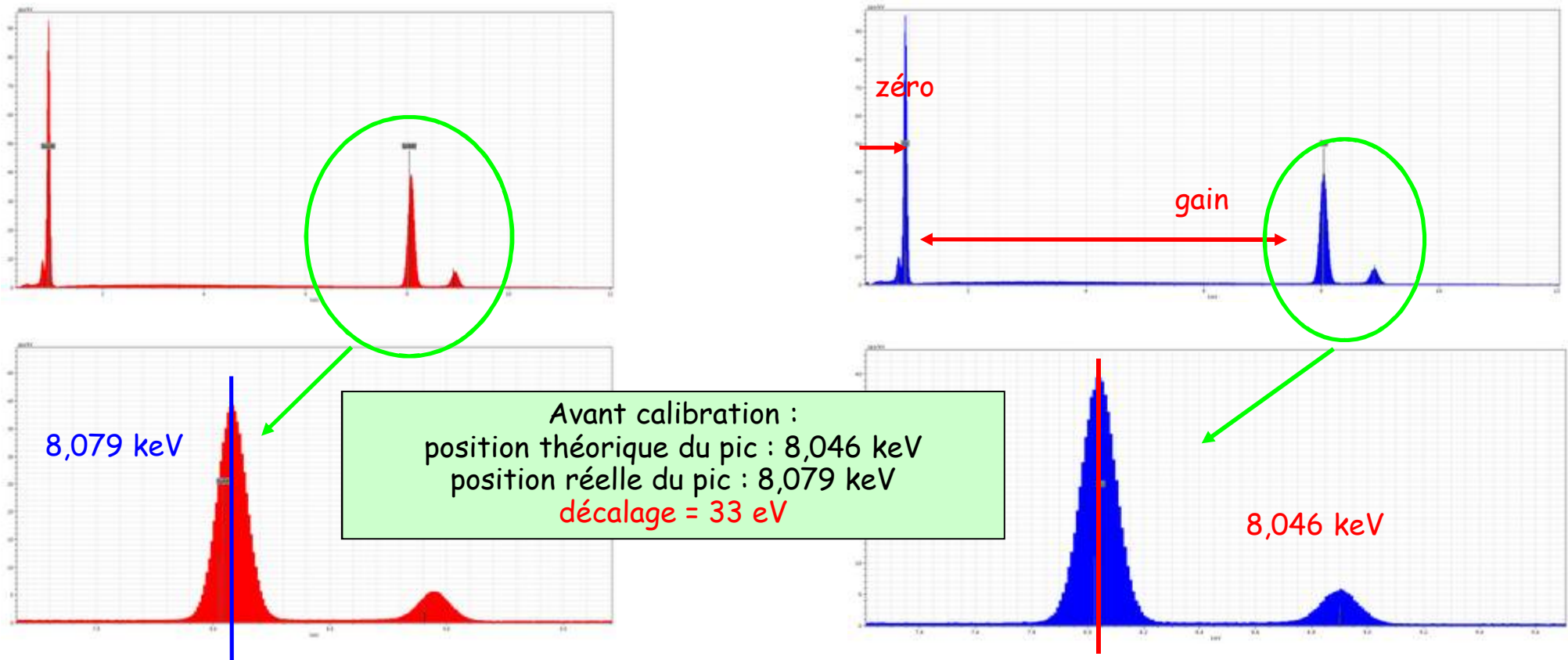


systeme bien calibré

# Mais avant le traitement... l'acquisition du spectre !

## 1 - Etalonnage de la chaîne de mesure

- Si calibration nécessaire :
- sur du cuivre
  - zéro réglé par la raie L
  - gain réglé par la raie K.



# Mais avant le traitement... l'acquisition du spectre !

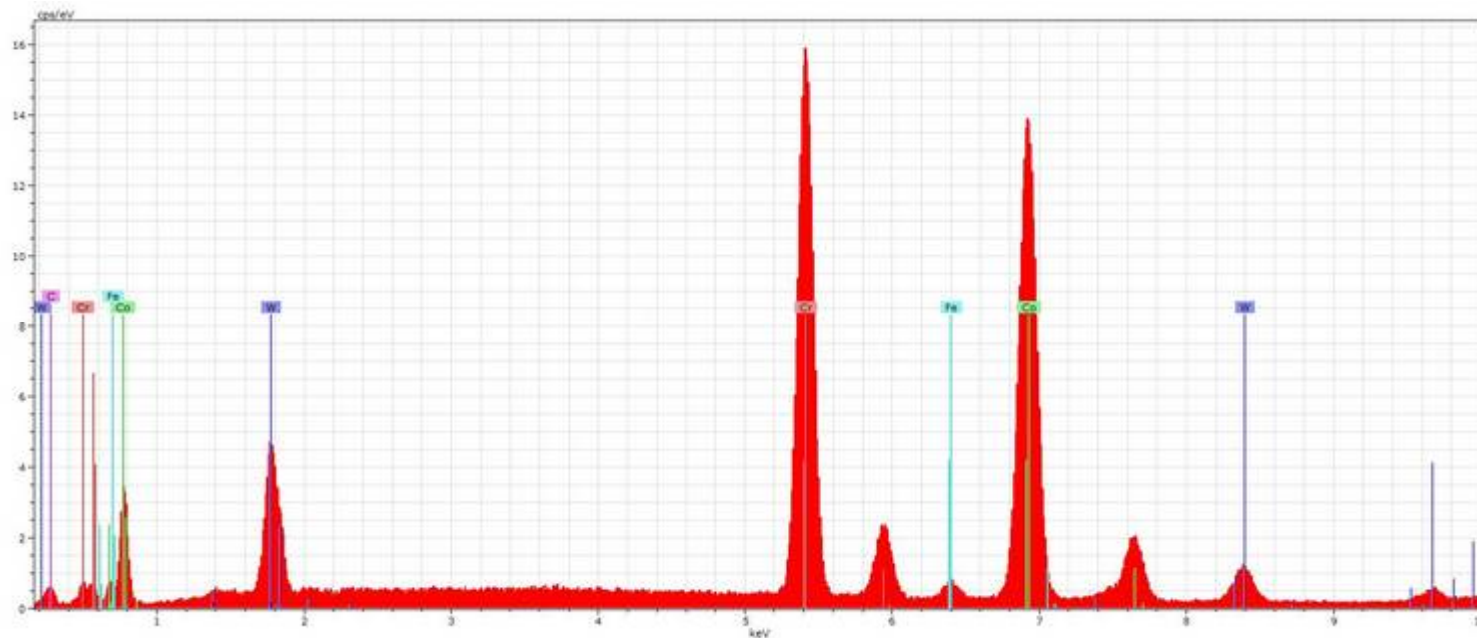
## 2 - Gamme énergétique de visualisation

En général plusieurs choix possibles en fonction

- du nombre de canaux : 1024, 2048 ou 4096
- du nombre d'eV par canal : 5, 10 ou 20 eV.

\* Visualisation sur 0-10 keV :

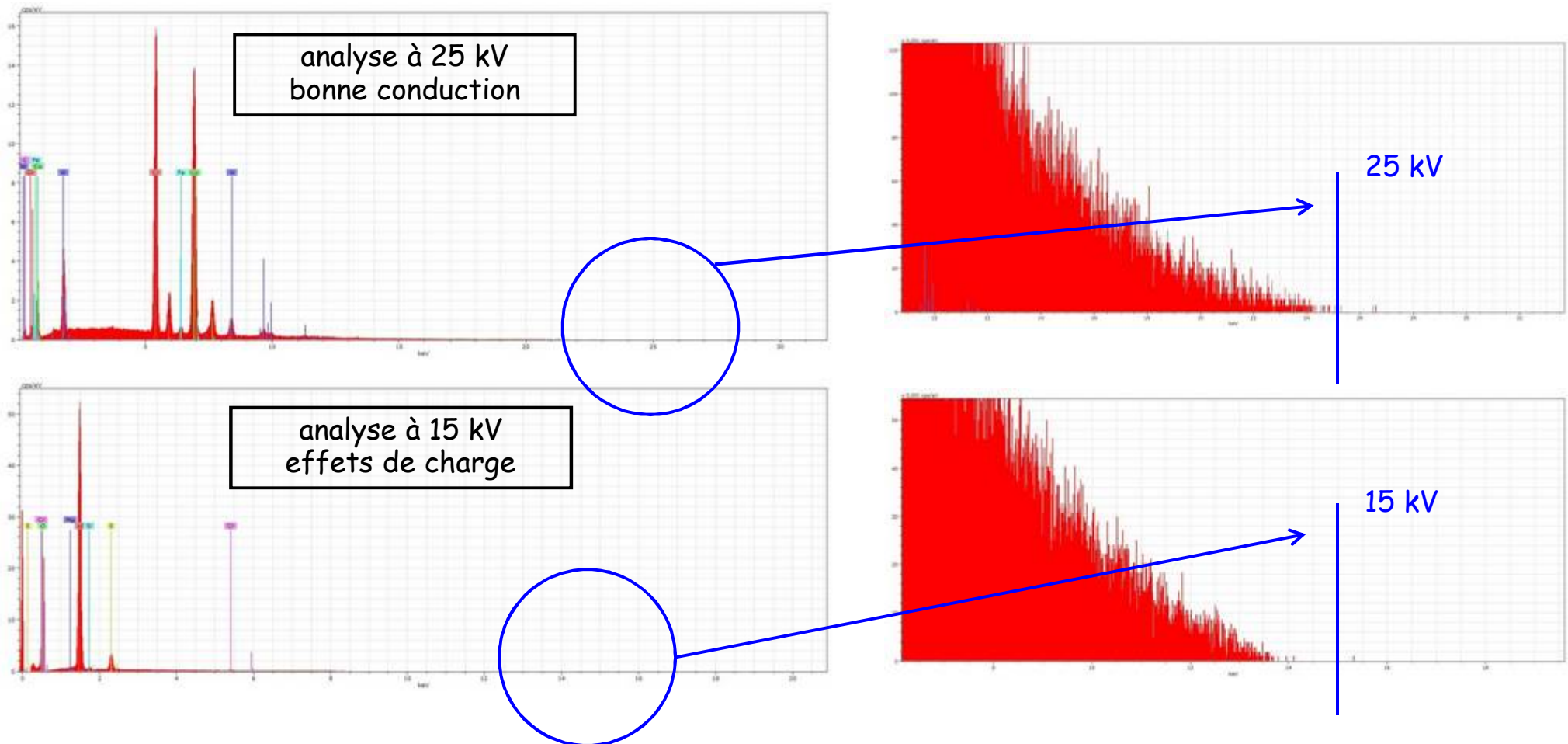
ok si toutes les raies d'émission sont présentes dans cette gamme.



# Mais avant le traitement... l'acquisition du spectre !

## 2 - Gamme énergétique de visualisation

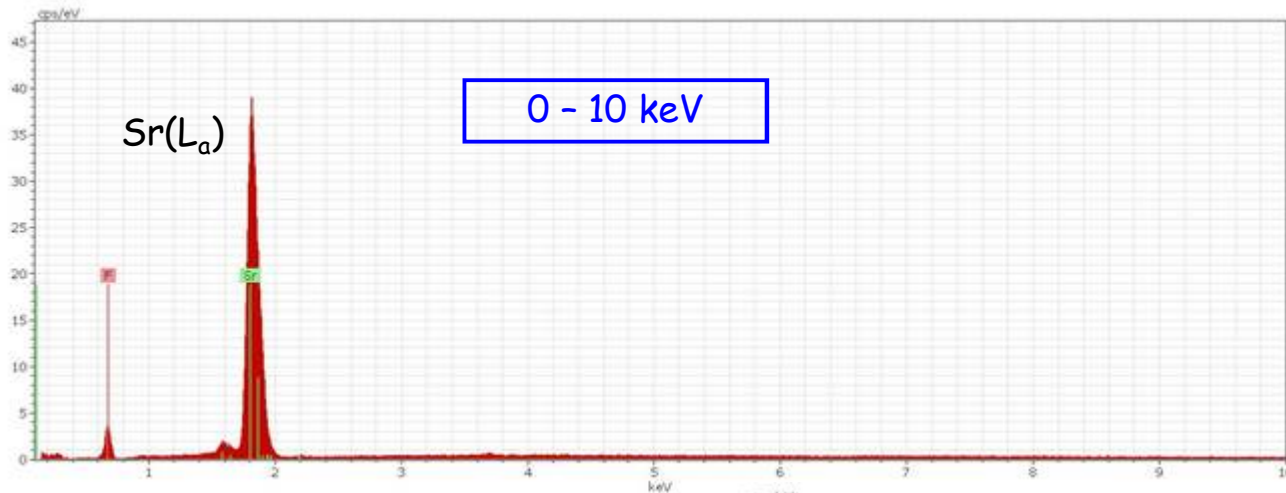
\* Visualisation sur 0-20 keV (ou 0-40 keV) :  
permet de visualiser la limite de Duane-Hunt



# Mais avant le traitement... l'acquisition du spectre !

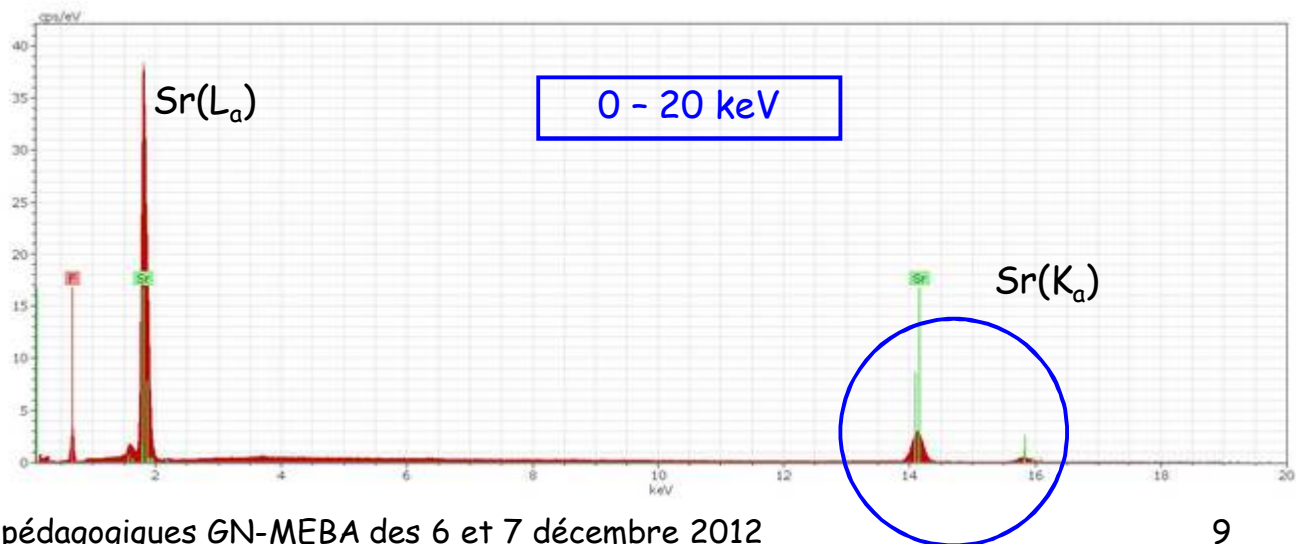
## 2 - Gamme énergétique de visualisation

- \* Visualisation sur 0-20 keV (ou 0-40 keV) :  
si des raies d'émission se situent après 10 keV



échantillon SrF<sub>2</sub> analysé  
à 30 kV

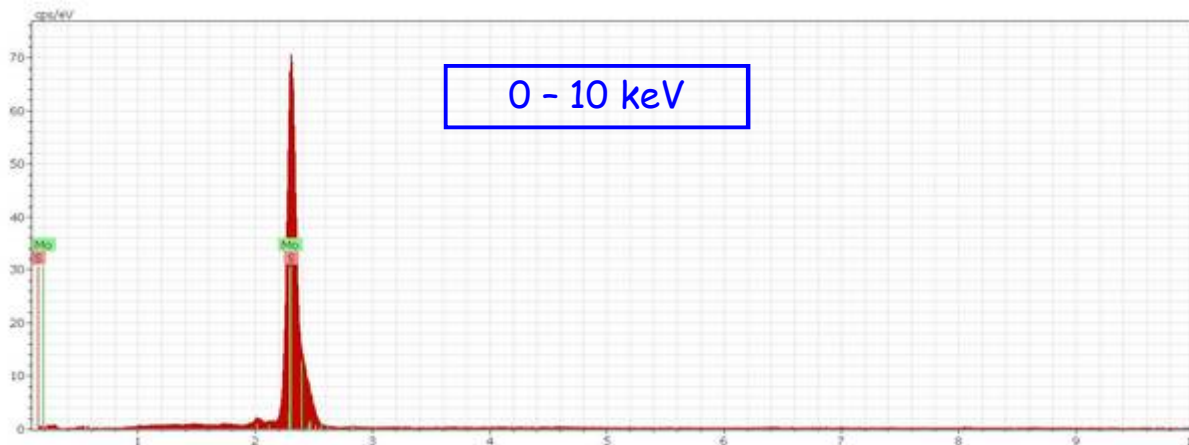
Sr (K $\alpha$ ) = 14,170 keV  
Sr (L $\alpha$ ) = 1,806 keV



# Mais avant le traitement... l'acquisition du spectre !

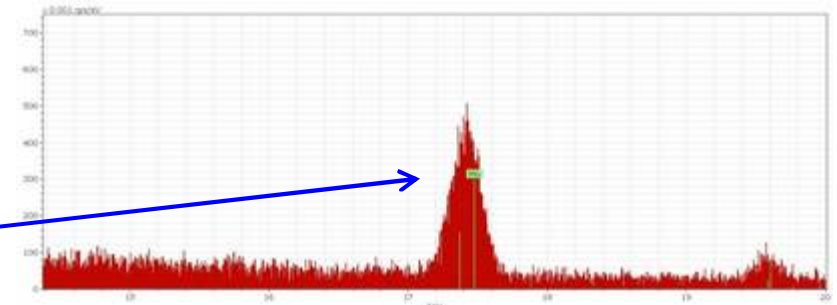
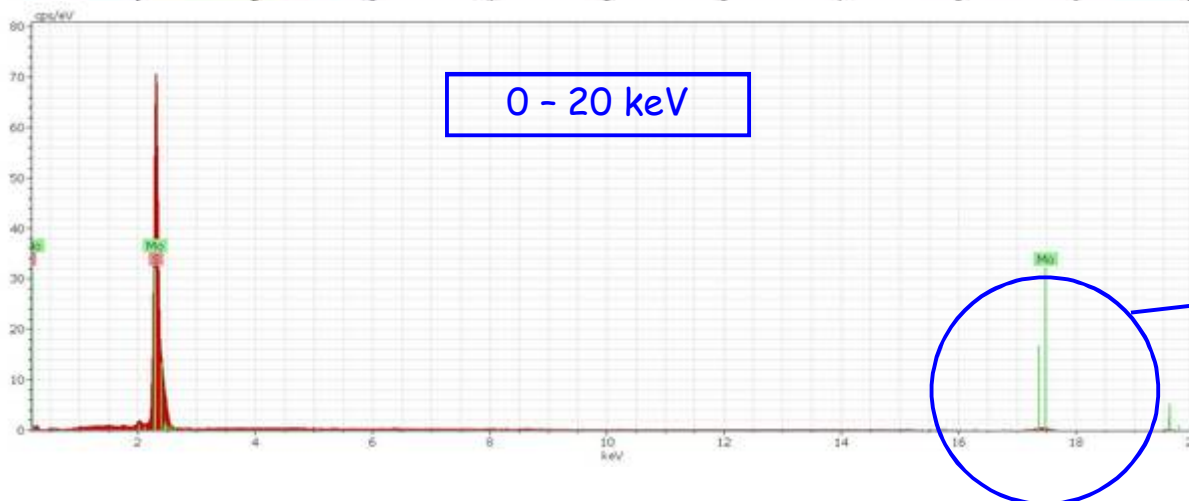
## 2 - Gamme énergétique de visualisation

- \* Visualisation sur 0-20 keV (ou 0-40 keV) :  
à privilégier dans le cas de superposition de pics ( $\text{MoS}_2$ )



échantillon  $\text{MoS}_2$  analysé à 30 kV

$\text{S} (K_\alpha) = 2,309 \text{ keV}$   
 $\text{Mo} (K_\alpha) = 17,480 \text{ keV}$   
 $\text{Mo} (L_\alpha) = 2,292 \text{ keV}$



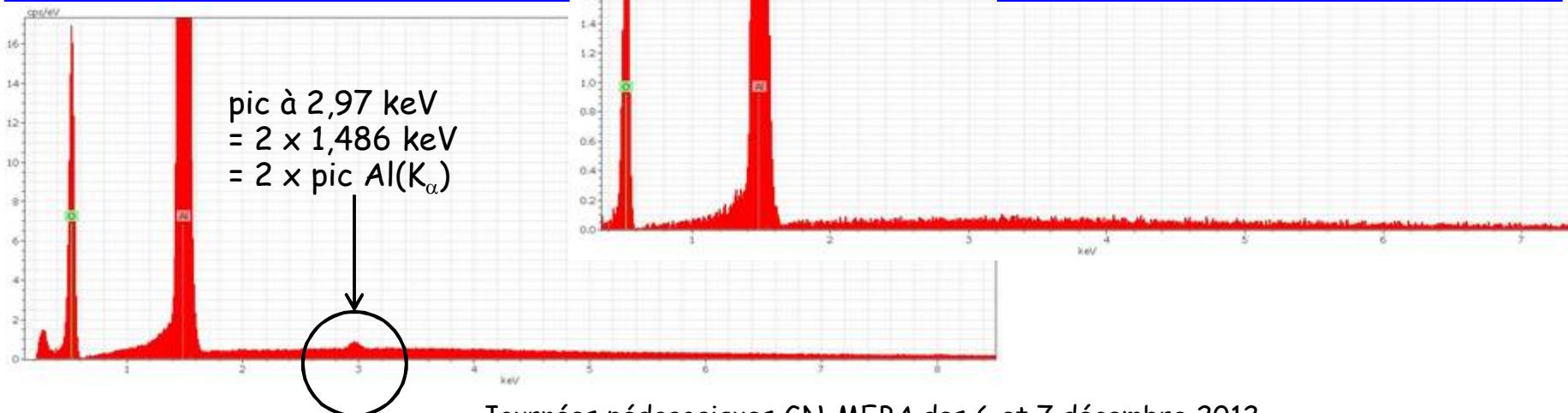
# Mais avant le traitement... l'acquisition du spectre !

## 3 - Constante de temps

- \* **Constante de temps élevée** = meilleure résolution des pics (analyse quantitative)  
taux de comptage faible  
peu de pics parasites  
temps mort élevé.
- \* **Constante de temps faible** = moins bonne résolution des pics  
taux de comptage important (cartographie)  
probabilité non négligeable de pics parasites  
temps mort faible.

spectre acquis à 15 000 cps

spectre acquis à 2 000 cps



# Mais avant le traitement... l'acquisition du spectre !

## 4 - Tension d'accélération des électrons

A choisir en fonction des éléments à détecter.

La HT doit être 2,7 supérieure à l'énergie d'ionisation du niveau le plus énergétique.

exemple pour le Cu : énergie de liaison de la raie Ka = 8,048 keV  
énergie d'ionisation du niveau K = 8,980 keV  
tension à utiliser =  $8,980 \times 2,7 = 24,25$  soit 25 keV

Spectrum: stellite-10kV

Element	Series	Net	norm. C	Atom.
		[wt.%]	[at.%]	
chrome	K-series	7658	44.42	46.25
cobalt	L-series	14984	30.99	28.47
tungstène	M-series	10817	19.47	5.73
fer	K-series	84	1.01	0.98
carbone	K-series	1358	4.12	18.56
Total:		100.00	100.00	

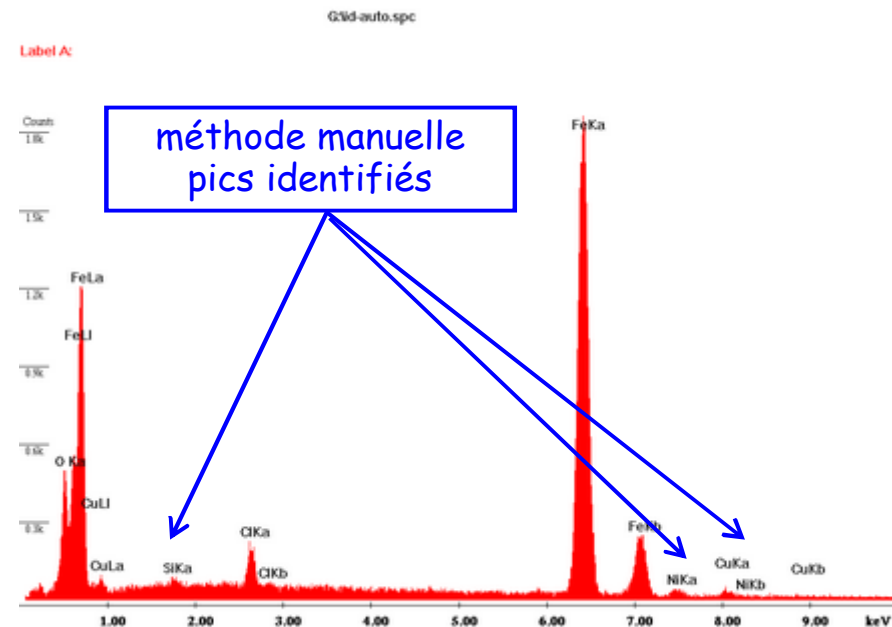
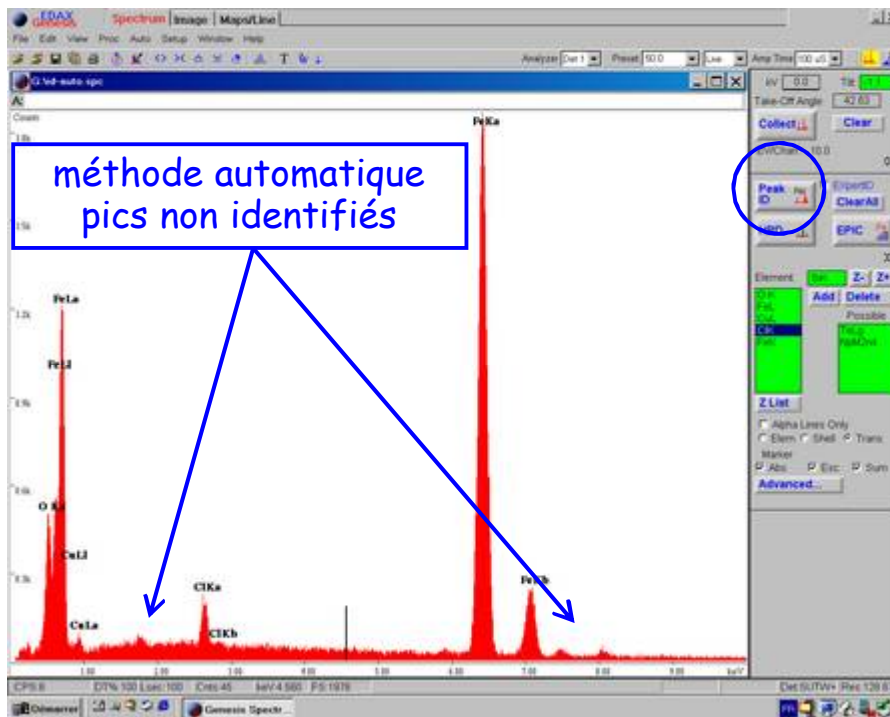
Spectrum: stellite-25kV

Element	Series	Net	norm. C	Atom.
		[wt.%]	[at.%]	
chrome	K-series	77641	30.20	30.61
cobalt	K-series	77117	49.87	44.60
tungstène	L-series	10363	14.33	4.11
fer	K-series	2069	1.13	1.06
carbone	K-series	1078	4.47	19.62
Total:		100.00	100.00	

# Etape 1 du traitement : identification des raies

Eviter les méthodes d'identification automatique surtout dans le cas de :

- \* superposition de raies
- \* éléments en faible quantité.



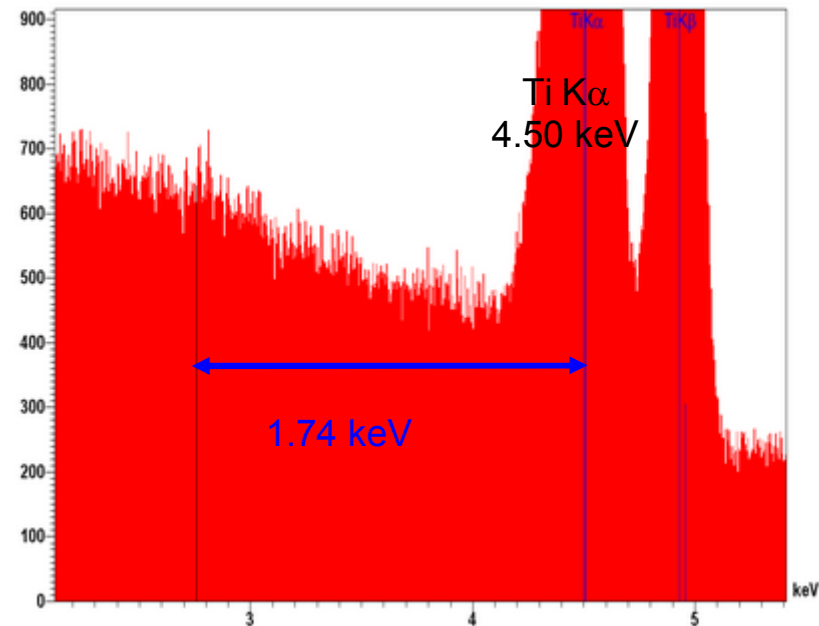
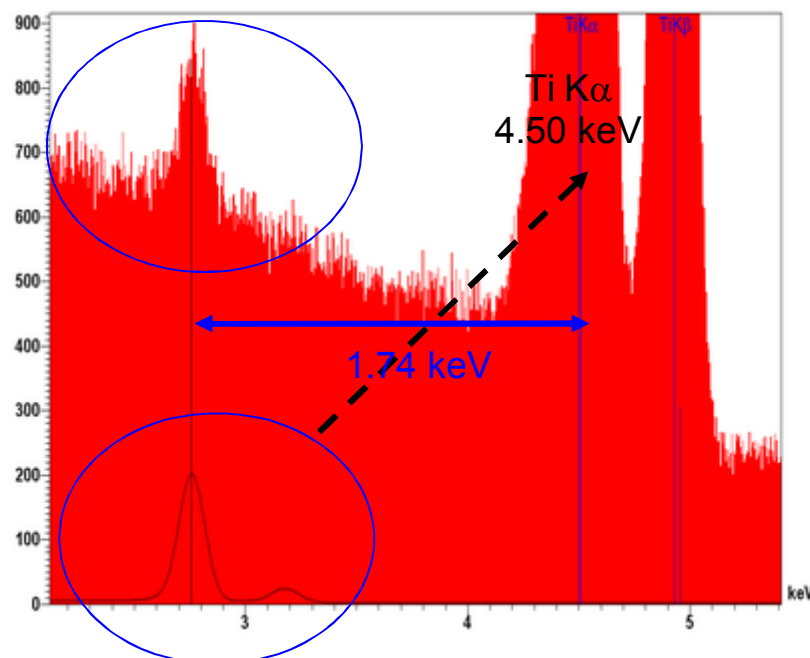
Procédure : - commencer par les raies les plus énergétiques et les plus intenses  
- à faire sur l'ensemble du spectre (attention à la gamme choisie)  
- ratio entre raie  $K_{\alpha}$  et  $K_{\beta}$   
- si raie K, vérifier la présence éventuelle de raie L, puis de raie M...

# Etape 2 du traitement : prise en compte des pics parasites

- plus fréquents à fort taux de comptage
- moins fréquents avec un système SDD

\* **Pic somme** : attention à ne pas confondre avec la raie caractéristique d'un autre élément (par ex : pic somme Al à 2,972 keV et pic Ar( $K_{\alpha}$ ) à 2,958 keV)

\* **Pic d'échappement** : avec les nouveaux systèmes, il est modélisé, retiré du spectre puis ré-attribué au pic émetteur.



(Document D. Boivin, ONERA)

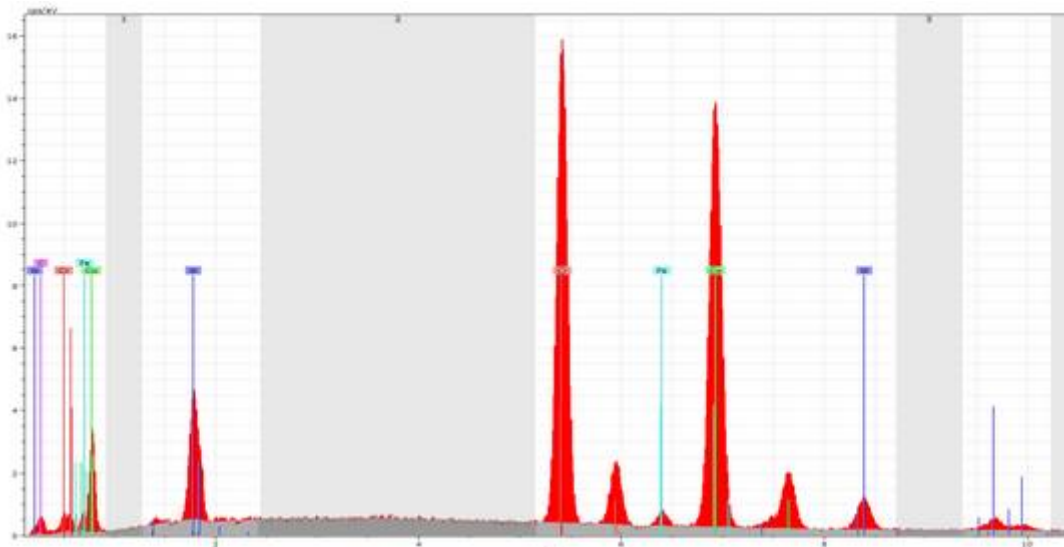
# Etape 3 du traitement : soustraction du fond continu

## 1 - Méthode n°1 : modélisation du fond

Il faut un modèle physique d'émission du rayonnement continu et connaître :

- les éléments présents
- une estimation de la composition
- la haute tension du faisceau électronique
- la géométrie de détection
- les paramètres de la fenêtre mince (fonction de transfert instrumentale).

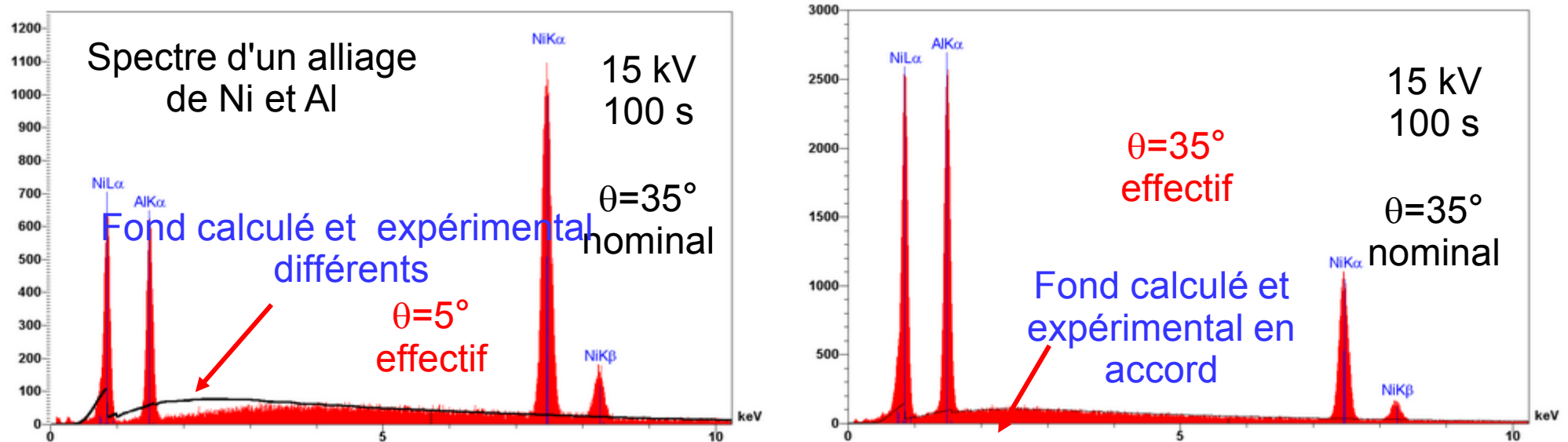
Procédure : - calcul du fond continu émergent  
- ajustement à la courbe mesurée  
- calcul itératif jusqu'à avoir une modélisation correcte.



# Etape 3 du traitement : soustraction du fond continu

## 1 - Méthode n°1 : modélisation du fond

- \* **Avantages :**
- prise en compte des discontinuités d'absorption
  - mise en évidence des éventuelles anomalies de la forme du spectre.



(Document D. Boivin, ONERA)

- \* **Inconvénient :** modèle physique fiable qui prenne en compte tous les phénomènes.

# Etape 3 du traitement : soustraction du fond continu

## 2 - Méthode n°2 : transformée de Fourier ou filtre « passe-bande »

On assimile le spectre EDS à un spectre de fréquence (fréquence de distributions) :

- faibles fréquences = émission de fond continu
- fréquences moyennes = raies caractéristiques discrètes
- fréquence élevée = bruit électronique.

### \* Procédure :

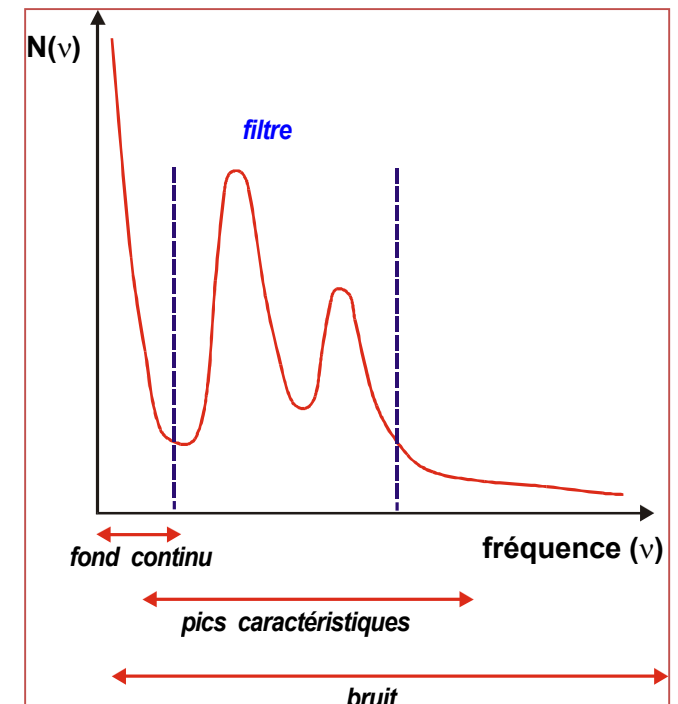
- on obtient cette distribution par une TF
- on élimine les basses fréquences (fond continu) et les hautes fréquences (bruit)
- on applique une TFI  
    ➔ spectre sans fond continu et sans bruit.

### \* Avantage :

pas de dépendance vis-à-vis d'un modèle physique.

### \* Inconvénient :

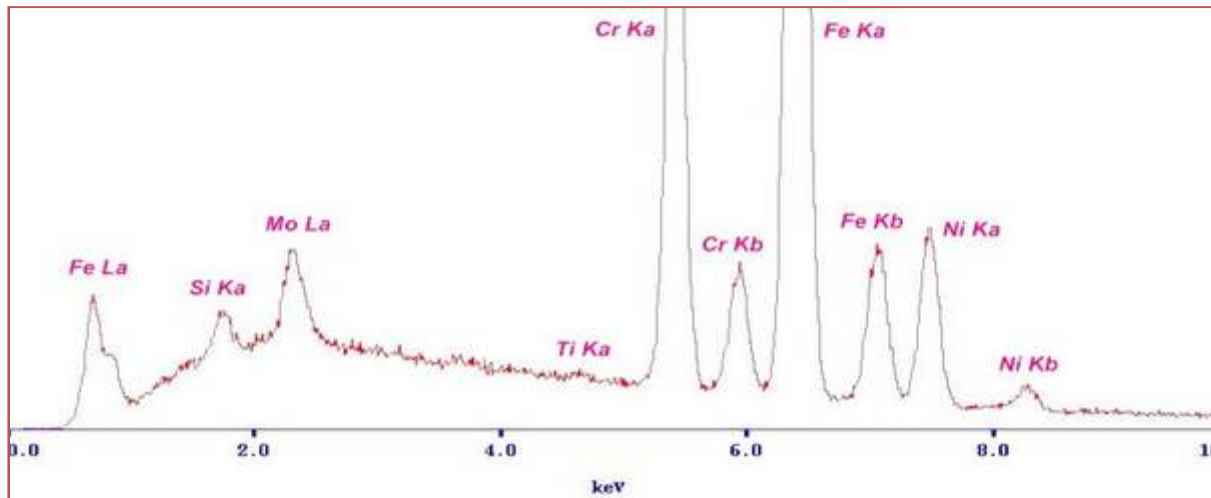
élimination possible de certaines infos lors de l'application du filtre (à cause du chevauchement des 3 parties).



(Document J. Ruste)

# Etape 3 du traitement : soustraction du fond continu

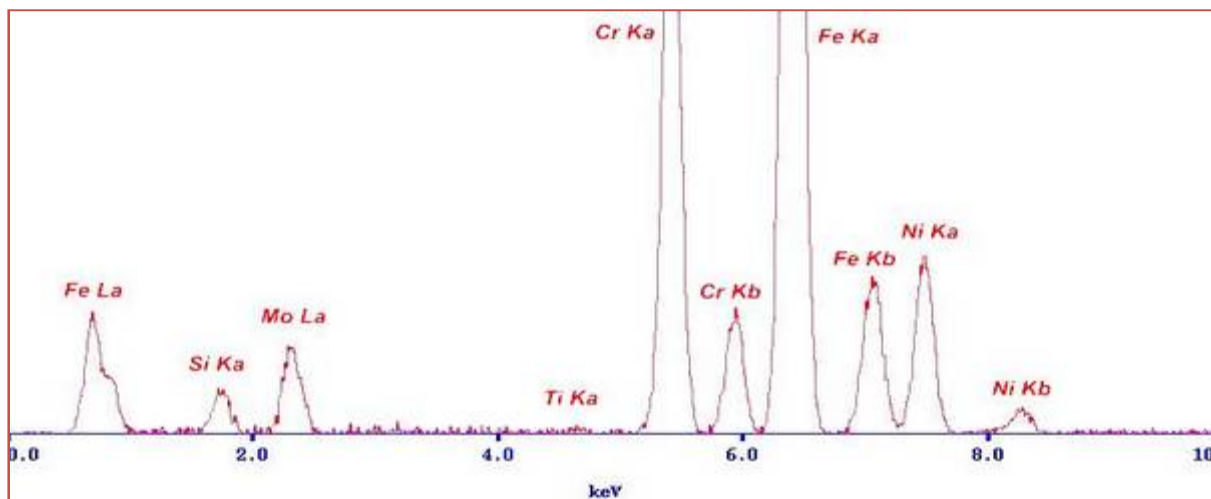
## 2 - Méthode n°2 : transformée de Fourier ou filtre « passe-bande »



*Spectre d'acier inoxydable austénitique*

(PGT IMIX)

(Document J. Ruste)





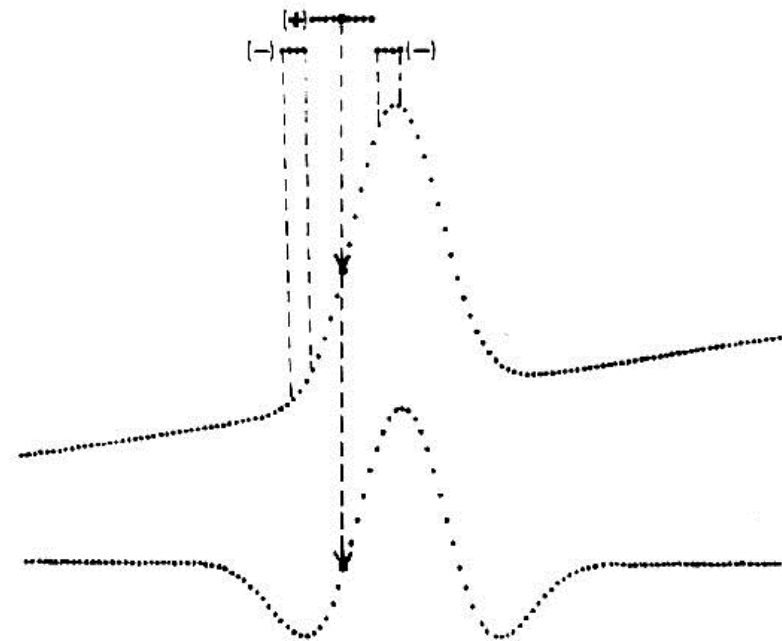
# Etape 3 du traitement : soustraction du fond continu

## 3 - Méthode n°3 : filtre numérique « top hat » ou « chapeau haut-de-forme »

- \* Cas 1 = variation d'intensité faible (fond continu)  
intensité nulle après filtrage
- \* Cas 2 = pied de raie (montée ou descente)  
intensité négative après filtrage
- \* Cas 3 = partie principale du pic  
intensité positive après filtrage



Attention car il faut tenir compte à la fois des parties positives ET négatives pour déterminer l'intensité totale des pics.



(Document J. Ruste)

*équivalent à une dérivation seconde  
(si largeur du filtre étroite)*

# Etape 3 du traitement : soustraction du fond continu

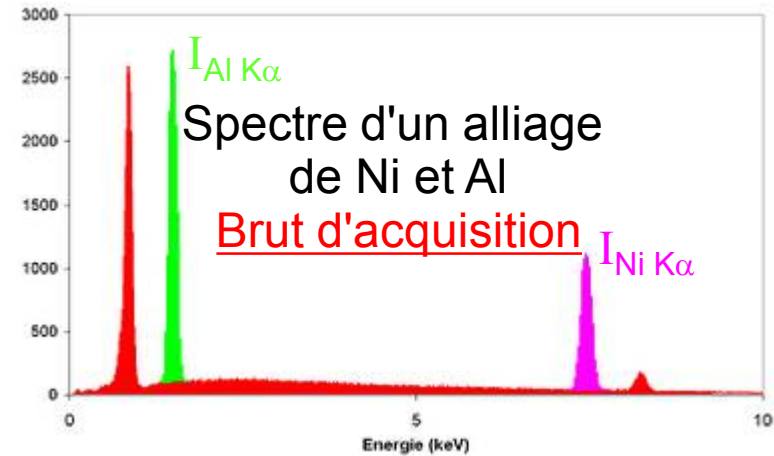
## 3 - Méthode n°3 : filtre numérique « top hat » ou « chapeau haut-de-forme »

### \* Avantages :

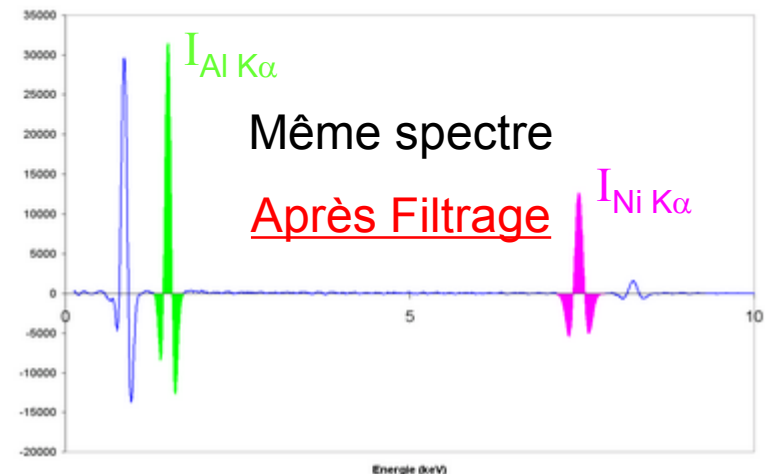
- pas de dépendance vis-à-vis d'un modèle physique
- simple et reproductible.

### \* Inconvénient :

élimination possible de certaines infos lors de l'application du filtre (notamment si présence de petits pics dans le pied de pics beaucoup plus intenses).

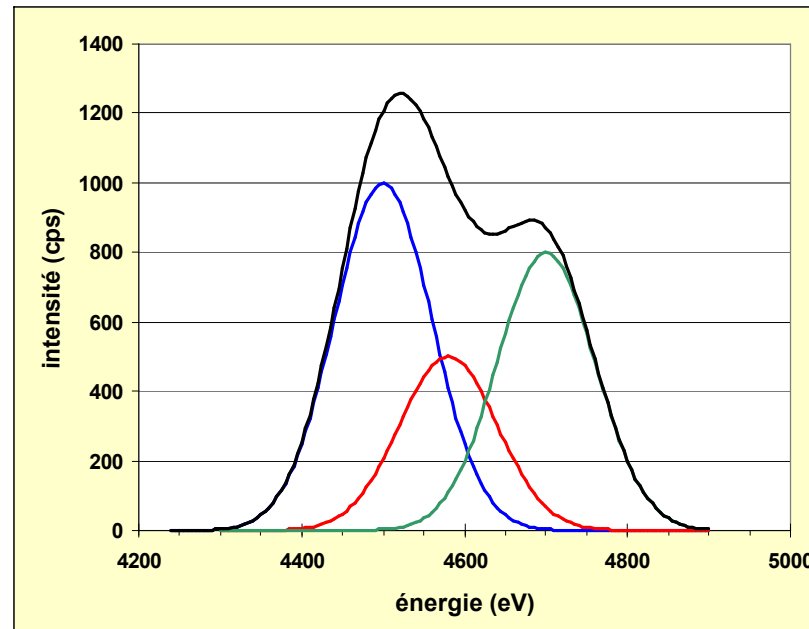


(Document D. Boivin, ONERA)



# Etape 4 du traitement : déconvolution des raies superposées

\* **But** : résoudre les problèmes d'interférences de raies par des outils de déconvolution (restitution des aires respectives de chaque pic).

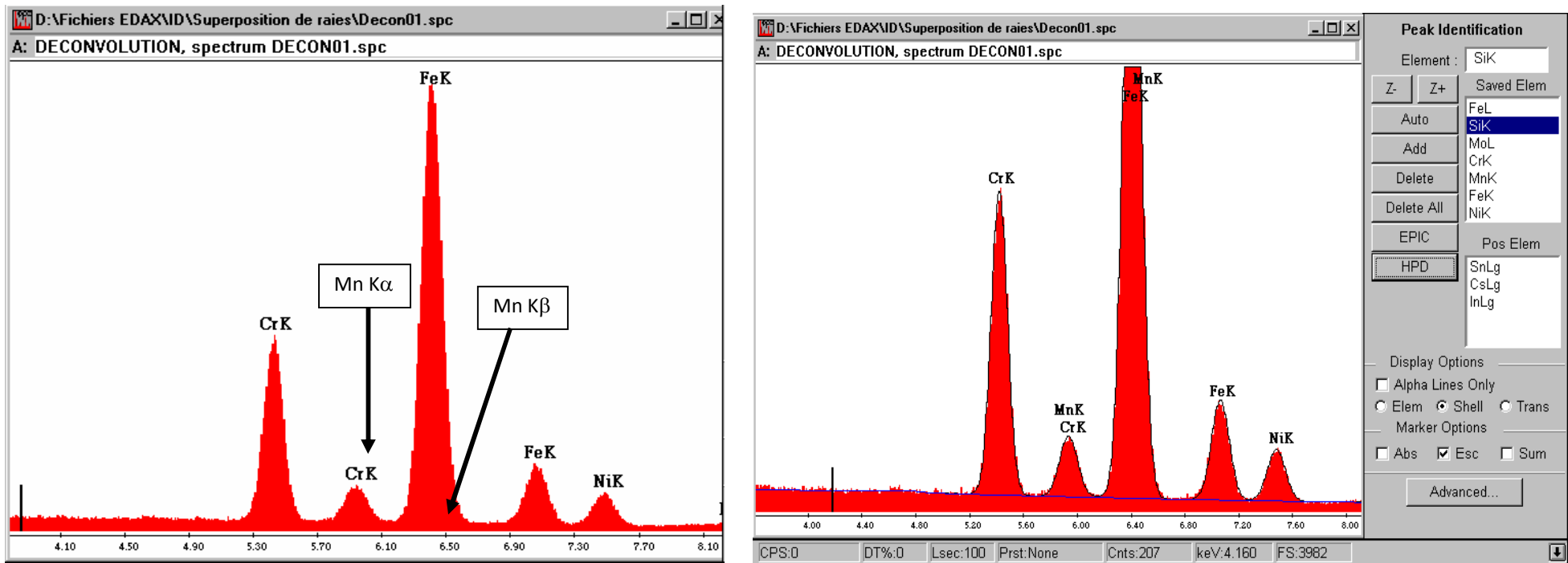


(Document J. Ruste)

- \* **Procédure** :
- reconstruction des raies caractéristiques à partir de gaussiennes (méthode la plus utilisée)
  - ajustement de ces gaussiennes pour que le spectre reconstruit « colle » au spectre mesuré.

# Etape 4 du traitement : déconvolution des raies superposées

Exemple : acier inoxydable



(Document J. Ruste)

La déconvolution permet de vérifier visuellement qu'aucun élément n'a été oublié.

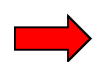
# Etape 5 du traitement : extraction de l'intensité des pics

## \* Avant :

- acquisition du spectre dans des conditions correctes
- identification de tous les pics
- traitement des pics parasites
- soustraction du fond continu
- déconvolution des raies superposées.

## \* Ensuite :

- analyse qualitative : OK
- cartographie : choisir les régions d'intérêt centrées sur le pic  
2 fois la largeur à mi-hauteur
- analyse quantitative : extraire les intensités des pics



détermination des k-ratios (pour chaque élément) :

$$k = I_{\text{éch}} / I_{\text{témoin}}$$

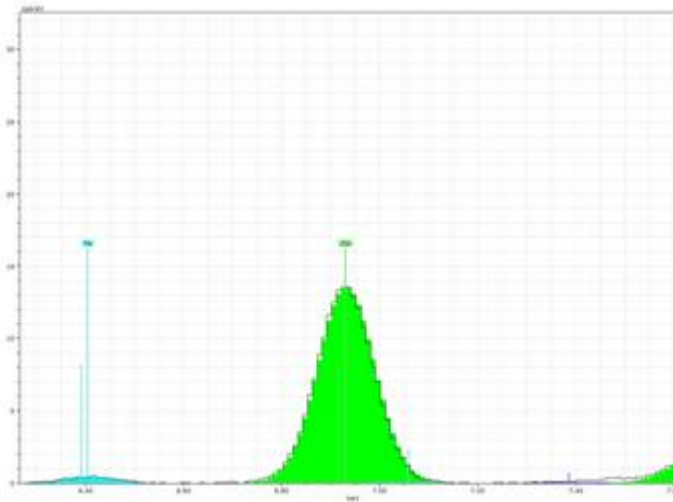
$I_{\text{éch}}$  = intensité mesurée sur l'échantillon

$I_{\text{témoin}}$  = intensité mesurée ou calculée sur le témoin

# Etape 5 du traitement : extraction de l'intensité des pics

Intensité = aire mesurée sous le pic :

- intégration d'une forme de raie ajustée sur le pic expérimental
- forme de raie obtenue de 2 façons :
  - \* méthode mathématique : par une gaussienne (analyse sans témoin)
  - \* méthode expérimentale : par un spectre de référence constructeur (analyse avec témoins cachés) utilisateur (analyse avec témoins réels).



Et après ?

Tout n'est pas fini !

Il reste à choisir les témoins, la méthode de quantification, les méthodes de correction.....

voir la présentation sur la quantification !

# Pour conclure....

De bons résultats nécessitent de bonnes analyses...

De bonnes analyses passent par un traitement correct des spectres...

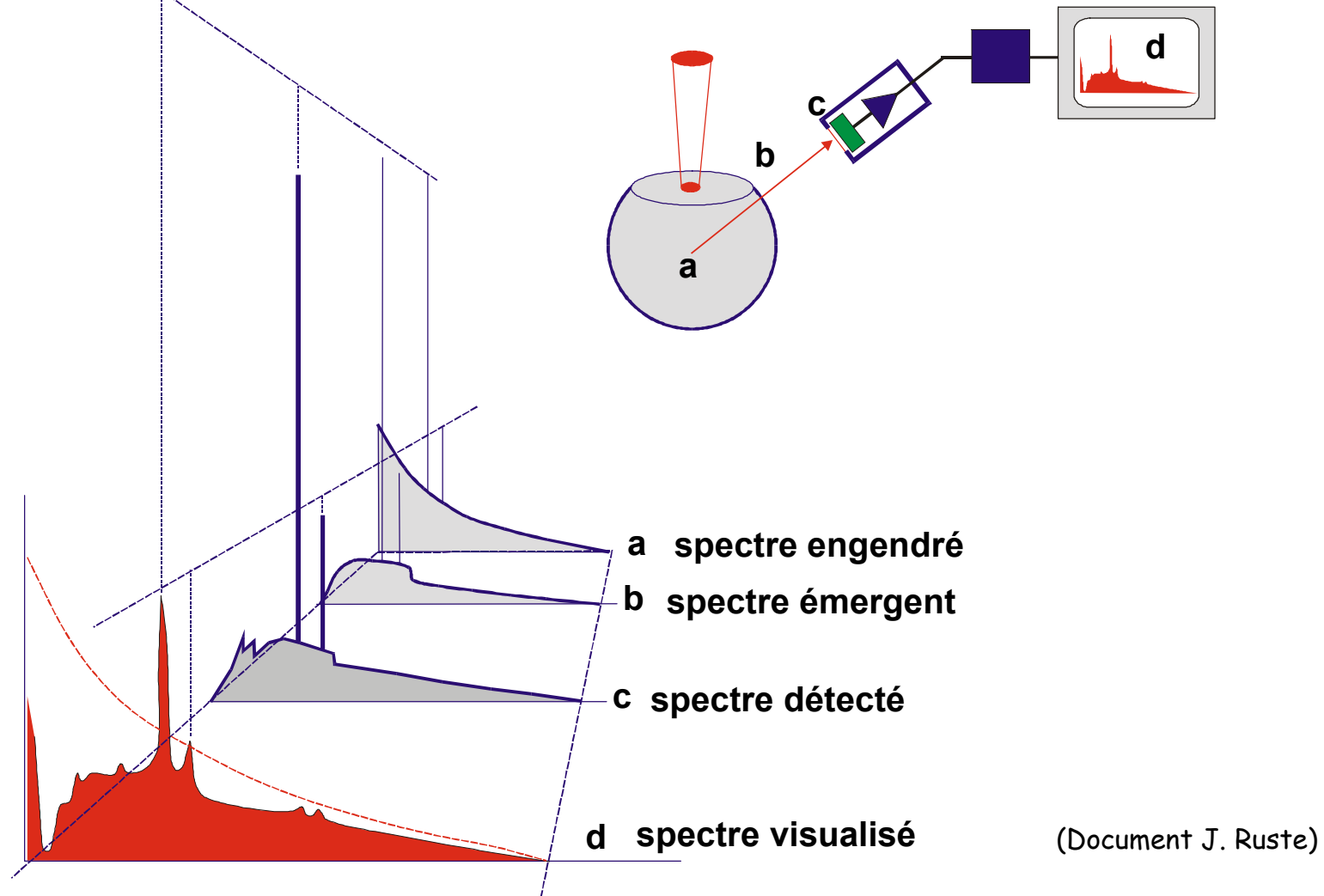
Des spectres corrects ne sont obtenus qu'avec des conditions opératoires adéquates...

Donc avant une analyse, quelques secondes de réflexion s'imposent...



# A ne pas oublier....

Ne jamais oublier que le spectre visualisé a subi de nombreuses transformations et qu'il n'est que le résultat de toutes ces transformations !





**MERCI DE VOTRE ATTENTION**

Un grand merci à Jacky et Denis pour leur aide