

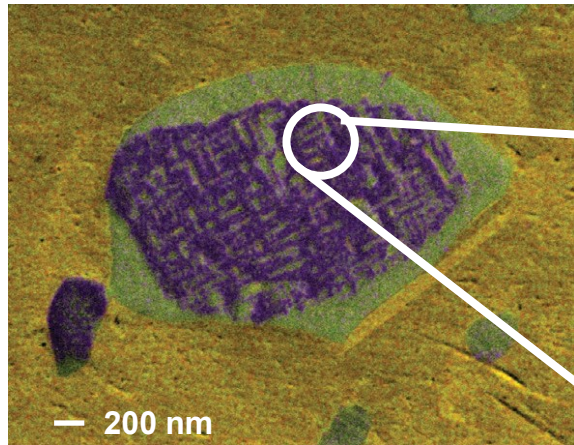
PARIS 4 – 5 décembre 2014

**Microanalyse X basse tension  
*quelle précision peut-on en attendre ?***

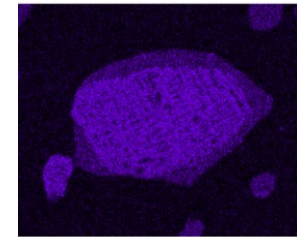
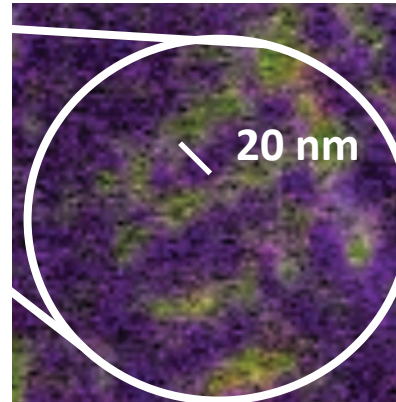
*Jacky RUSTE*  
GNMEBA

# Pourquoi vouloir utiliser des basses tensions en microanalyse ?

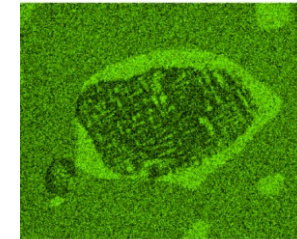
*Diminuer le volume d'analyse (améliorer la résolution spatiale)*



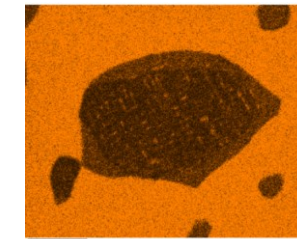
Observation de nanostructures de 20 nm dans un alliage



Fe L $\alpha$



Ni L $\alpha$

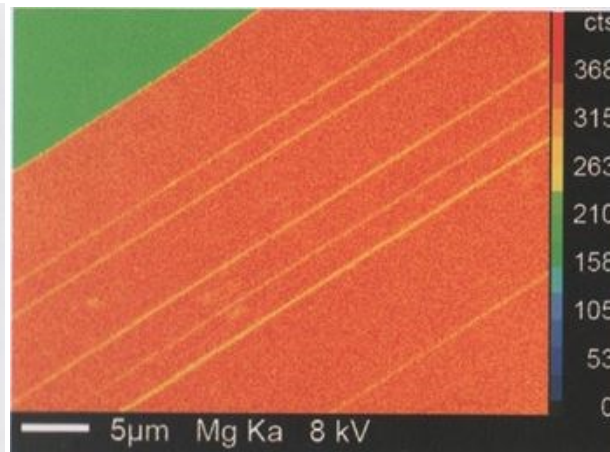
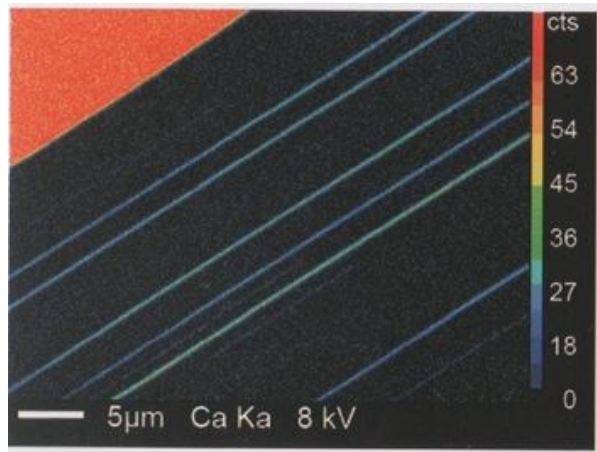


Cu L $\alpha$

*Cartographie X combinant les signaux caractéristiques de Fe L $\alpha$ , Ni L $\alpha$ , Cu L $\alpha$*

*0,2nA à 3kV, acquisition : 30 minutes*

*(détecteur SDD Oxford de 150 mm<sup>2</sup>)*



**Lamelles de clinopyroxène dans une matrice d'orthopyroxène : la largeur des lamelles n'est que de quelques centaines de nm...**

*(SXFive FE, document Caméca)*

Est-ce aussi simple ? quelles sont les difficultés ? quelle précision en analyse quantitative ?

1 – Influence de la surface...

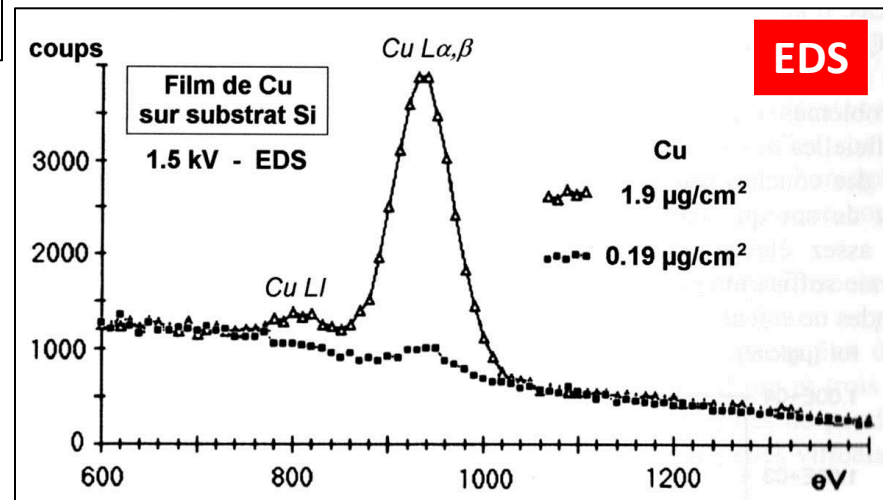
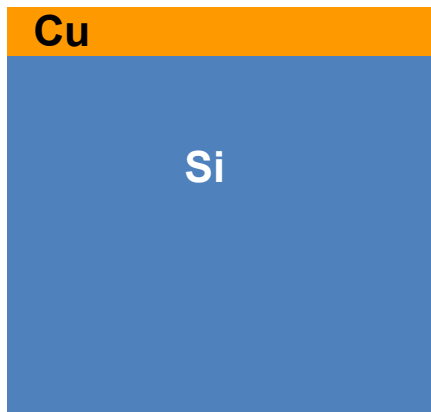
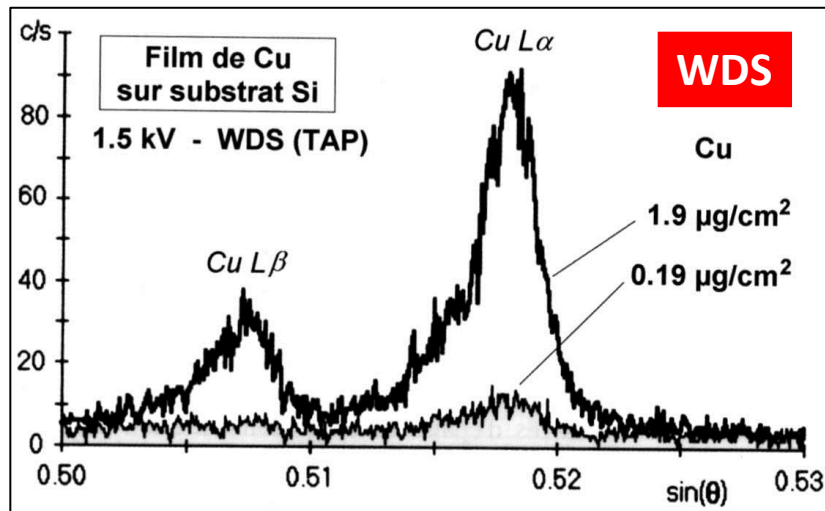
- contamination,
- oxydation
- métallisation
- etc.

A faible tension la microanalyse est très sensible même pour de très faibles épaisseurs (plus en WDS qu'en EDS).

exemple : dépôt de Cu sur un substrat de Si

1,9  $\mu\text{g}/\text{cm}^2 \rightarrow 2 \text{ nm}$

0,19  $\mu\text{g}/\text{cm}^2 \rightarrow 0,2 \text{ nm}$



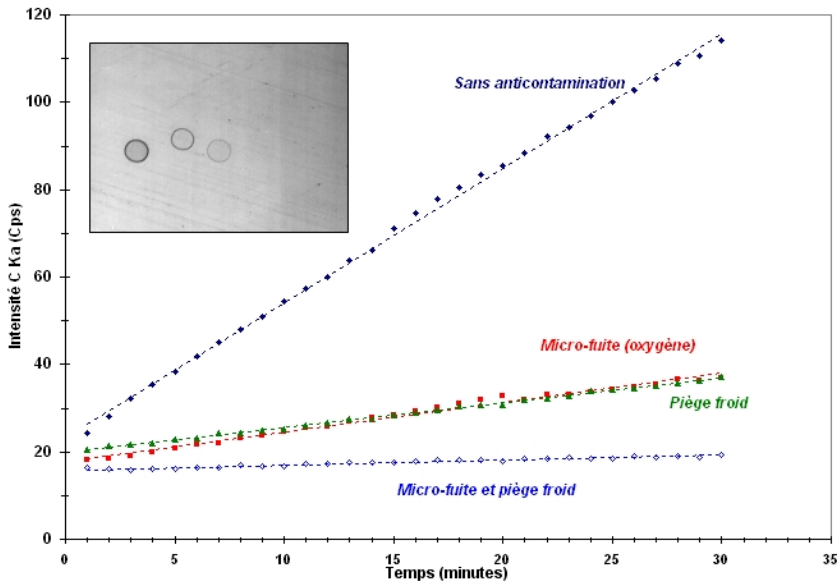
# Etat de surface : métallisation, contamination ...

## 1 – Eviter ou réduire la contamination

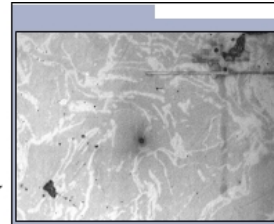
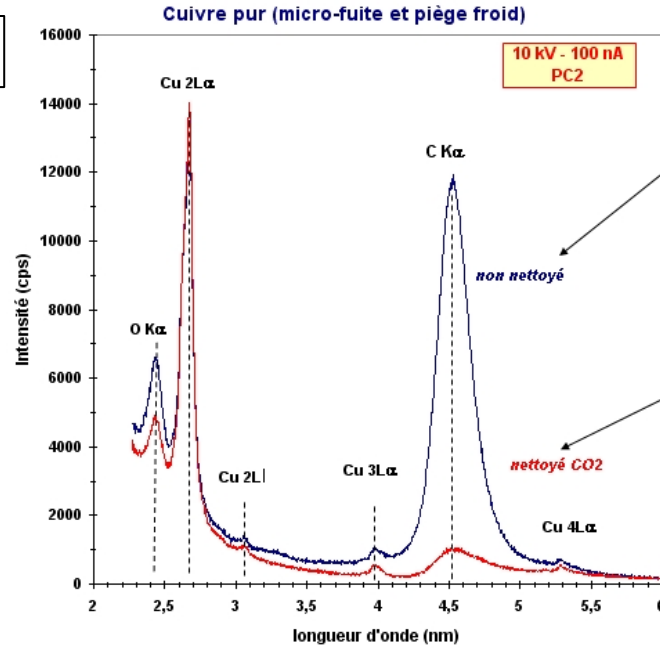
utilisation de dispositifs dédiés

• nettoyage plasma ou CO<sub>2</sub>...

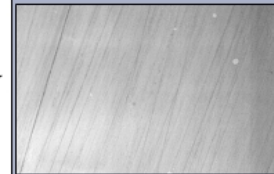
• dispositifs « anticontamination »,



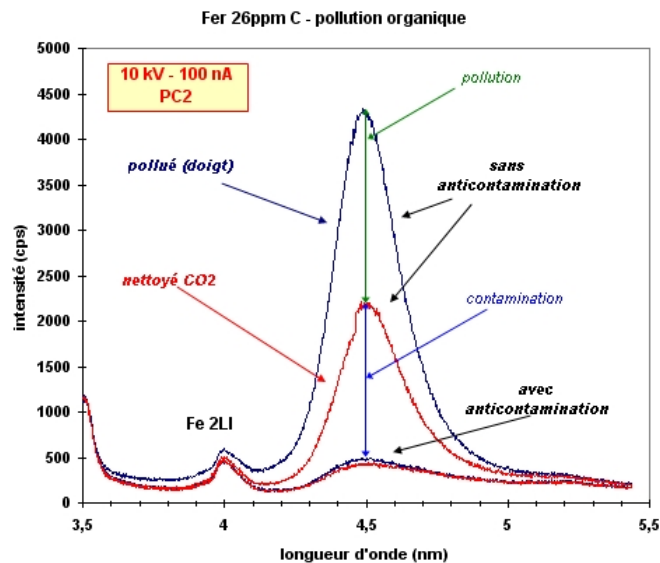
taux de comptage sur le pic de carbone  
(en sonde fixe)



Cuivre pollué



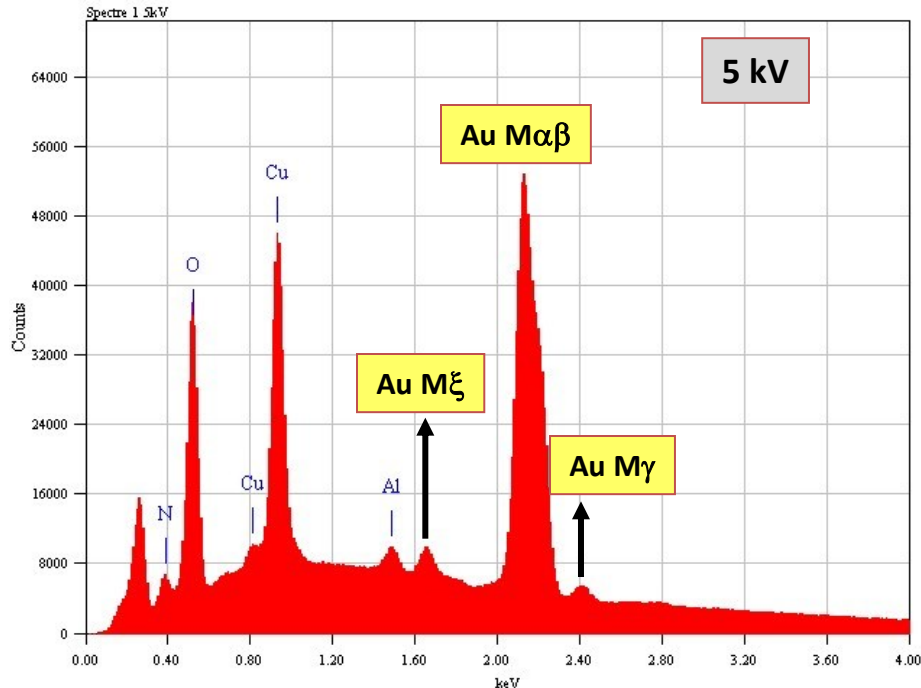
Cuivre nettoyé CO<sub>2</sub>



spectre au niveau  
de la raie du carbone  
sur du fer ultra-pur

## 2 – En cas de « métallisation » nécessaire...

1 – éviter les métaux lourds (Au, Au/Pd, Pt...) et préférer le carbone

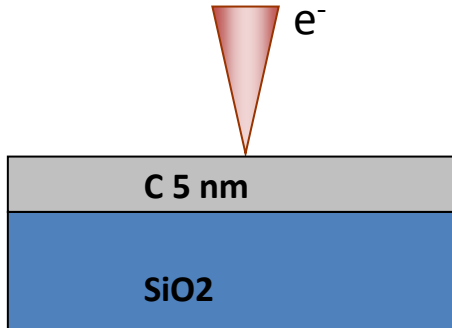


- **Forte absorption électronique (baisse de la tension d'accélération)**
- **Forte absorption X**
- **Risque de confusion avec d'autres éléments**

2 – de préférence « métalliser » de manière identique échantillon et témoins...

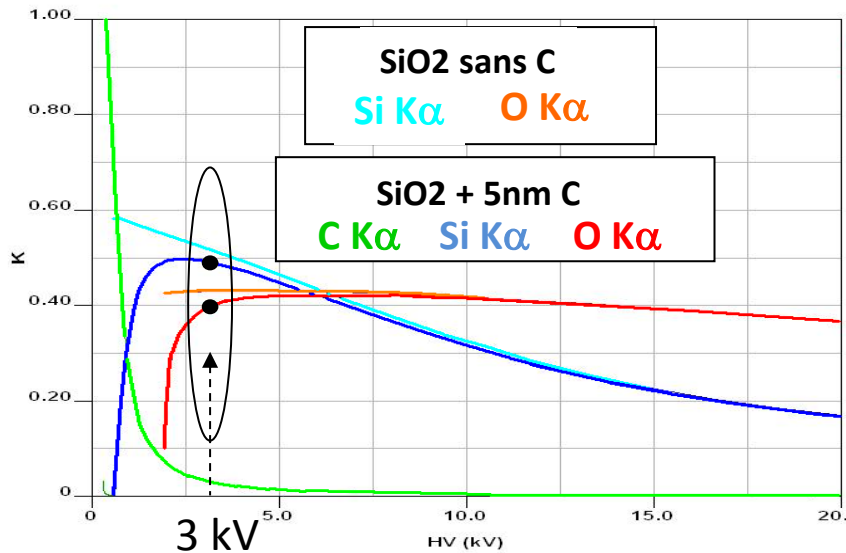
3 – sinon déterminer l'épaisseur déposée et faire si possible la correction...

# Exemple de l'Influence d'une contamination de 5 nm de C sur l'analyse quantitative à 3 kV d'un échantillon de SiO2



❑ A haute énergie (>10 keV), on va mesurer des Kratios O  $K\alpha$  et Si  $K\alpha$  identiques avec et sans C.

❑ A basse tension (<5 keV), en présence de 5 nm de Carbone, des Kratios différents sont mesurés.



(Simulation STRATAGEM)

@Denis Boivin

## Traitement quantitatif des Kr à 3 keV avec et sans la prise en compte du C

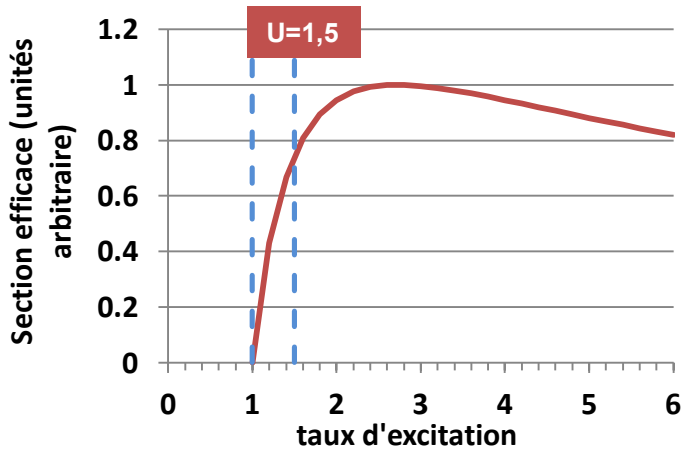
	Sans prise en compte du C		Prise en compte des 5nm C	
	O	Si	O	Si
Kratio	0.49	0.39	0.49	0.39
Wt %	50.3	42.8	53.3	46.7
$\Sigma$ Wt%	93.1		100	

Résultat erroné  
(Sum ≠ 100 %)

Résultat correct  
Comp. nominale

## 2 - Ionisation et émission X...

1 - A faible tension (<5 kV), les possibilités d'analyse sont limitées aux rayonnements de faibles énergies



**Conséquences :**

Faible taux d'excitation U

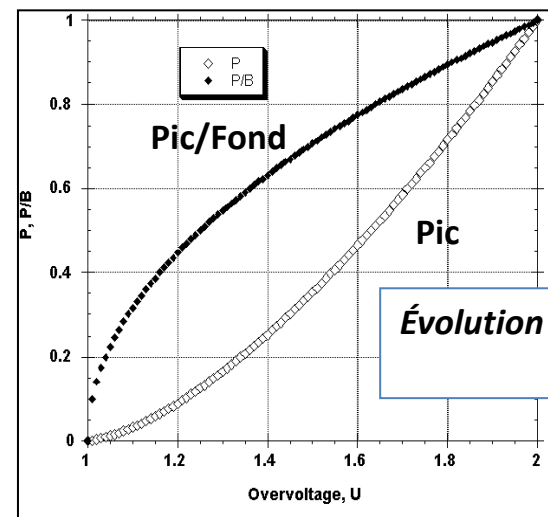
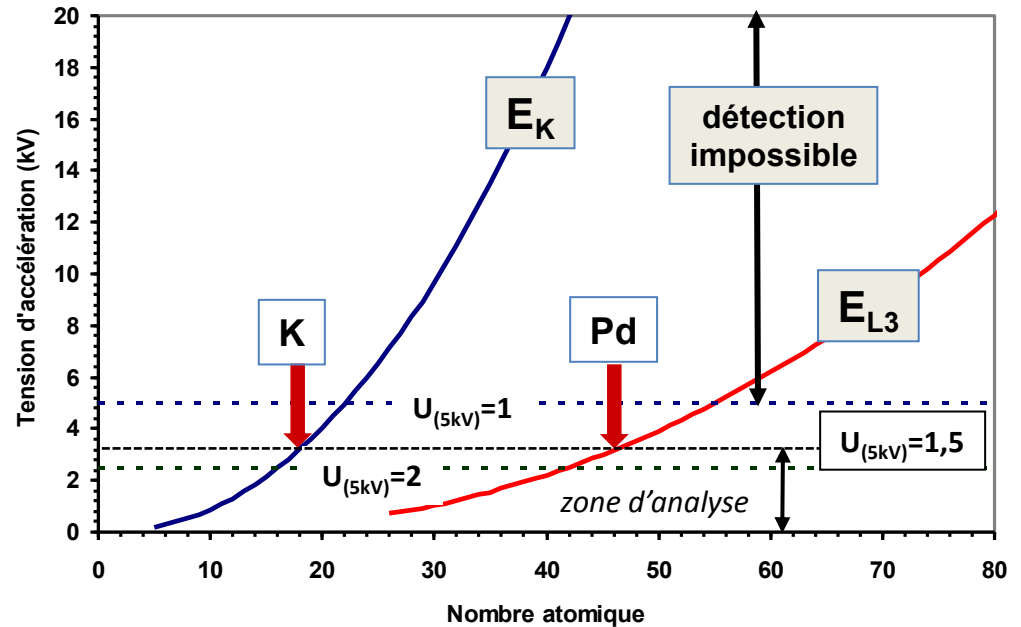


*L'intensité X engendrée diminue.*

A faible taux d'excitation U  
le rapport Pic/Fond chute rapidement



**Dégradation de la limite de détection**



**Évolution Pic & Pic/Fond avec U**

	K	L	M	N	Lack intensity	Missing
3kV	Li - Al	Si - Br	Rb - Yb	Os - Bi *	Lu, Hf - Re	
2.5kV	Li - Mg	Al - As	Rb - Dy	Hf - Bi *	Se - Br, Lu	
2kV	Li - Na	Mg - Zn	Rb - Sm	Hf - Bi *	Ga - As, Eu - Ho	Se - Br, Er - Lu
1.5kV	Li - F	Mg - Fe	Rb - Ce	Hf - Bi *	Na, Co - Cu, Pr - Nd	Zn - Br, Sm - Lu
1kV	Li - O	Mg - Cr	Rb - I	Hf - Bi *	F, Mn - Fe, Cs - Ba	Na, Co - Br, La - Lu

***Gamme des éléments analysables pour de très basses tensions***

3kV

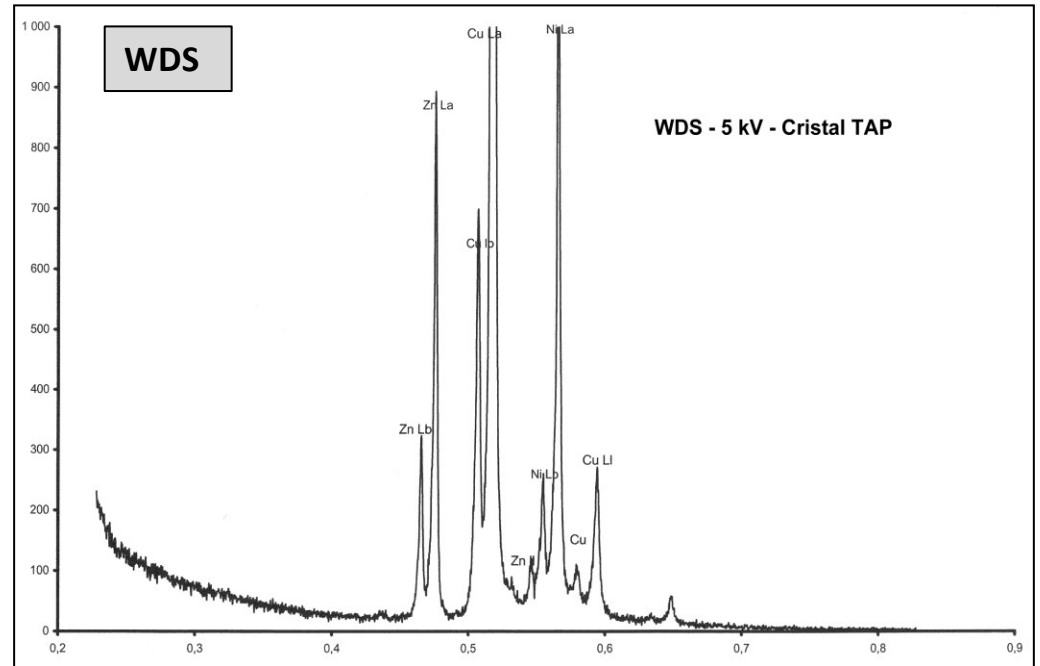
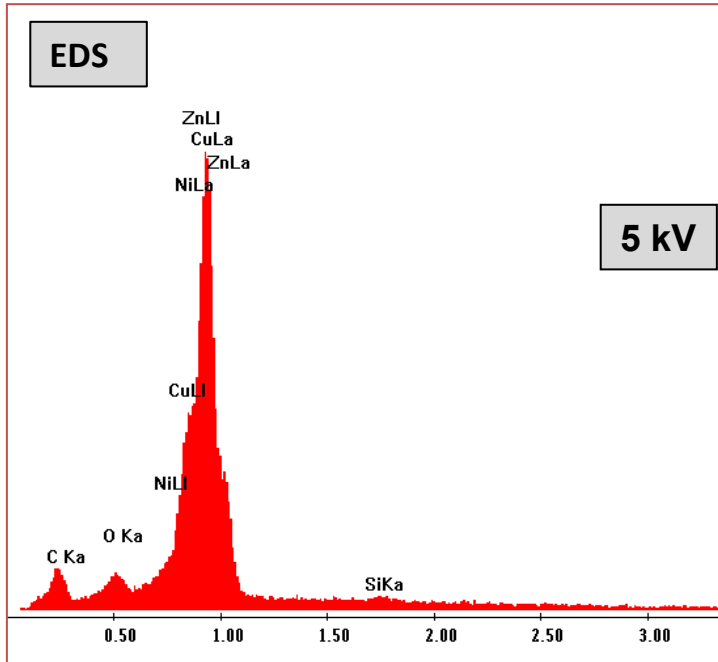
H																	He	
Li	Be											B	C	N	O	F	Ne	
Na	Mg											Al	Si	P	S	Cl	Ar	
K	Ca	Sc	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ga	Ge	As	Se	Br	Kr	
Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Mo	Tc	Ru	Rh	Pd	Ag	Cd	In	Sn	Sb	Te	I	Xe	
Cs	Ba	La	Hf	Ta	W	Re	Os	Ir	Pt	Au	Hg	Tl	Pb	Bi	Po	At	Rn	
Fr	Ra	Ac																
			Ce	Pr	Nd	Pm	Sm	Eu	Gd	Tb	Dy	Ho	Er	Tm	Yb	Lu		
			Th	Pa	U	Np	Pu	Am	Cm	Bk	Cf	Es	Fm	Md	No	Lr		

- raie K
- raie L
- raie M
- raie N

(document Oxford)

### 3 – Difficultés de détection

#### Echantillon de Maillechort



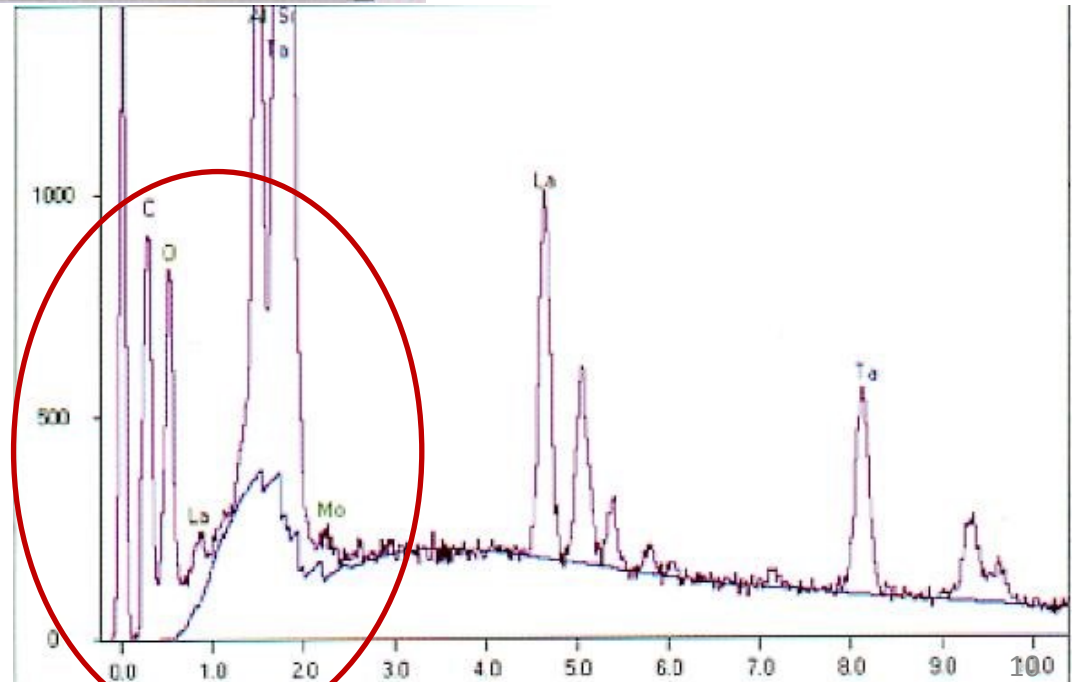
***A basse tension, la résolution de l'EDS peut poser des problèmes d'interférence***

## 4 - Détermination du rayonnement de fond continu



La détermination du fond continu en EDS dans le domaine des faibles énergies peut être délicate...

*Dans le domaine des basses énergies, la détermination du rayonnement de fond continu est généralement peu précise, que ce soit par modélisation ou par l'application d'un filtre numérique (« top hat » ou « chapeau-haut-de-forme »).*

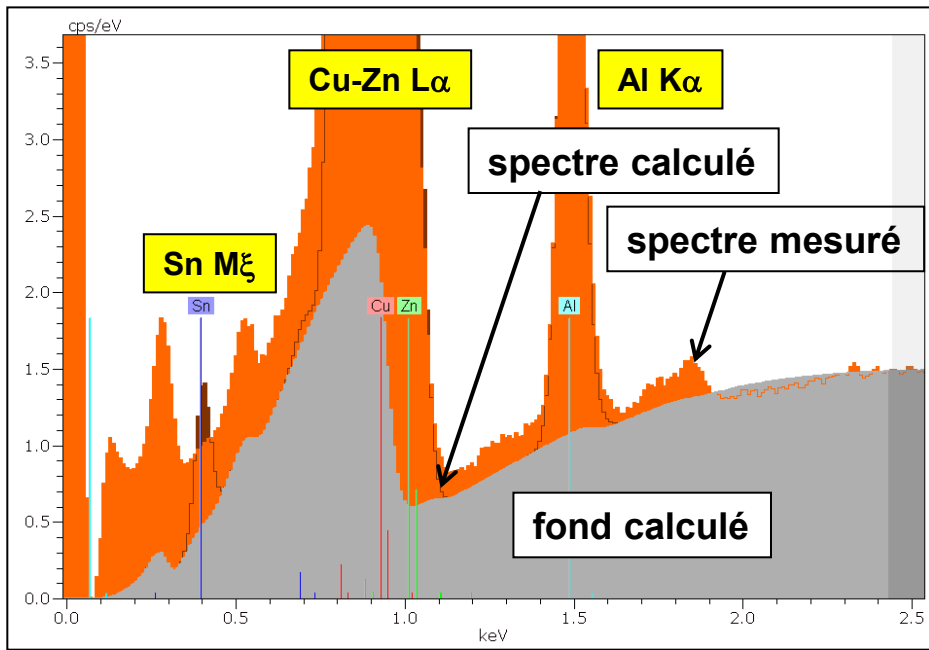


## Alliage cupro-aluminium

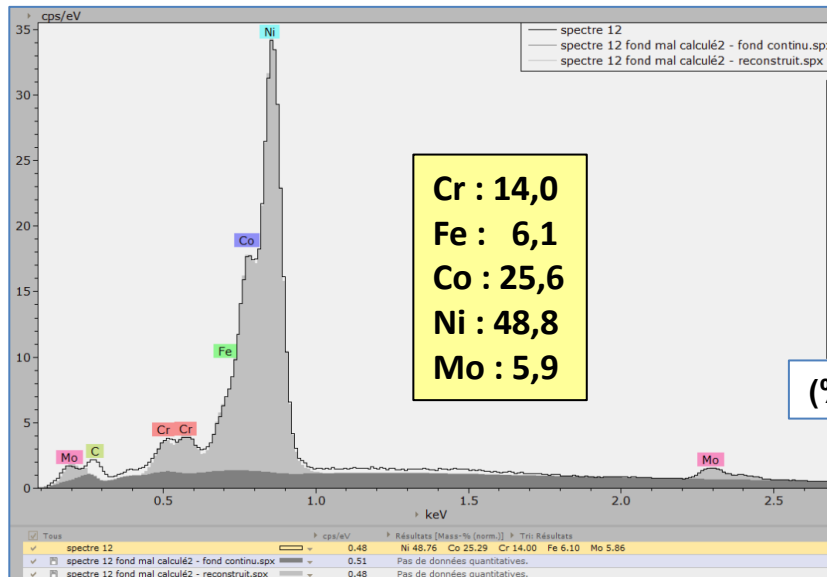
difficulté de déterminer correctement  
le fond continu dans les basses  
énergies (Cf pic du Sn M $\xi$ )  
(25.000 cps/s)

(document UC Louvain la Neuve)

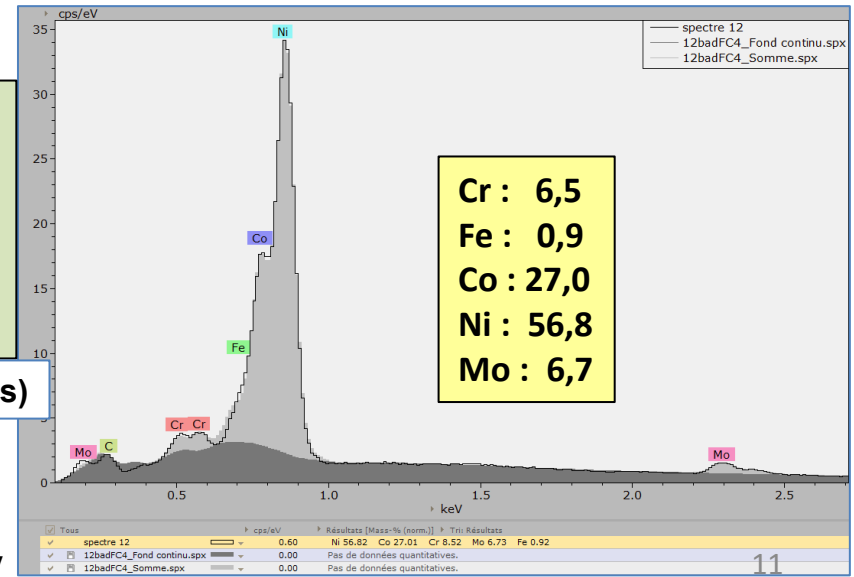
***Cela influe considérablement  
sur les résultats  
de l'analyse quantitative...***



## Verre métallique : Deux exemples (caricaturaux) de mauvaise reconstruction du FC...

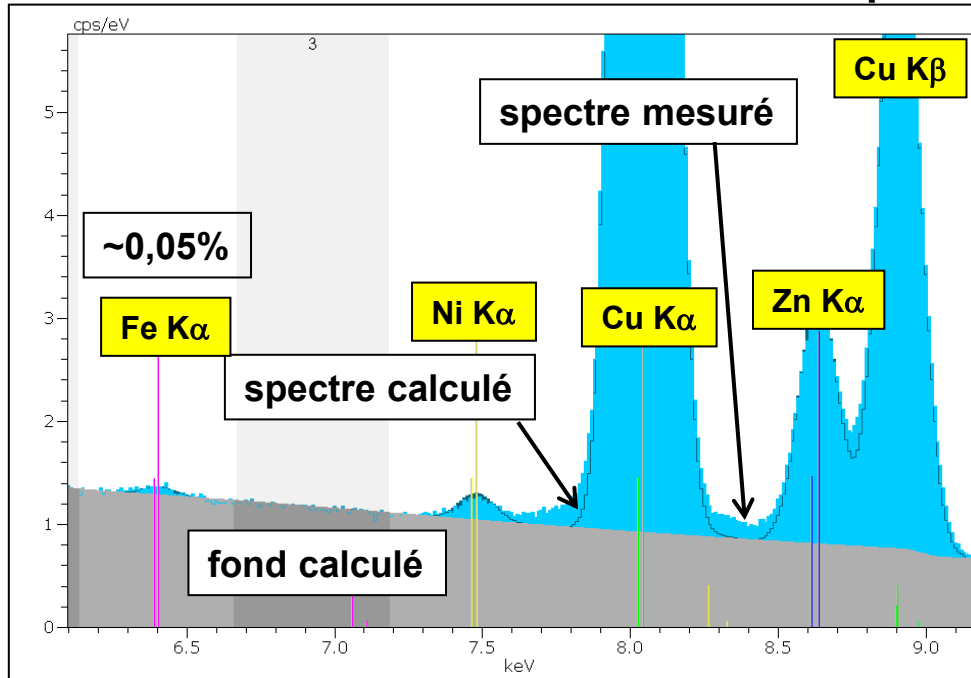


Cr : 10,4  
Fe : 5,6  
Co : 23,4  
Ni : 50,3  
Mo : 6,7  
(% massiques)



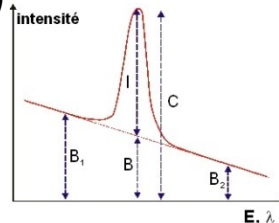
Même dans le domaine des hautes énergies, la détermination précise du fond continu n'est pas toujours facile :

La raie du Ni est surestimée en raison du pied de la raie du Cu (47.000 cps/s)

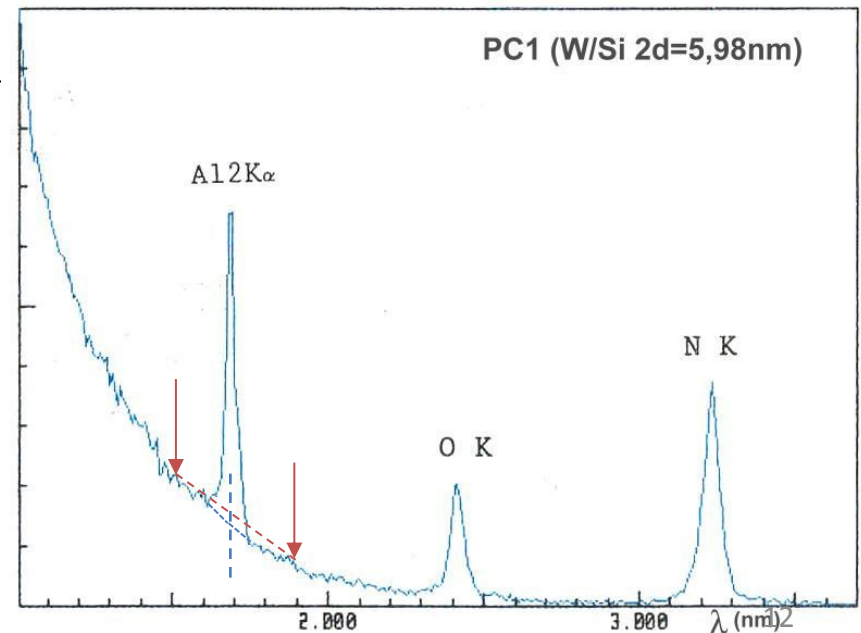


Ni : valeur mesurée : 0,3 % massique  
(valeur ICP : 0,02%)

En WDS, la méthode classique d'interpolation linéaire (moyenne arithmétique)

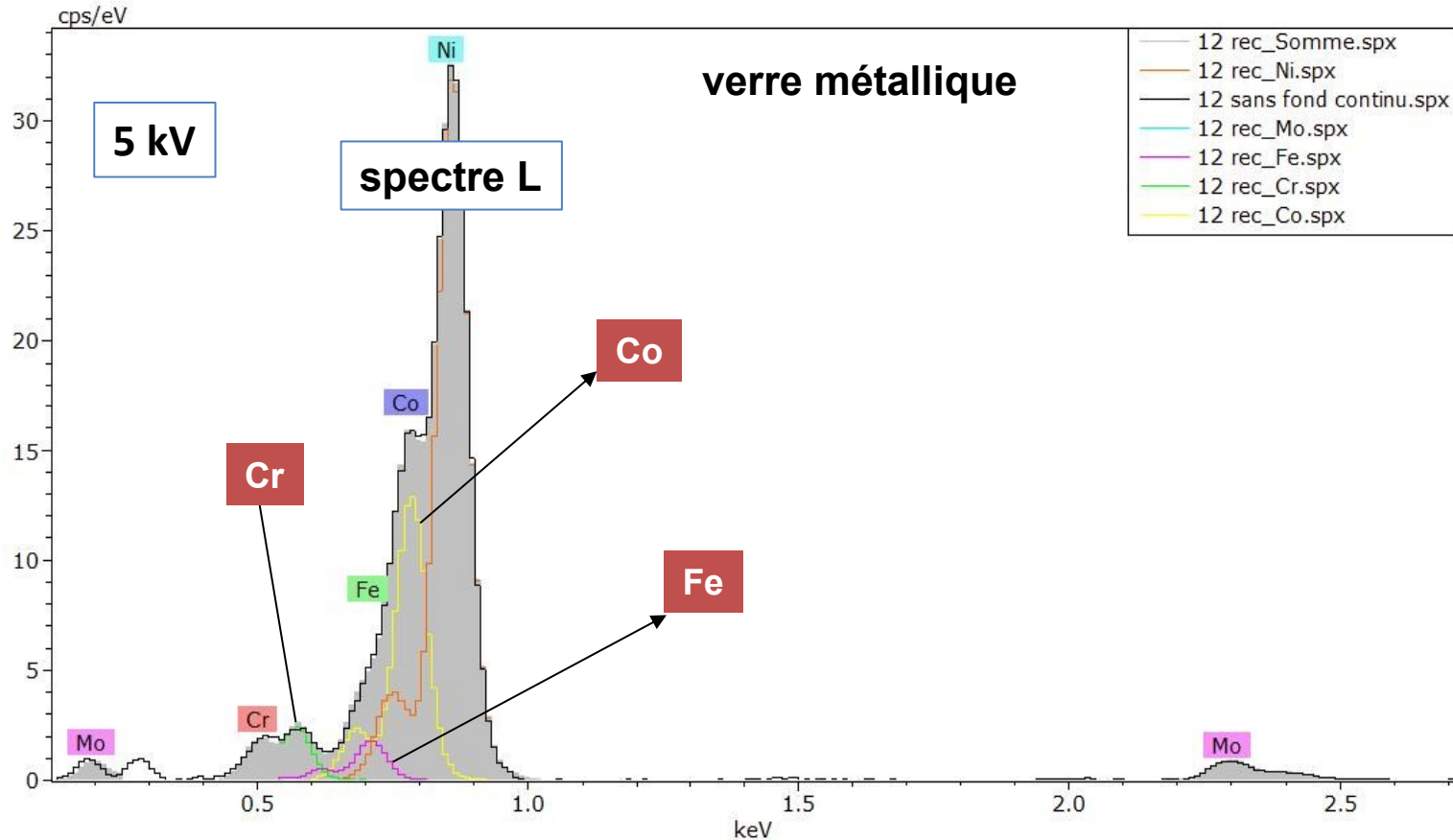


peut se révéler fausse dans le cas des multicouches où le fond continu présente une forte courbure vers les faibles énergies ( $\Rightarrow$  ~ moyenne géométrique)



## 4 – Interférences multiples en EDS

*La multiplicité des raies dans le domaine des basses énergies pose des problèmes d'interférence pas toujours faciles à régler...*



(document CMTC)

**Lors du circuit d'inter-comparaison, plusieurs laboratoires n'ont pu détecter le Fe (le Co et le Cr ont également posé quelques problèmes...)**

## Les aspects quantitatifs

Si en cartographie X l'intérêt de pouvoir travailler à basse tension est évident, qu'en est-il de l'analyse quantitative ? Quelles précisions en attendre ?

### Principe de l'analyse quantitative en microanalyse

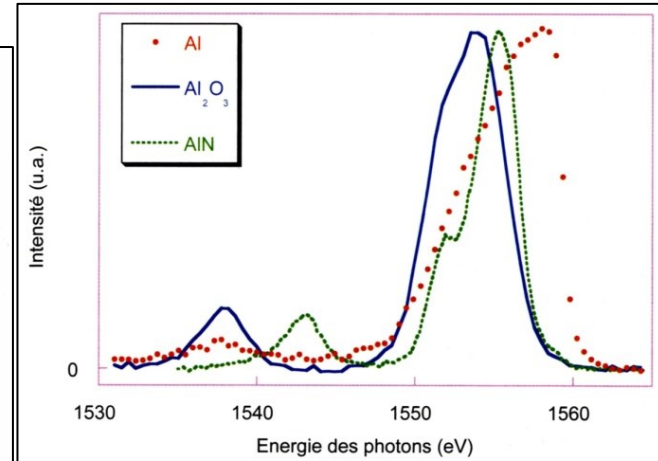
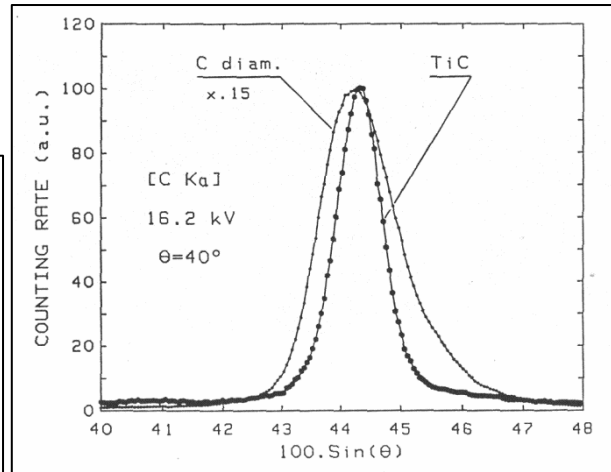
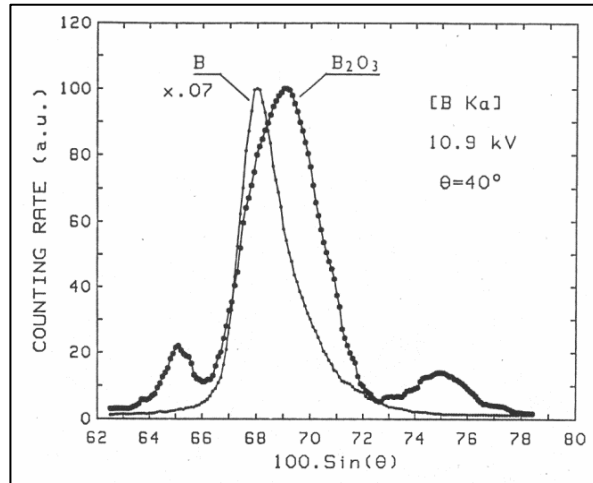
Pour chaque élément A, on détermine le « k-ratio », rapport entre l'intensité X mesurée sur l'échantillon et l'intensité X mesurée sur un échantillon de composition connue (« témoin » ou étalon de référence)

$$k_A = \frac{I_{\text{ech}}^A}{I_{\text{tem}}^A} = C_A f(C_A, C_B, C_C \dots E_0)$$

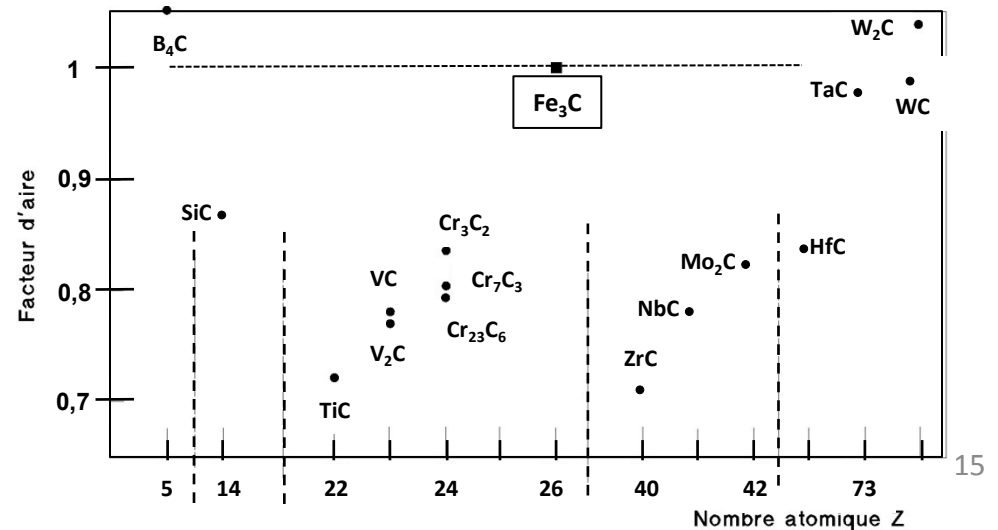
Ce rapport est proportionnel au titre massique de l'élément A par l'intermédiaire d'une relation complexe : les « calculs de correction » qui dépendent de la composition de l'échantillon et des conditions expérimentales...

En EDS, on mesure l'aire du pic après éventuellement une opération de « décomposition » en une série de raies élémentaires (« déconvolution») de manière très classique.

En WDS compte tenu de la forme complexe des pics d'émission, il n'est plus possible de mesurer uniquement la hauteur du pic mais il faut tenir compte de l'aire du pic par un coefficient multiplicatif (le facteur d'aire ou APF area peak factor)...



Exemples de facteurs d'aire mesurés pour différents carbures, normalisés par rapport à  $Fe_3C$  et pour des monochromateurs ODPb et PC1 (W/Si 2d=5,98nm) (@G.F. Bastin 1986)

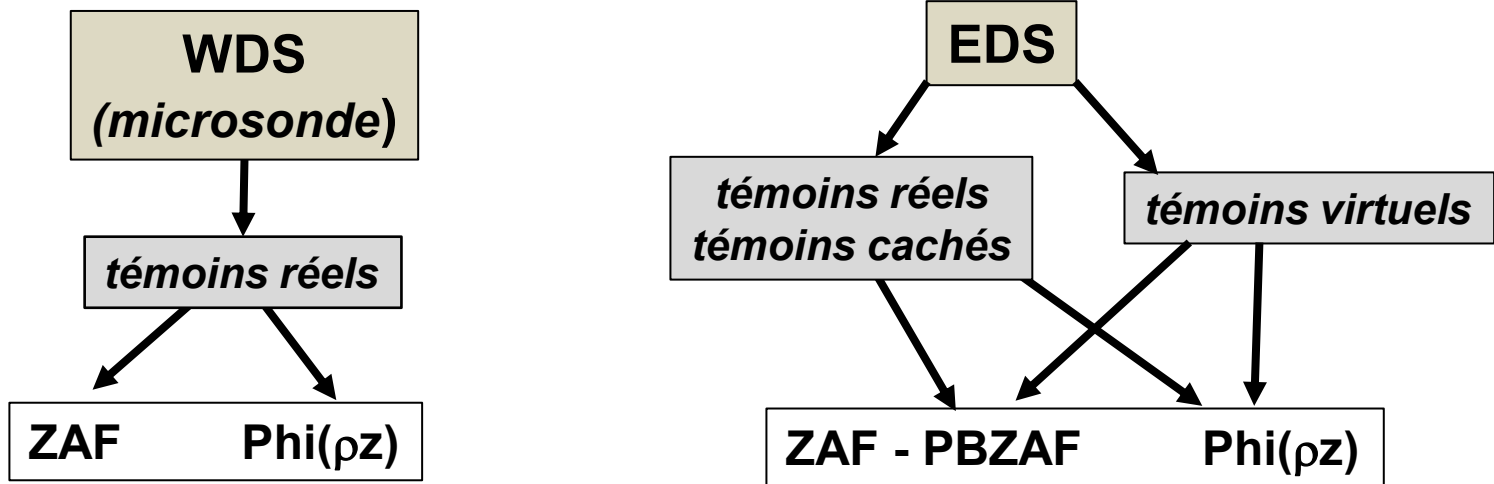


*échantillon inconnu*

$$k_A = \frac{I_{ech}^A}{I_{tem}^A} = C_A f(C_A, C_B, C_C \dots E_0)$$

*Les calculs de correction*

« témoin »



1 – l'utilisation de témoins réels ou « cachés » (spectres réels enregistrés) permet d'éliminer les paramètres physiques qui ne dépendent pas de la composition et qui présentent une certaine imprécision...

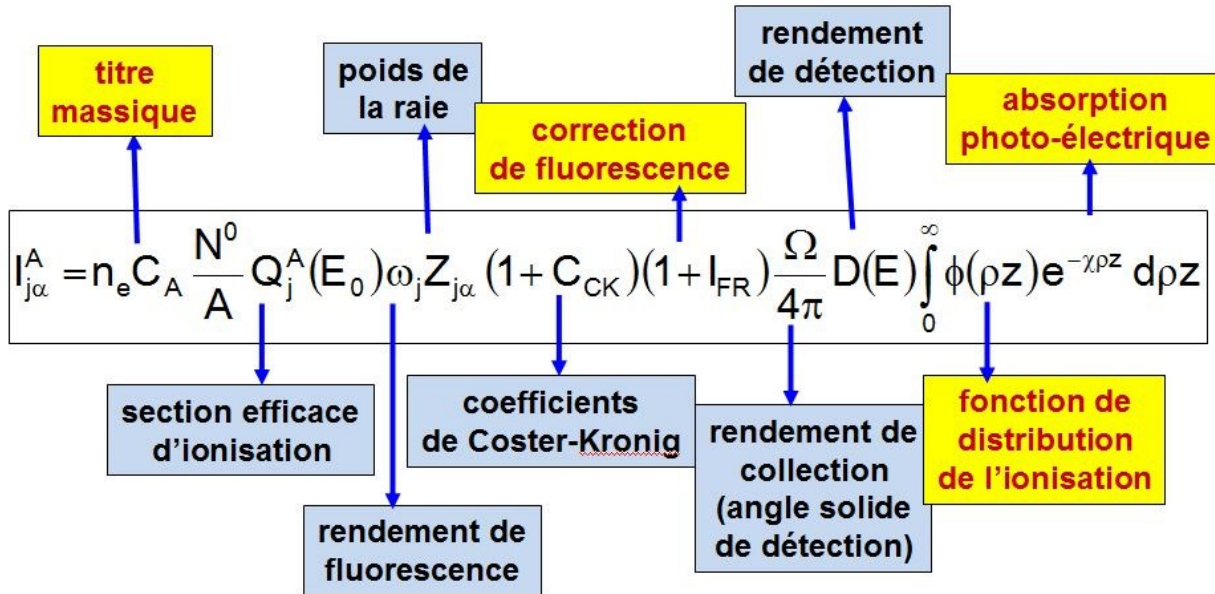
*rendement de fluorescence, poids de la raie, coefficient de Coster-Kronig...*

*D'autant plus que les imprécisions augmentent lorsque l'on passe des raies K aux raies L et M*

2 – Pour l'analyse « sans témoin », on calcule des spectres témoins virtuels où ces paramètres interviennent...

# Relation entre l'émission X détectée et le titre massique

$$k_A = \frac{I_{ech}^A}{I_{tem}^A} = C_A f(C_A, C_B, C_C \dots E_0)$$



## Procédures Phi( $\rho z$ )

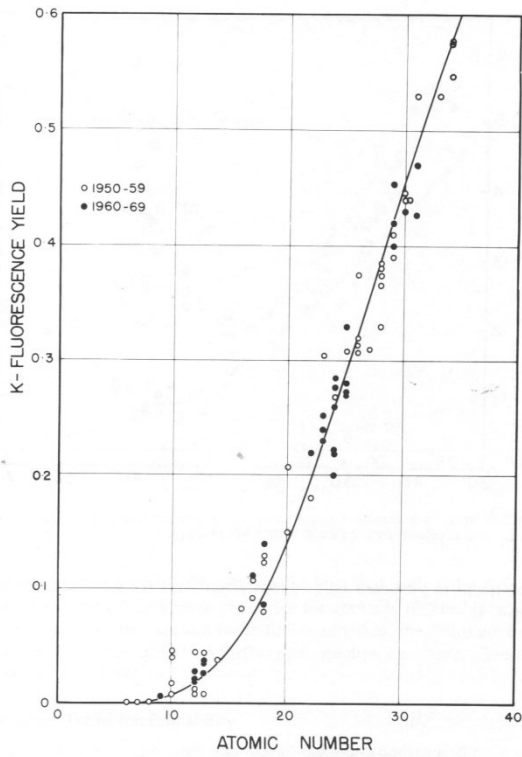
ne dépend pas de la composition  
 dépend de la composition chimique

## Méthode ZAF

$$I_{\theta} = n_e C_A \frac{\eta}{A} \omega_j \mathcal{R} \left[ \int_{E_0}^{E_1} \frac{Q_j^A(E)}{dE/d\rho x} dE \right] \frac{\int_0^\infty \phi(\rho z) \exp(-\chi \rho z) d\rho z}{\int_0^\infty \phi(\rho z) d\rho z} \left( 1 + \frac{I_F}{I_0} \right) \frac{d\Omega}{4\pi} D$$

Validité à basse tension ?

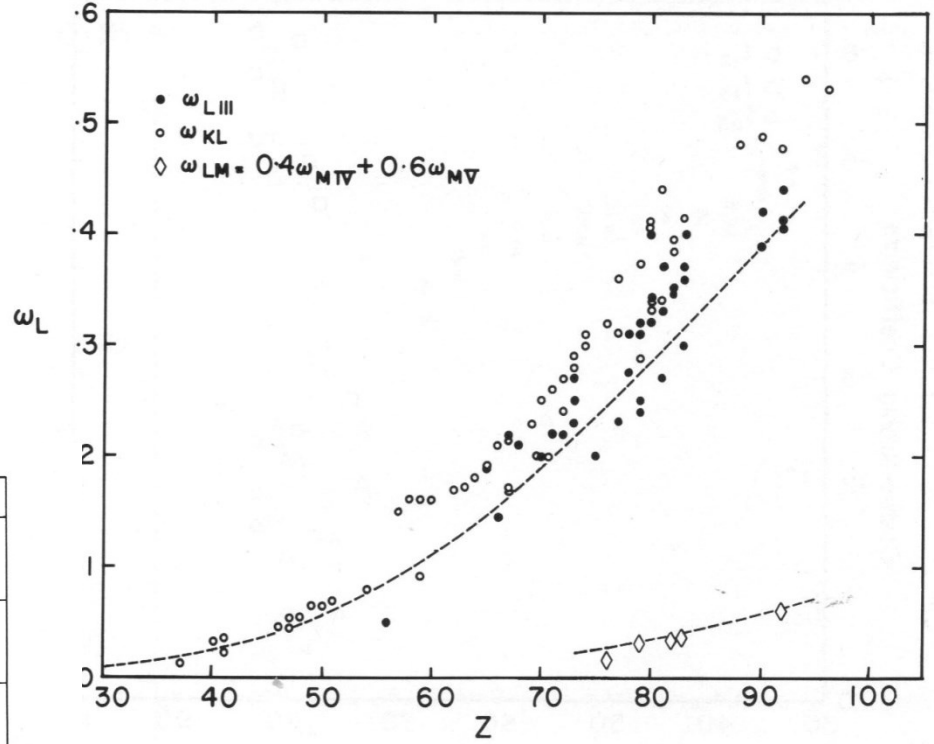
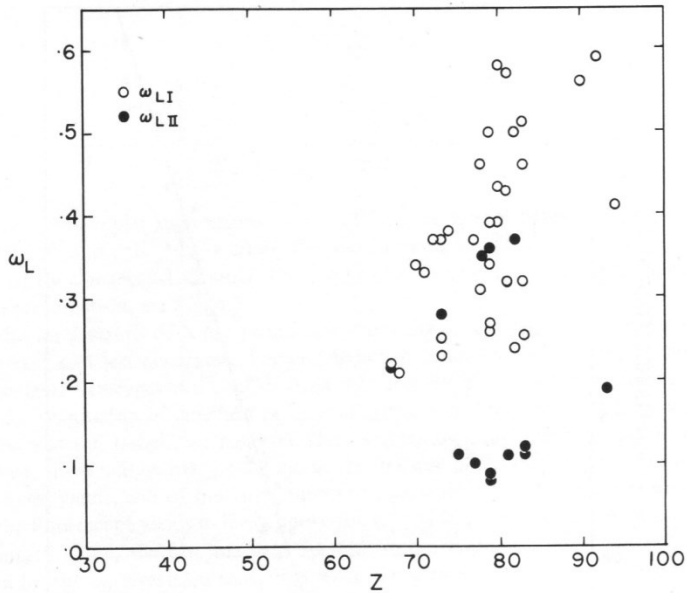
- les fonctions  $\phi(\rho z)$
- section efficace d'ionisation
- loi de ralentissement électronique...



**1 - Les rendements de fluorescence**

**niveaux K**

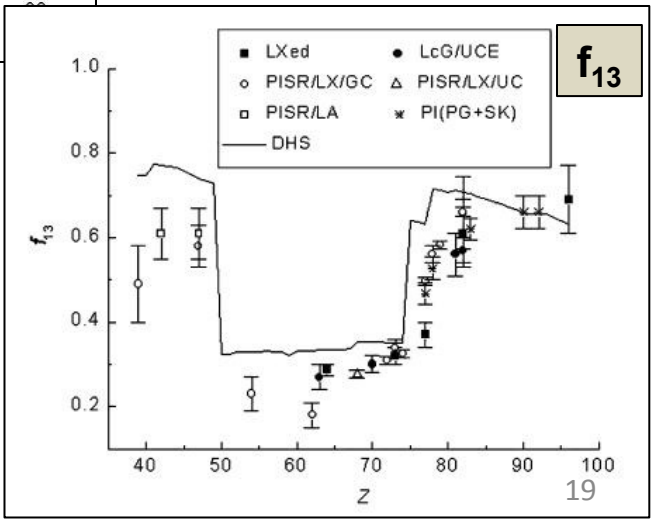
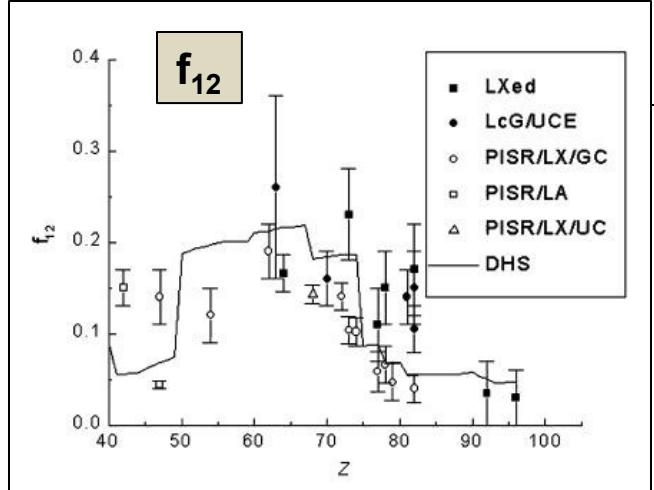
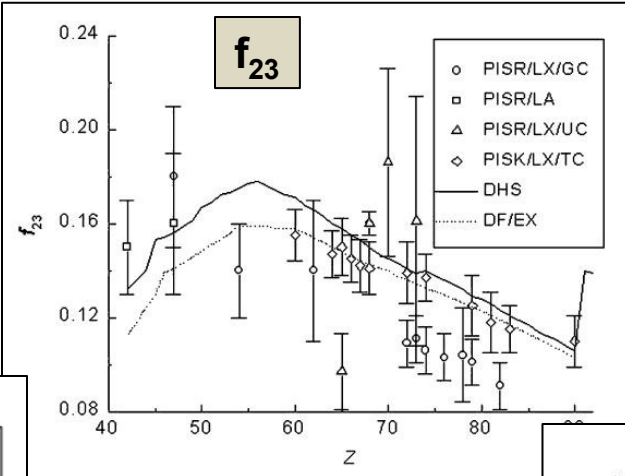
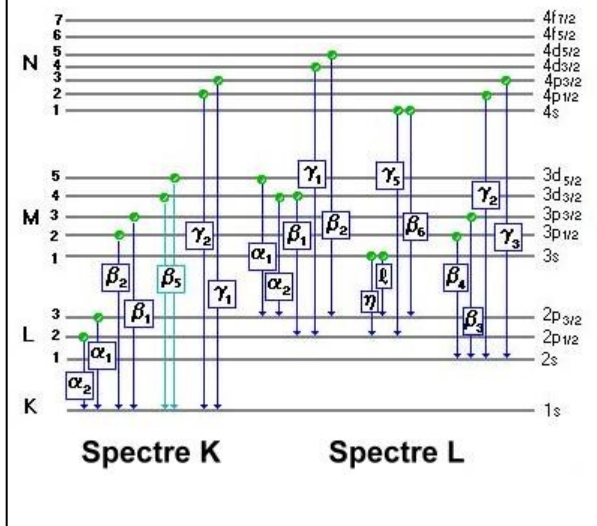
**niveaux L**



Pour les émissions L (et M) le coefficient de fluorescence  $\omega_{LIII}$  doit être corrigé par les coefficients de Coster Kronig...

$$\omega_{LIII}(\text{eff}) = [1 + \frac{1}{2}f_{13} + \frac{1}{2}(1 + f_{12})f_{23}] \omega_{LIII}.$$

**2 - Coefficients de Coster-Kronig**

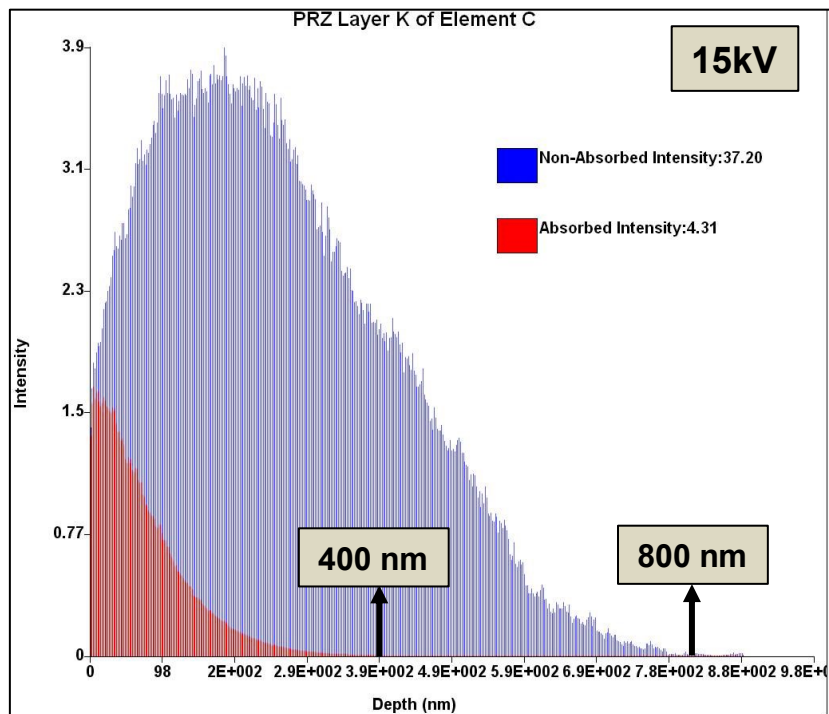


En diminuant la tension on réduit la pénétration mais aussi l'intensité engendrée... en contre partie on réduit aussi l'absorption !

Fonctions  $\phi(\rho z)$

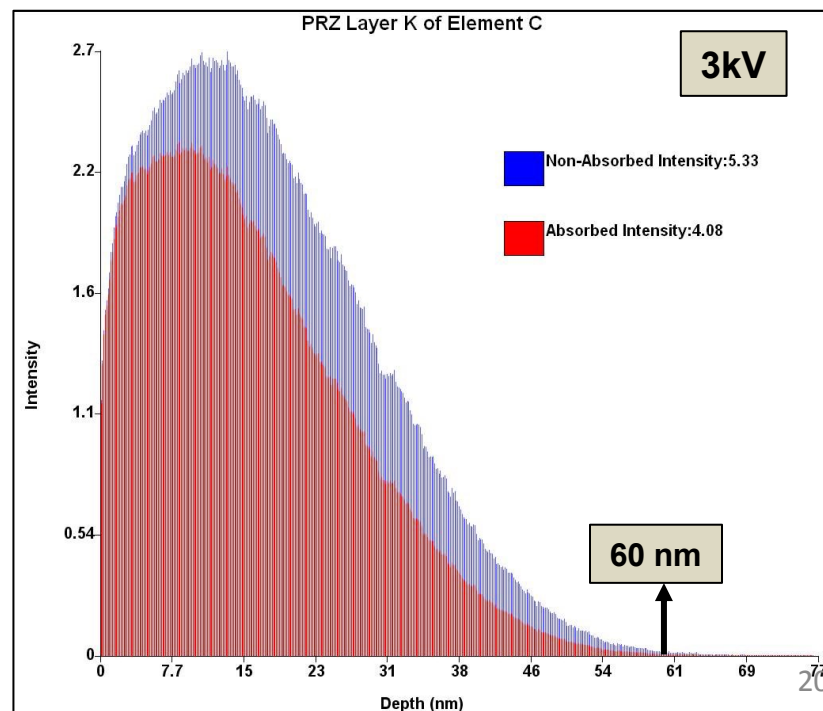
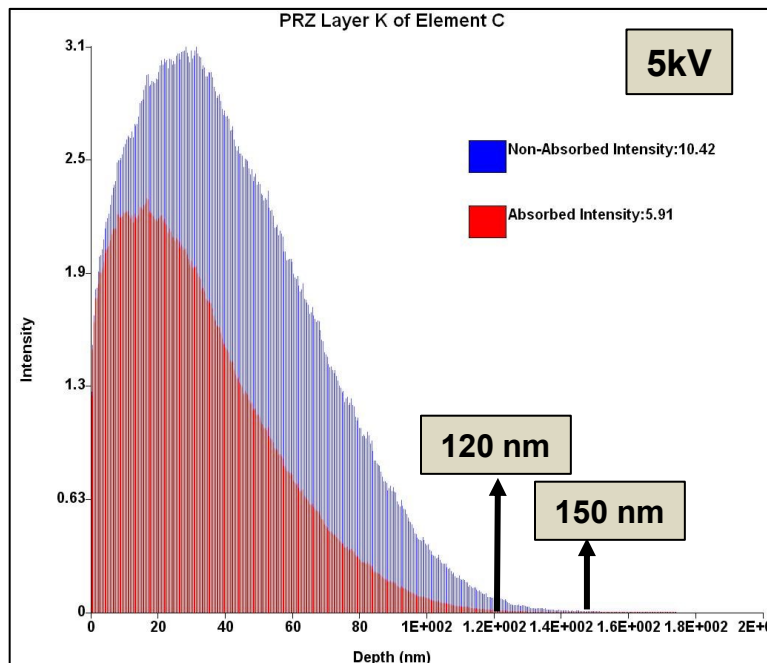
- émission engendrée
- émission émergente

C K $\alpha$ /Carbone



$$\mu_{CK\alpha}^C = 2170 \text{ cm}^2 \text{ g}^{-1}$$

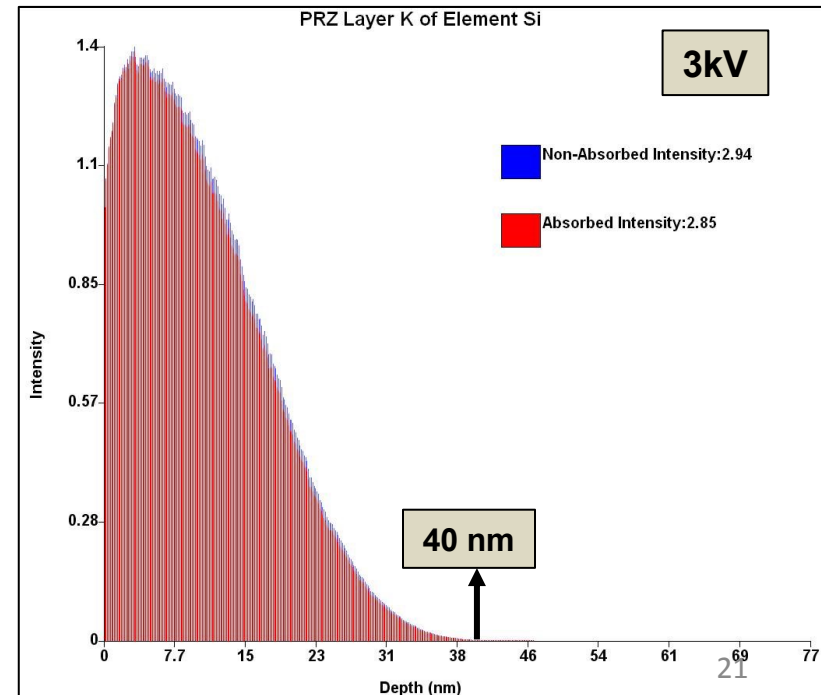
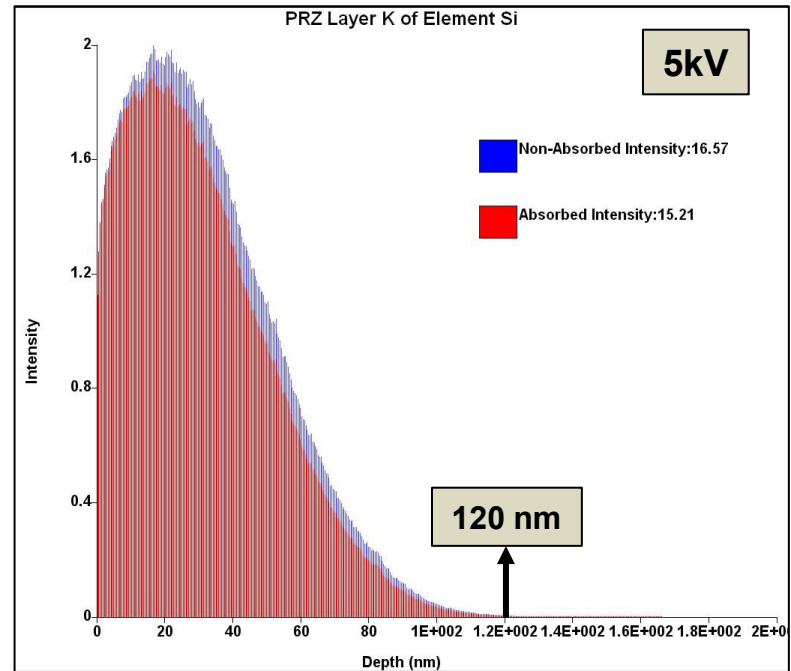
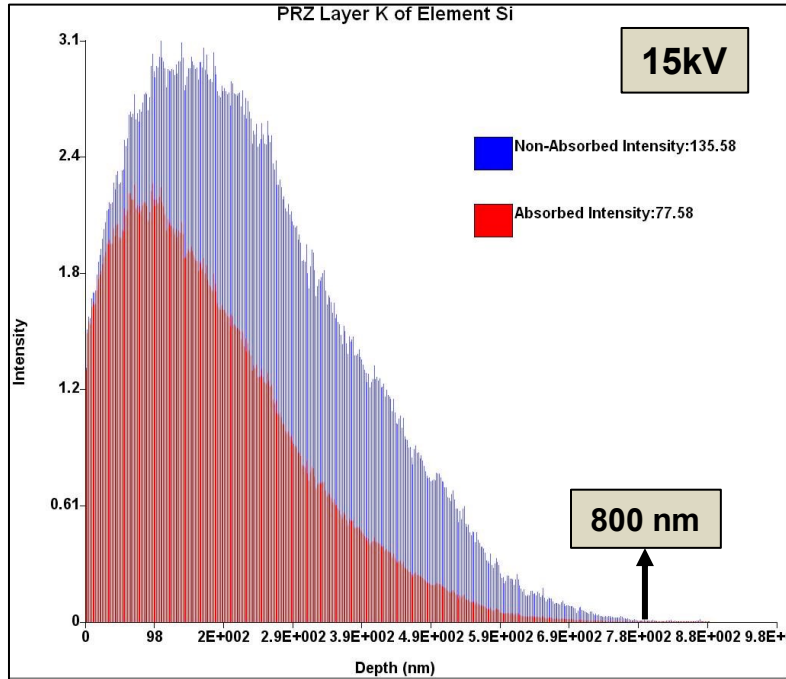
simulations de Monte Carlo  
Casino v2.48 (Université de Sherbrooke)



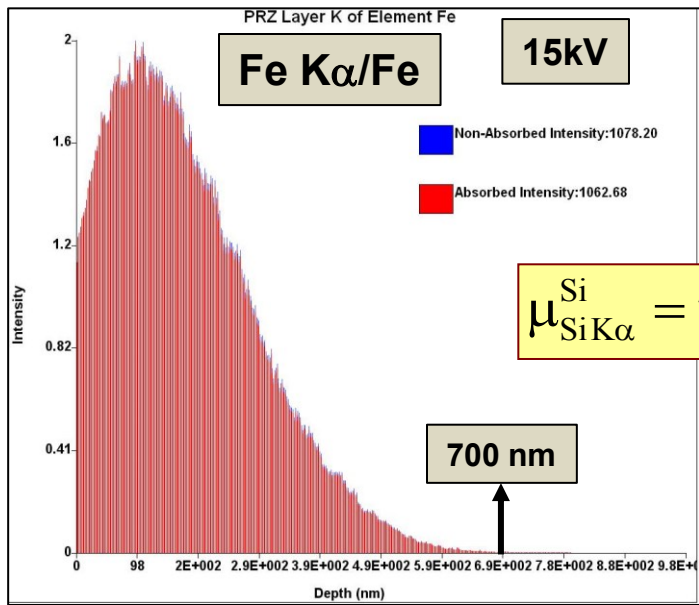
# Fonctions $\phi(\rho z)$

- émission engendrée
- émission émergente

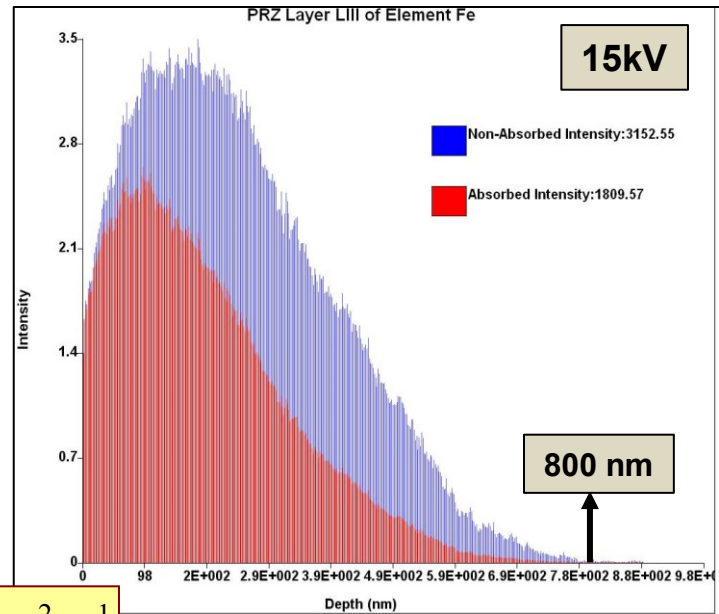
Si  $K\alpha$ /Si



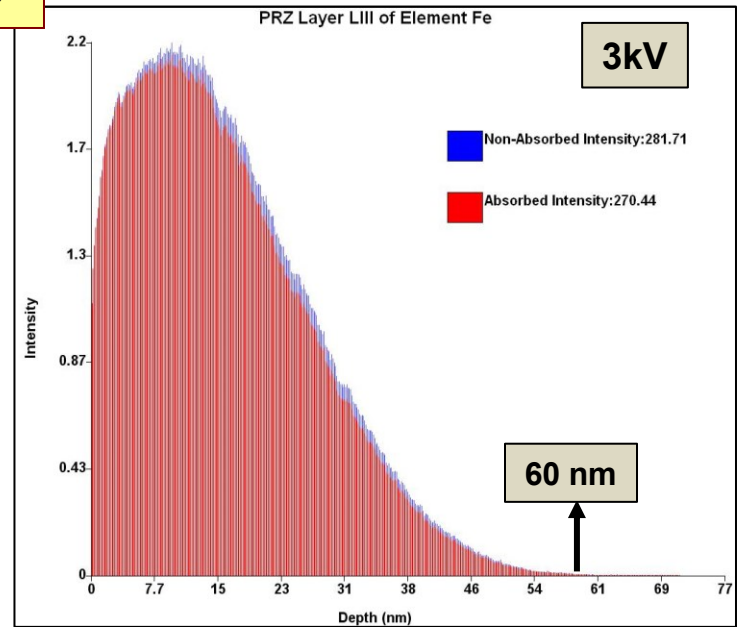
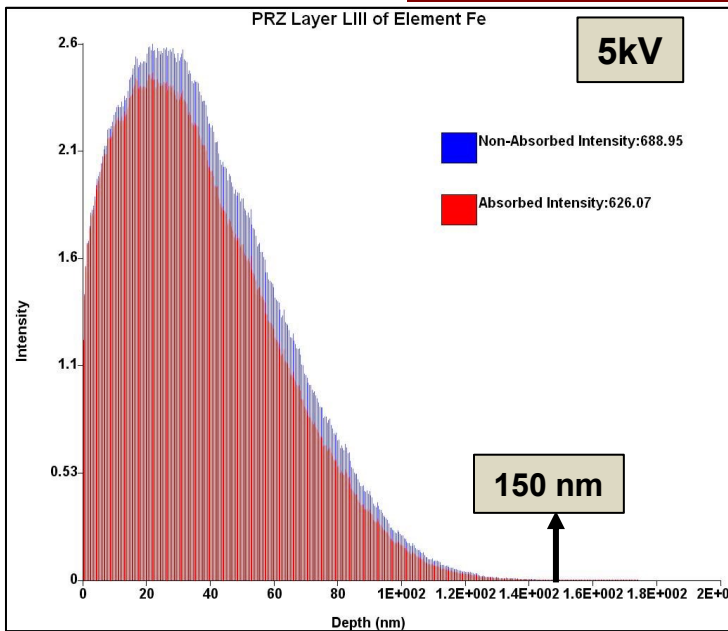
$$\mu_{SiK\alpha}^{Si} = 328 \text{ cm}^2 \text{ g}^{-1}$$



**Fe L $\alpha$ /Fe**



$\mu_{FeL\alpha}^{Fe} = 3648 \text{ cm}^2 \text{ g}^{-1}$



# Incertitude sur les coefficients d'absorption massiques des éléments de transition en raies L

Peu de coefficients d'absorption ont été mesurés directement : la plupart ont été déterminés par interpolation et il subsiste beaucoup de valeurs inexactes ; en particulier pour les rayonnements de faible énergie !

analyse de l'As dans un acier faiblement allié (16MND5)  
(WDS, raie As  $L\alpha$ , témoin AsGa)

As  $K\alpha$  : 10,34 keV  
As  $L\alpha$  : 1,28 keV

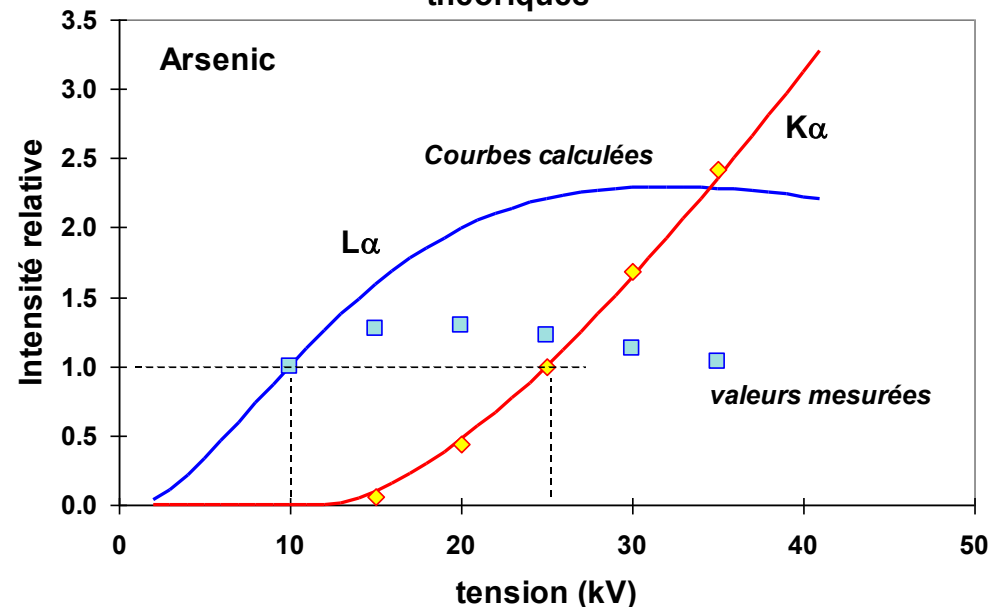
analyse chimique : 110 ppm

10 kV : 190 ppm  
20 kV : 1000 ppm  
30 kV : 2500 ppm

L'analyse à 30kV avec  
la raie As  $K\alpha$  est correcte

?

AsGa - comparaison intensités expérimentales et théoriques

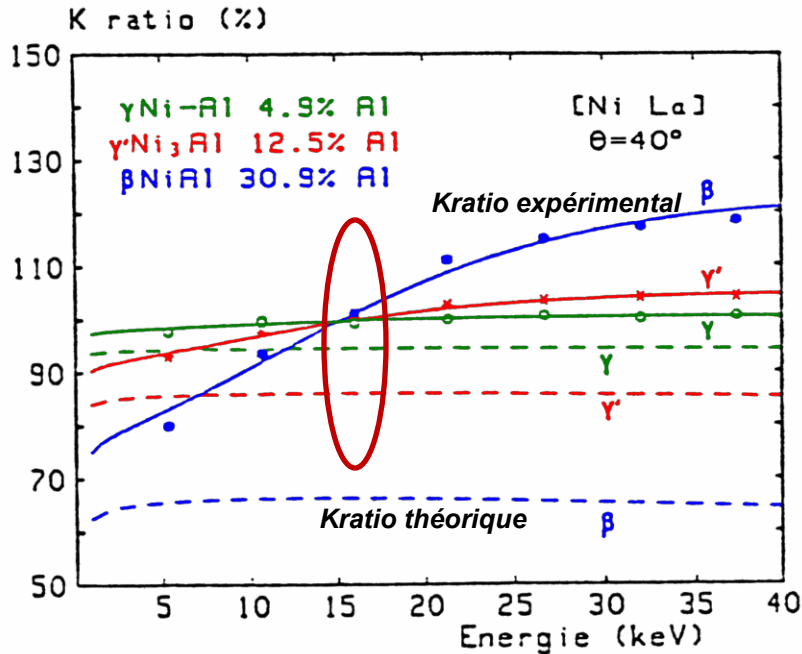


Si le coefficient d'absorption de la raie As  $K\alpha$  dans le Ga est correct, celui de la raie As  $L\alpha$  ( 6683  $\text{cm}^2/\text{g}$ ) est trop faible... sa valeur serait plutôt de l'ordre de 12000 (Document EDF R&D)

## Exemple : Analyse d'alliage de Ni

### Variation du « k-ratio » en fonction de la tension

© J.L. Pouchou



- On observe qu'à 15 kV, les k-ratios sont identiques pour toutes les compositions !

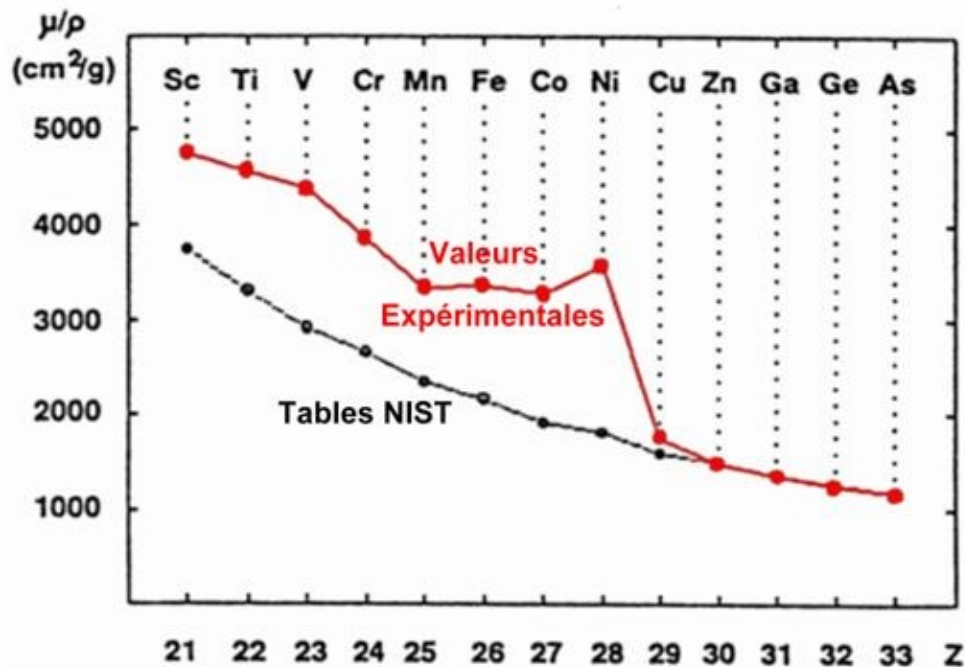
- D'après les tables :  $\mu_{NiL\alpha}^{Ni} = 1600 \text{ cm}^2 \text{ g}^{-1}$

- Or pour le Ni pur, il serait plutôt de  $3324 \text{ cm}^2 \text{ g}^{-1}$  (calculs XMAC)

- En faisant varier la teneur en Ni, on constate que la valeur du coefficient d'auto-absorption du Ni diminue avec la teneur en éléments d'addition pour se rapprocher de la valeur théorique...

En « ---- » variation du kratio théorique utilisant la valeur de la table (tabulée)

- En fait, ce phénomène est commun à tous les éléments de transition
- A partir du Cu on retrouve les valeurs théoriques...

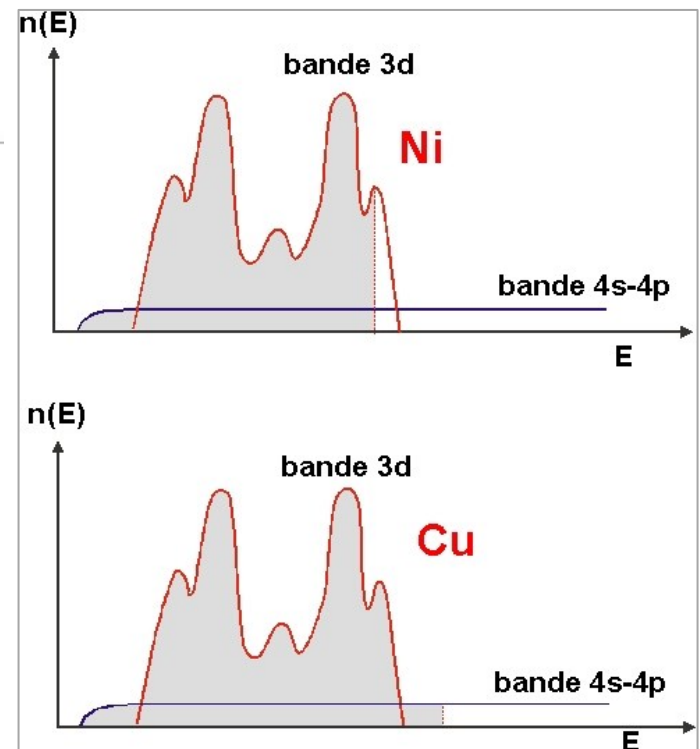


Coefficients d'autoabsorption des raies L des éléments de transition, déduits des mesures de la variation de l'émission X émergente en fonction de la tension d'accélération. Comparaison avec les valeurs de la table NIST.

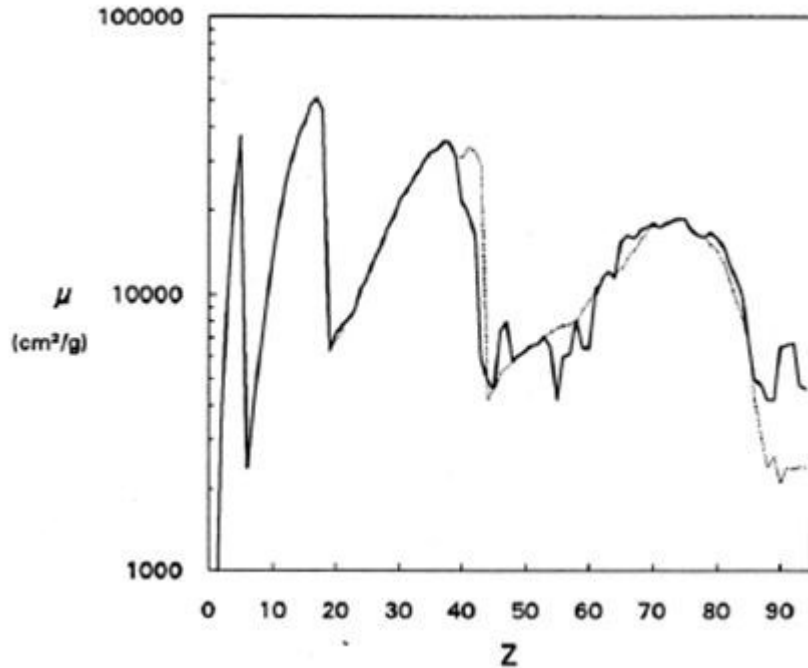
Le coefficient de la table est calculé par une loi en puissance qui suppose la couche 3d complète.

Dans le Ni pur, le coefficient *d'autoabsorption* est augmenté par une contribution supplémentaire due à la possibilité d'éjecter un électron de la 2d vers un site inoccupé de la 3d.

Dans un alliage, la couche 3d va se remplir en fonction de la teneur en élément d'addition et donc on va se rapprocher de la valeur tabulée ! *Ce phénomène n'existe pas à partir du Cu où la 3d est complète.*



Même si à basse tension l'absorption est faible elle n'est pas nulle et en particulier pour les rayonnements des éléments très légers comme le bore (183eV), le carbone (277eV) et l'oxygène (525eV) les coefficients d'absorption sont très élevés et présentent une forte dispersion...



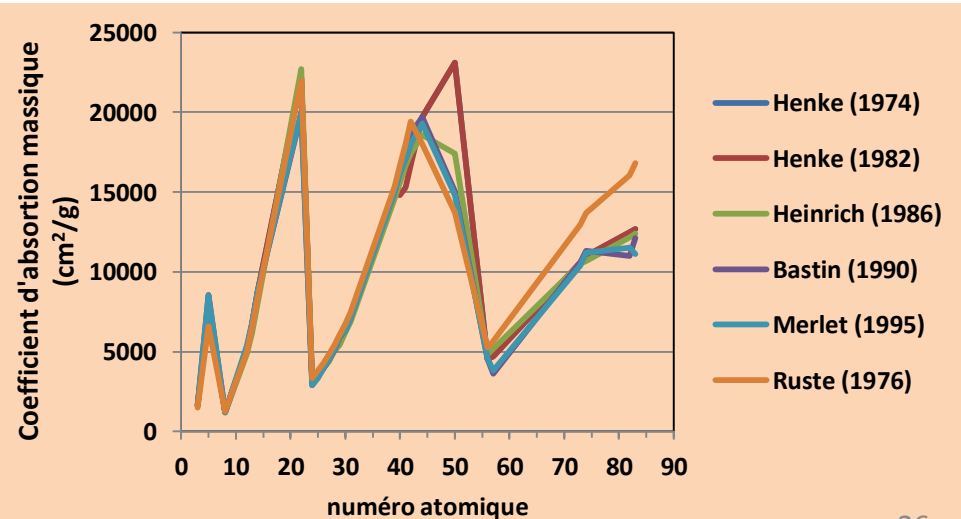
Variation du coefficients d'absorption de la raie C K en fonction du nombre atomique de l'absorbeur selon B.L. Henke

— Henke 1982  
- - Henke 1974

Auteur	$\mu_C^{Fe}$ (cm <sup>2</sup> /g)
Ranzetta-Scott (1964)	23000
Fornwalt-Manziona (1966)	21000
Duncumb (1967)	11000
Kohlhaas-Scheidung (1970)	10000
Barkalow (1972)	15000
Henke (1974)	13300
Henke (1982)	13900
Pouchou (1986)	13500

Quelques valeurs du coefficient d'absorption du carbone dans le fer selon différents auteurs

variation du coefficient d'absorption de la raie de l'oxygène en fonction de l'absorbant selon différents auteurs



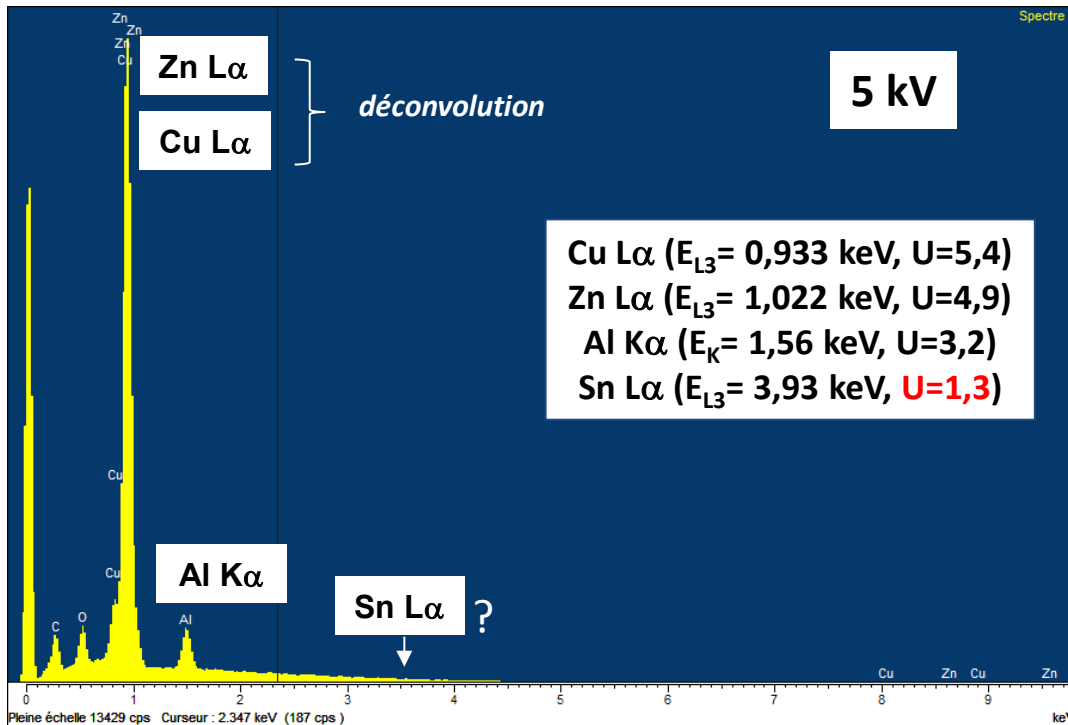
## Coefficient d'absorption de la raie B K dans différents substrats selon différents auteurs

Element	Henke (1974)	Henke (1982)	Henke (1993)	Heinrich (1987)	Bastin et Heijligers (1996)	Pouchou et Pichoir (1991)	Merlet (1994)
B	3353	3350	3350.	2861	3350.	3500.	3350
C	6456	6350	6400	5945	6450	6750.	6500.
N	10570	11200	10900	10118	10400	11000.	10800.
Al	65170	64000	77300	66069	65000	64000.	63200.
Si	74180	84000	86100	83702	81400	80000.	77300.
Ti	15280	15300	16800	17132	15100	15000.	14800.
V	16710	16700	19900	19490	18250	18000.	18100.
Cr	20670	20700	22400	22734	20200	20700.	20000.
Fe	25780	27600	31000	28799	27000	27800.	27000.
Co	28340	30900	30900	31293	33000	32000.	33000.
Ni	33090	35700	39600	35672	41500	37000.	35700.
Zr	38410	8270	7240		4330	4400.	4250.
Nb	4417	6560	5470	3822	4600	4500.	4300.
Mo	4717	5610	5710	4208	4400	4600.	4150.
La	3826	3730	3400	11654	2900	2500.	2670.
Ta	20820	20800	20800	17642	21800	23000.	20200.
W	19660	19700	19400	17167	20400	21000.	18700.
U	2247	9020	9600		8000	7400.	7450

# Quelle précision peut-on attendre d'une analyse quantitative à basse énergie ?

⇒ Echantillon test (Round-Robin test)

## 1 - Circuit d'intercomparaison 2009 : Cupro-aluminium (*pièce de 10 cts d'euro*)



**Alliage Cu (89%) – Al (5%)  
Zn (5%) – Sn (1%)**

Cet échantillon a circulé dans différents laboratoires en France (GN-MEBA) et en Belgique (Université Catholique de Louvain la Neuve). Les analyses ont été faites à 20kV et à 5 kV.

**Exemple : résultats obtenus dans le circuit d'intercomparaison belge par EDS**

	moyenne			
5kV	Al	Cu	Zn	Sn
labo1	3,34	91,66	4,98	0,02
labo2	3,62	37,94		
labo3	4,74	90,03	5,23	
	4,73	90,25	5,03	
labo4	4,74	95,26		
labo5	4,55	83,46	11,94	0,06
	3,47	90,80	4,54	1,19
labo6	4,13	95,46		
	5,28	93,65		
	5,28	90,54	1,06	
	5,22	91,23		
labo7	3,49	89,90	6,62	
labo8	3,34	90,80	5,42	0,44
20 kV	4,75	88,39	5,14	0,93
ICP	4,6	90,75	4,56	0,68

**Analyses à 5 kV**

**N: 16,6%, O : 41,85% (métallisation Au)**

pic de fuite Au M $\alpha$

60 Pa

20 Pa

100 Pa

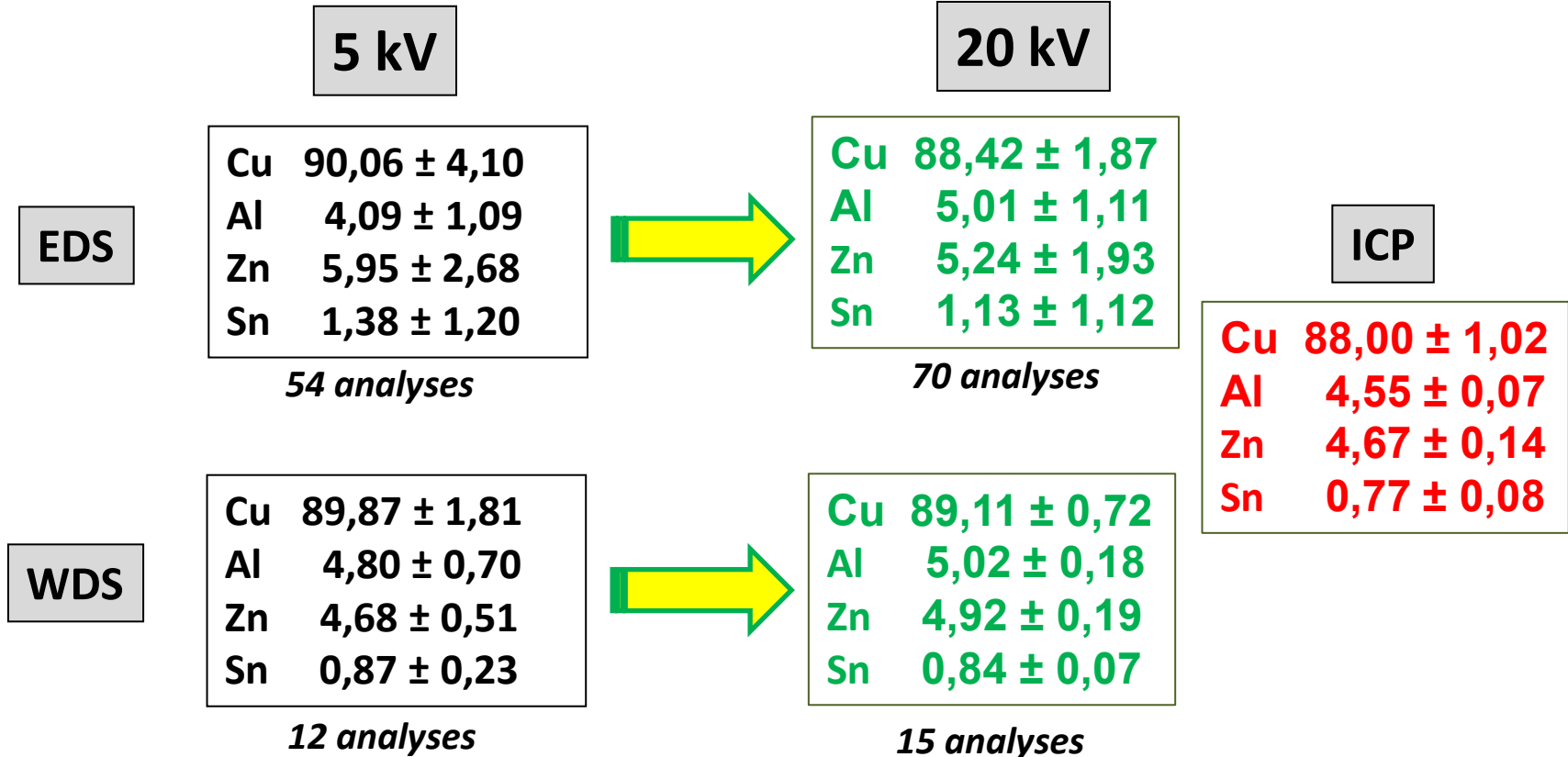
**Al : 3,34 à 5,28%**  
**Cu : 83,46 à 95,46%**  
**Zn : 1,06 à 11,94%**  
**Sn : 0,02 à 1,19%**

*Moyenne des analyses à 20kV*

*Moyenne des analyses par ICP*

- Malgré les difficultés, Al et Cu ont été à peu près correctement analysés
- Pour le Zn, analyses correctes sauf pour 2 labos
- Pour le Sn une seule analyse satisfaisante

# Résultats obtenus dans le circuit d'intercomparaison GNMEBA (teneur massique)



On peut constater que :

1 – En EDS, l'analyse à basse tension est beaucoup moins précise qu'à 20 kV  
*(mais en moyenne assez proche cependant...)*

*Dans tous les cas, la teneur en Sn est toujours surévaluée en EDS*

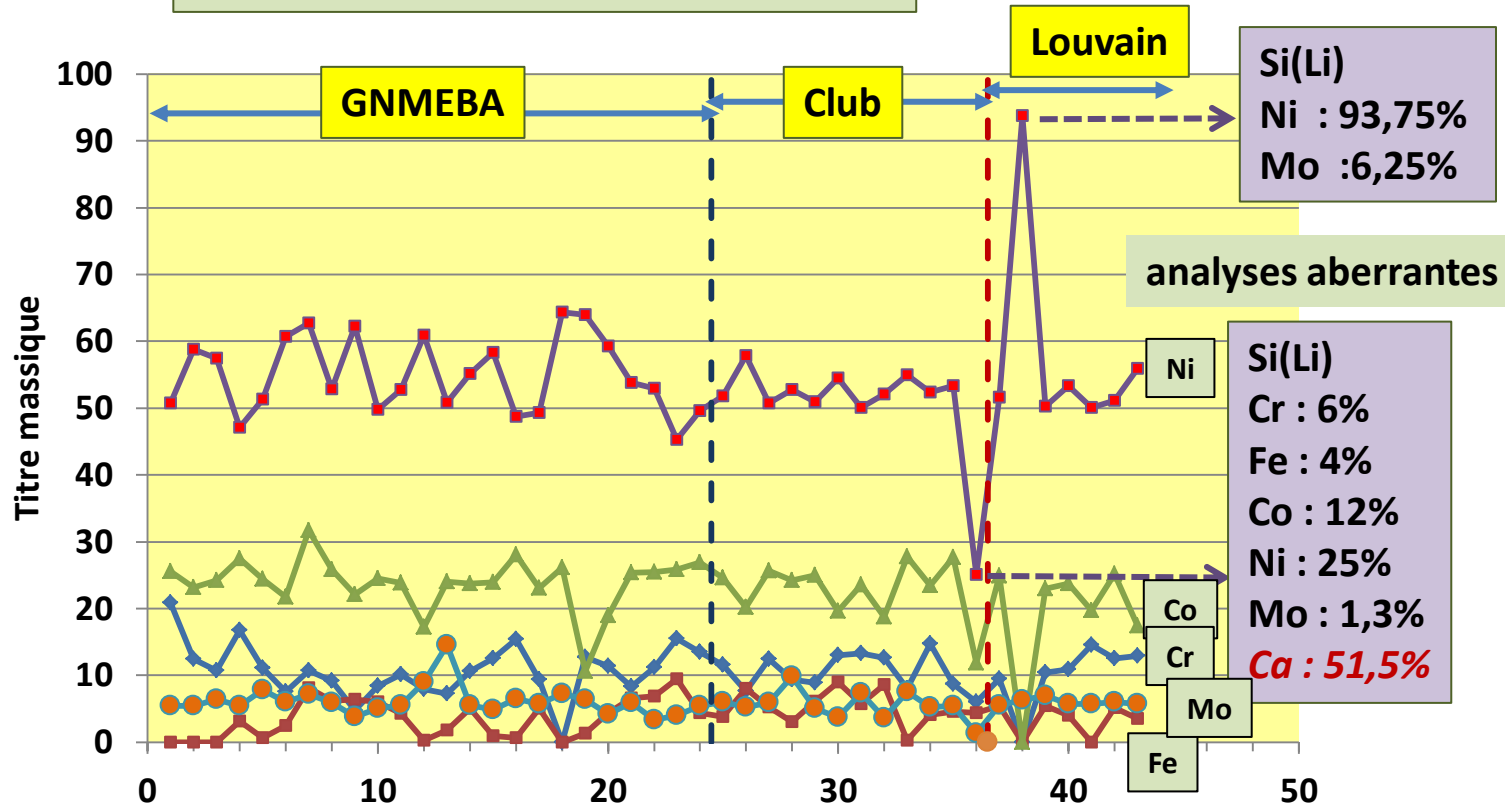
2 – En WDS, les résultats sont très proches de ceux obtenus à 20kV  
*(avec juste une dispersion un peu plus élevée...)*

## 2 - Circuit d'intercomparaison 2012 : un verre métallique

B : 3,6%  
 Cr : 10,4%  
 Fe : 5,6%  
 Co : 23,4%  
 Ni : 50,3%  
 Mo : 6,7%

Composition  
 massique

5 kV : ensemble des résultats EDS



B :  $3,1 \pm 2,0$  [0,5 → 7,7]  
 Cr :  $10,5 \pm 3,8$  [0 → 20,8]  
 Fe :  $3,9 \pm 2,8$  [0 → 9,4]  
 Co :  $22,8 \pm 5,3$  [0 → 31,7]  
 Ni :  $54,0 \pm 4,7$  [45,3 → 64,3]  
 Mo :  $6,0 \pm 1,9$  [3,3 → 14,6]

Par rapport à 20 kV, les analyses à 5 kV sont beaucoup plus dispersées  
 Certains éléments (Fe, Cr et Co) n'ont pas toujours pu être détectés

## Analyse WDS 5 kV

## Circuit d'intercomparaison 2012 : un verre métallique

	B	Cr	Fe	Co	Ni	Mo
Microsonde	3,7±0,5	10,0±1,3	4,8±1,3	26,0±2,6	56,8±6,1	7,1±0,9
WDS sur MEB	2,5	7,7±1,8	5,3±2,2	26,3±3,3	60,7±3,4	6,8±0,3
teneur théorique	3,6	10,4	5,6	23,4	50,3	6,7

- 1 – L'analyse du bore par microsonde est correcte
- 2 – La teneur en Fe est sous évaluée pour les 2 techniques
- 3 – L'analyse en Cr par microsonde est correcte, la teneur obtenue par WDS-MEB est sous évaluée
- 4 – Les teneurs en Co et Ni sont fortement surévaluées par les 2 techniques  
*quantification ? coefficient d'absorption massique des raies L ?  
 probablement métallisation des témoins mais pas de l'échantillon...  
 ⇒ d'où une sous-estimation de l'intensité des témoins*
- 5 – La teneur en Mo est correctement évalué

### EDS 5 kV

B : 3,1 ± 2,0 [0,5 → 7,7]  
 Cr : 10,5 ± 3,8 [4,8 → 20,8]  
 Fe : 3,9 ± 2,8 [0,2 → 9,4]  
 Co : 22,8 ± 5,3 [10,6 → 31,7]  
 Ni : 54,0 ± 4,7 [45,3 → 64,3]  
 Mo : 6,0 ± 1,9 [3,3 → 14,6]

### microsonde 5 kV

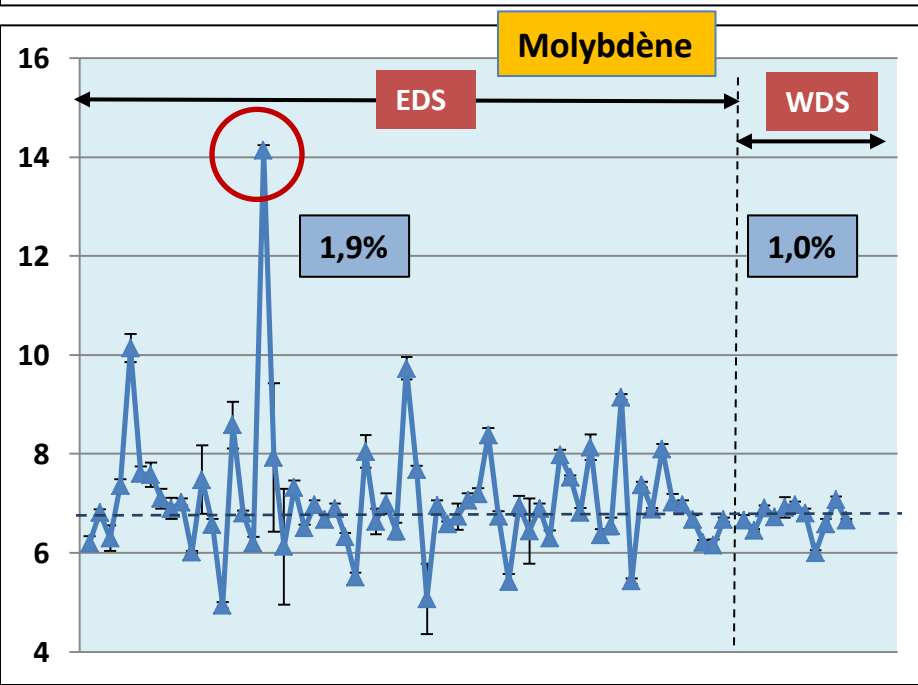
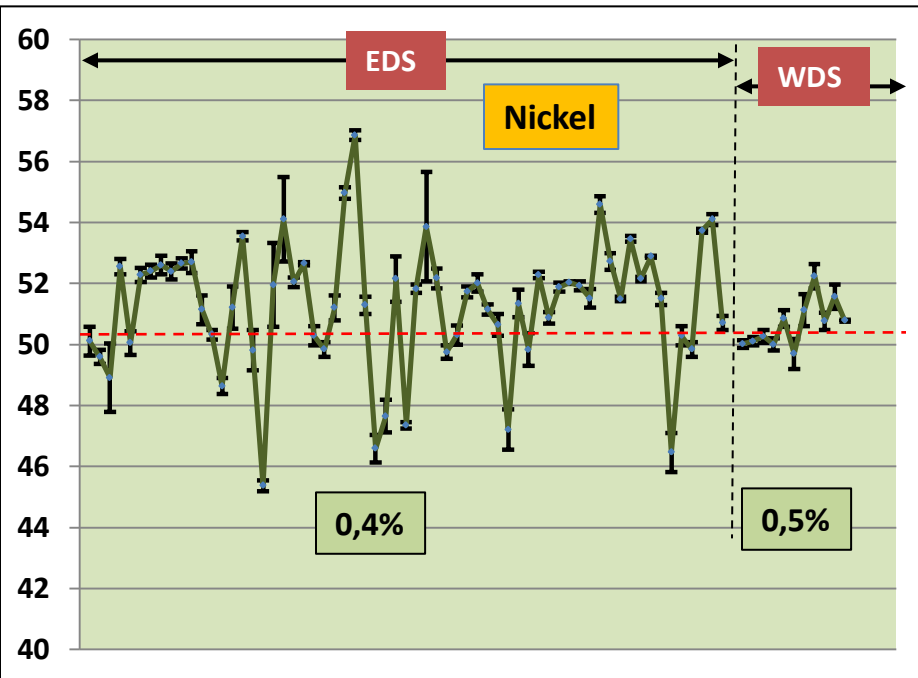
B : 3,7 ± 0,5 [3 → 4,4]  
 Cr : 10,0 ± 1,3 [7,7 → 12]  
 Fe : 4,8 ± 1,3 [3,5 → 7,1]  
 Co : 26,0 ± 2,6 [22,8 → 30,0]  
 Ni : 56,8 ± 6,1 [50,0 → 67,3]  
 Mo : 7,1 ± 0,9 [4,2 → 8,9]

### valeurs théoriques

3,6 %  
 10,4%  
 5,6%  
 23,4 %  
 50,3 %  
 6,7 %

*Les résultats des analyses à 5kV par EDS sont plus dispersées que par microsonde* 32

# Circuit d'intercomparaison 2012 : un verre métallique



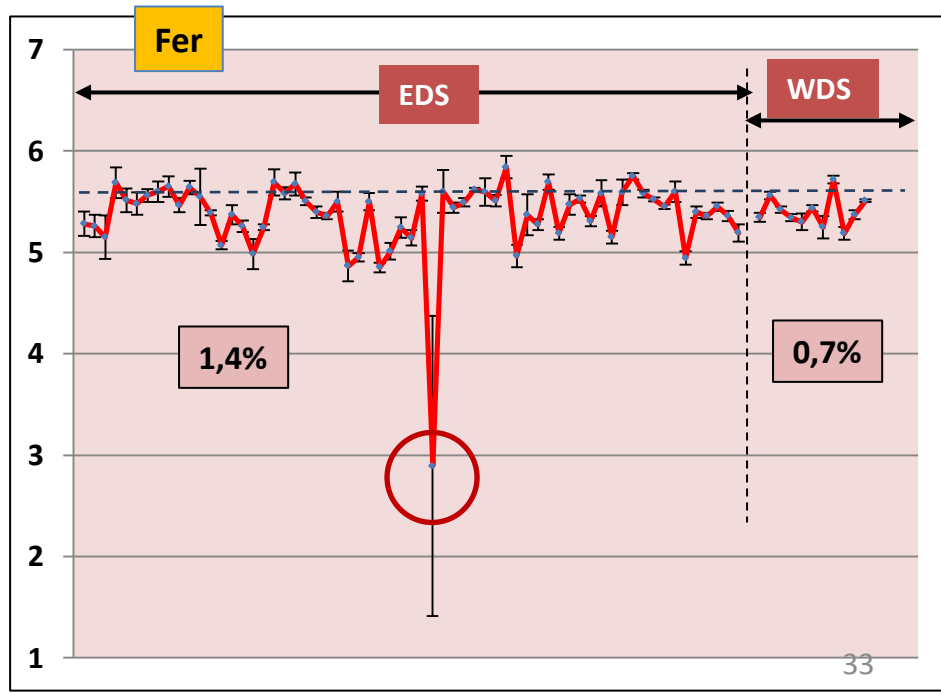
## EDS/WDS – 20 kV

répétabilité/reproductibilité

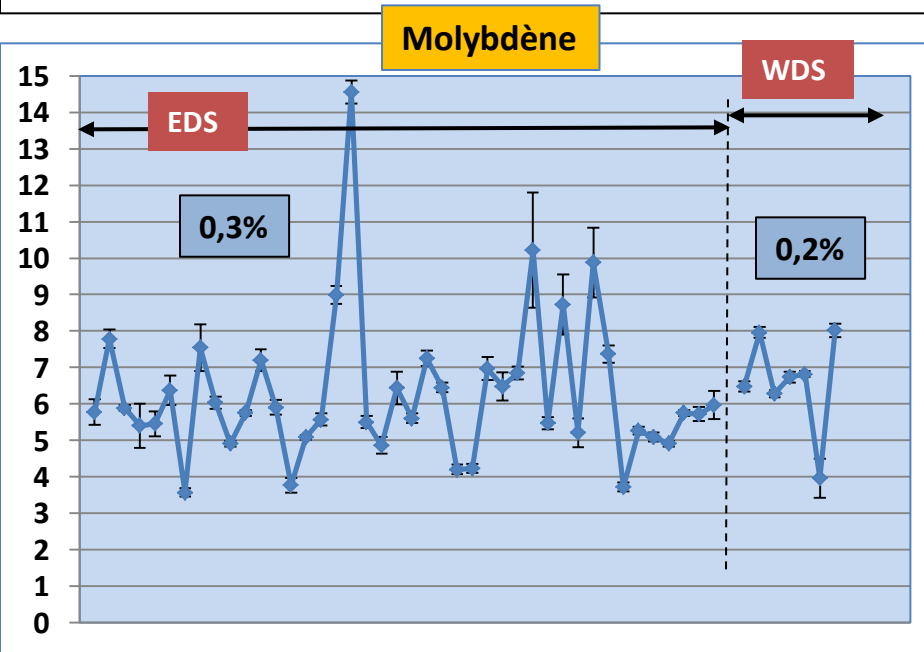
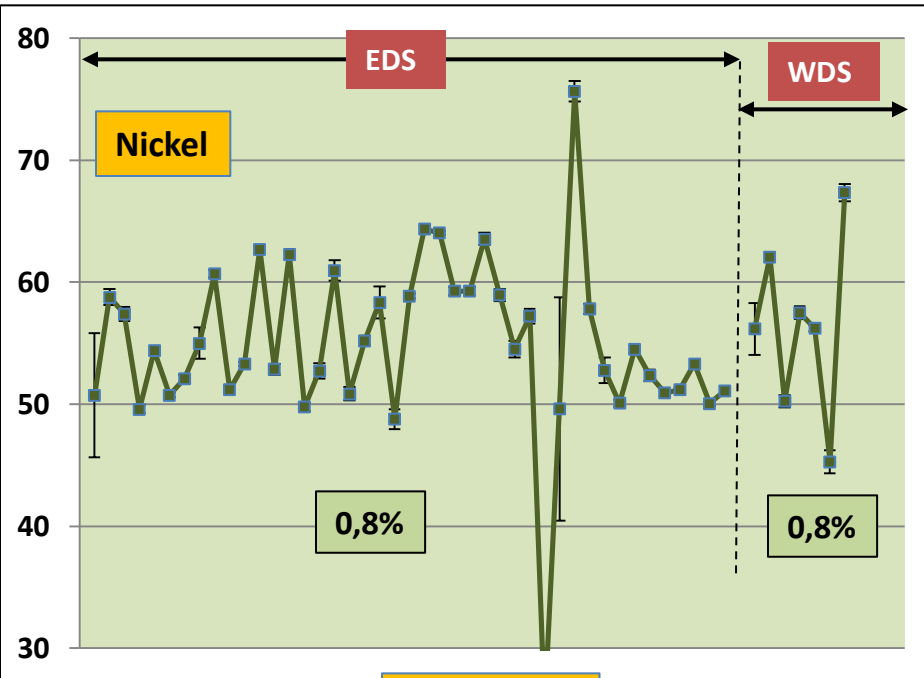
*dispersion des résultats par laboratoire*

*dispersion des résultats entre les laboratoires*

La précision pour chaque analyse (« répétabilité ») est meilleure que la dispersion entre les analyses (« reproductibilité »)

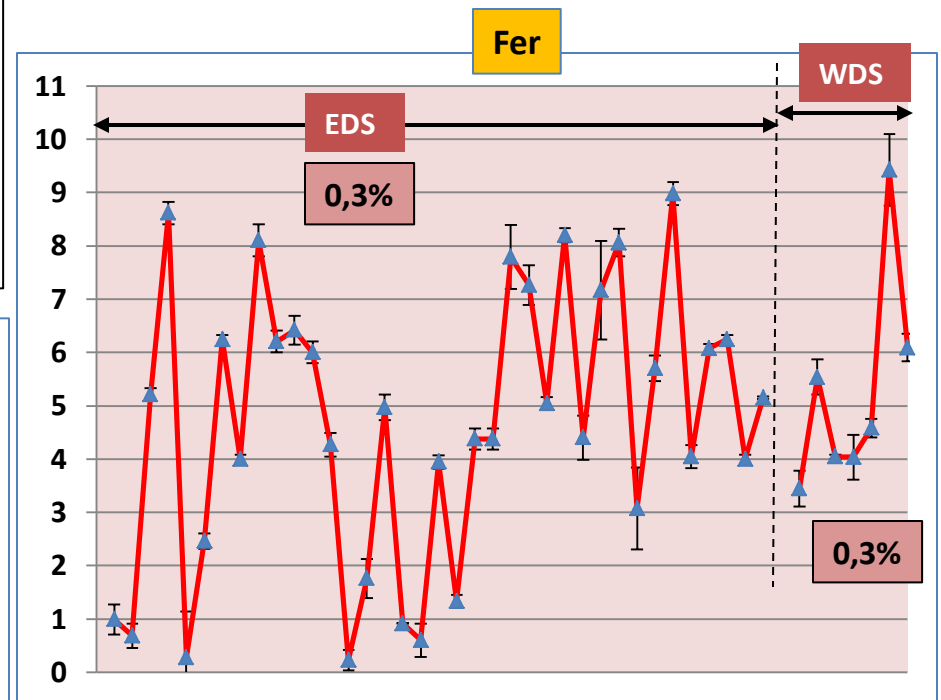


# Circuit d'intercomparaison 2012 : un verre métallique



## EDS/WDS 5 kV

Si la reproductibilité est nettement moins bonne à 5 kV qu'à 20 kV, il ne semble pas que la répétabilité soit moins bonne...



## Conclusions

**En microanalyse, l'utilisation des basses tensions permet de réduire de manière considérable le volume de la zone analysée.**

**Cela permet d'améliorer dans certains cas la qualité des cartographies X**

**Mais de nombreux problèmes vont surgir, nécessitant un soin tout particulier lors de la préparation des échantillons (et des témoins...) de l'analyse et des traitements des spectres (EDS mais aussi WDS)**

**Quant à l'analyse quantitative, si on peut envisager l'analyse de plus petites phases («analyse « sub-micronique » ?) sa précision sera souvent nettement moins bonne (avec le risque de « louper » la présence de certains éléments)**

**Encore plus qu'à « haute tension » la microanalyse basse tension n'est pas une analyse de routine...**

**Merci  
pour  
votre attention**

