

# Comment travailler en WDS quand on vient de l'EDS ?

Les similitudes, les différences...

Christine GENDARME

# De quoi on parle?

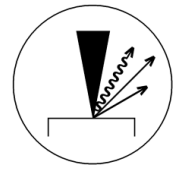
**EDS = Energy Dispersive Spectrometry**  
spectrométrie de photons X à sélection d'énergie

**WDS = Wavelength Dispersive Spectrometry**  
spectrométrie de photons X à dispersion de longueur d'onde

**similitude** : on détecte des photons X dans les 2 cas

**différence** : la façon de détecter les photons et de les compter est différente

# Ca se ressemble un peu....



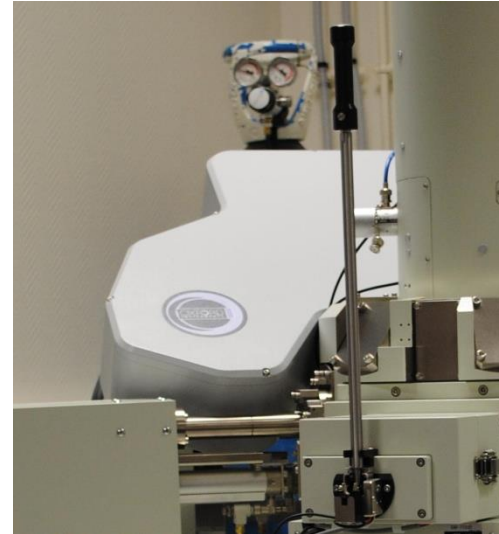
**similitudes** : canon, chambre, sas, détecteurs d'électrons....



# Mais pas tout à fait...



WDS dans  
microsonde

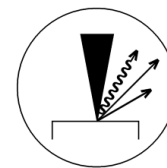


WDS dans  
MEB

présence « d'oreilles » autour de la chambre

**différences** : système d'analyse des photons, microscope optique

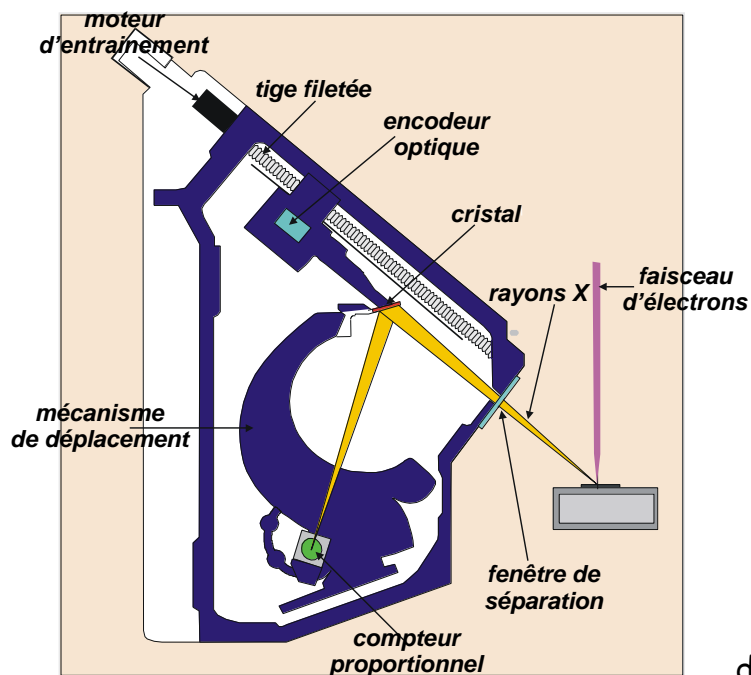
# Les oreilles sont en fait...



.... des **spectromètres** = ensemble

{
   
 détecteur(s) (cristal)
   
 +
   
 compteur

- placés sur le cercle de Rowland
- dans un ensemble scellé ou pas

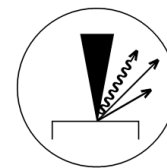


doc. Cameca

# Des principes de mesure différents



	technique EDS (mode semi-quantitatif)	technique WDS
détection du photon	en fonction de son énergie	en fonction de sa longueur d'onde
analyse	globale	séquentielle (un seul élément par cristal)
témoins	en général non	obligatoire
teneur massique totale	ramenée à 100%	somme de toutes les teneurs
contrôle du résultat	aucun	par le bouclage



**Similitudes** :

- surface conductrice ou rendue conductrice
- surface polie

**Différences** :

**En EDS** :

- taille de l'échantillon peu limitante
- pas beaucoup de préparation

**En WDS** :

- taille imposée par les porte-échantillons
- échantillon plan avec deux faces parallèles
- polissage de très bonne qualité



# Réglages électroniques et mécaniques

## Similitudes :

- choix de la haute tension

## Différences :

### En EDS :

- choix de la taille de sonde (spotsize....)

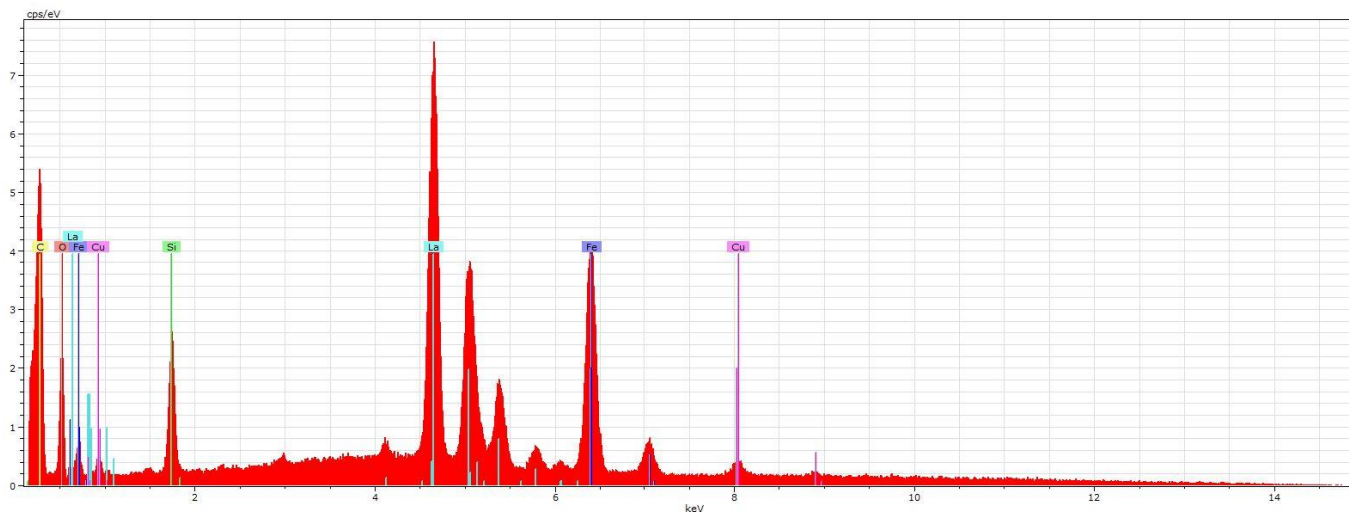
### En WDS :

- choix du courant de sonde
- choix de la taille de la zone analysée
- présence d'un microscope optique pour le réglage du Z



Les paramètres à choisir sont :

- la constante de temps
- la gamme énergétique analysée
- le nombre d'eV/canal
- le temps de comptage
- la raie à analyser



Les paramètres à choisir sont :

- le type de cristal à utiliser (par analyse qualitative)
- réglage du PHA (tension et gain du compteur)  
Pulse Height Analyzer
- mode Diff/Int  
Différentiel / Intégral
- choix des points de mesure pour  
le pic  
le fond continu

## Faire attention :

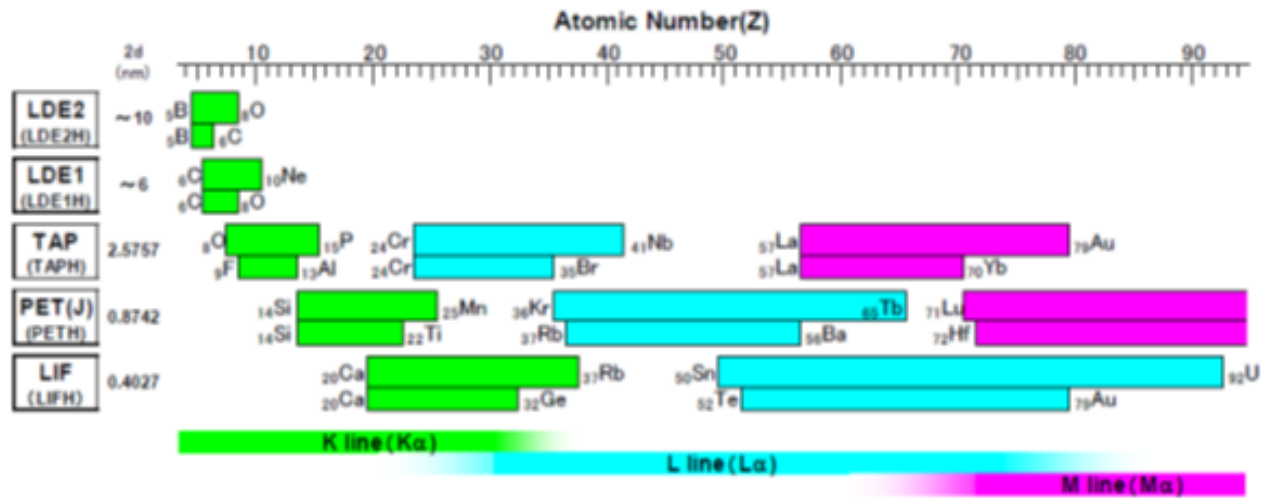
- aux interférences de raies
- au positionnement des spectromètres (peak search)
- au choix du témoin en fonction de l'échantillon

# Paramètres du système WDS

## Le type de cristal

Loi de Bragg :  $2 d \sin\theta = n \lambda$

→ un cristal ne peut diffracter qu'une gamme limitée de photons



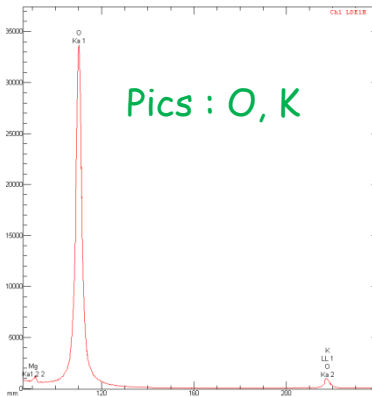
doc. J. Larnould (JEOL)

# Paramètres du système WDS

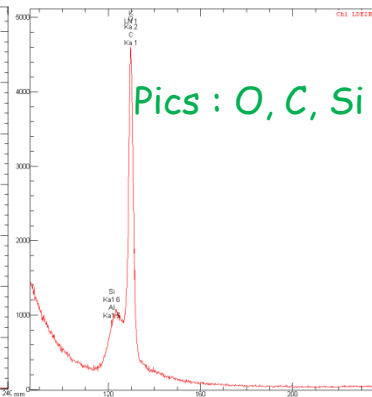
## Le type de cristal

Analyse qualitative : en utilisant (tous) les cristaux disponibles

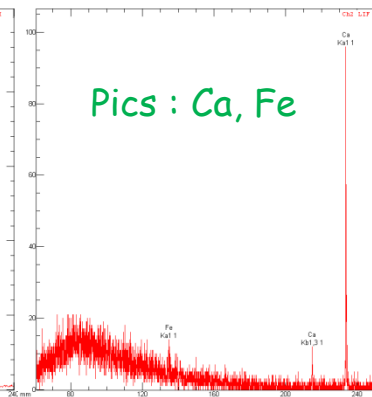
SP1-LDE1H



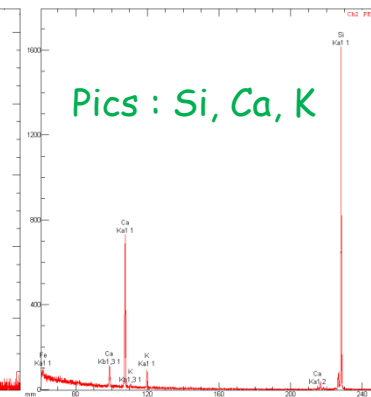
SP1-LDE2H



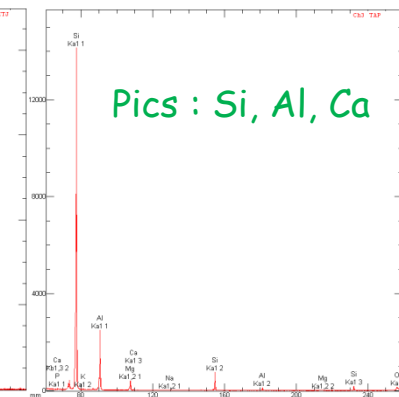
SP2-LiF



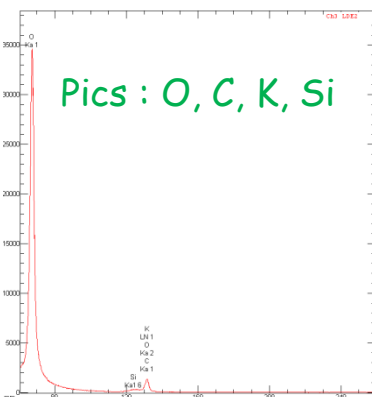
SP2-PETJ



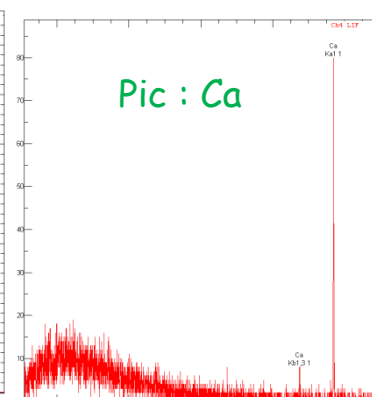
SP3-TAP



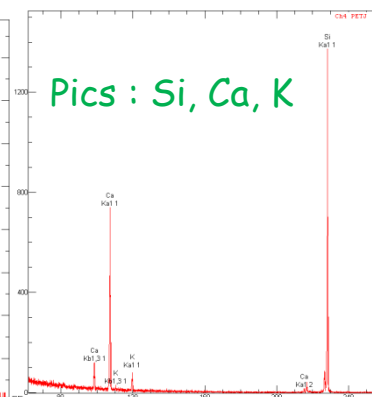
SP3-LDE2



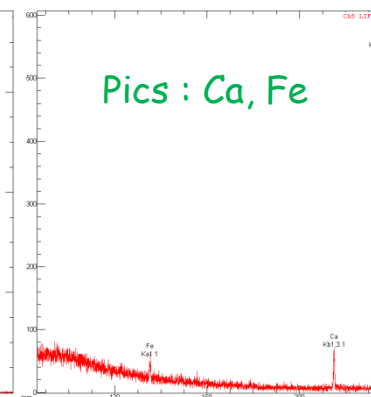
SP4-LiF



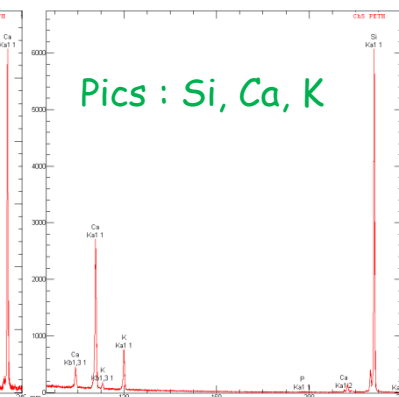
SP4-PETJ



SP5-LiFH



SP5-PETH

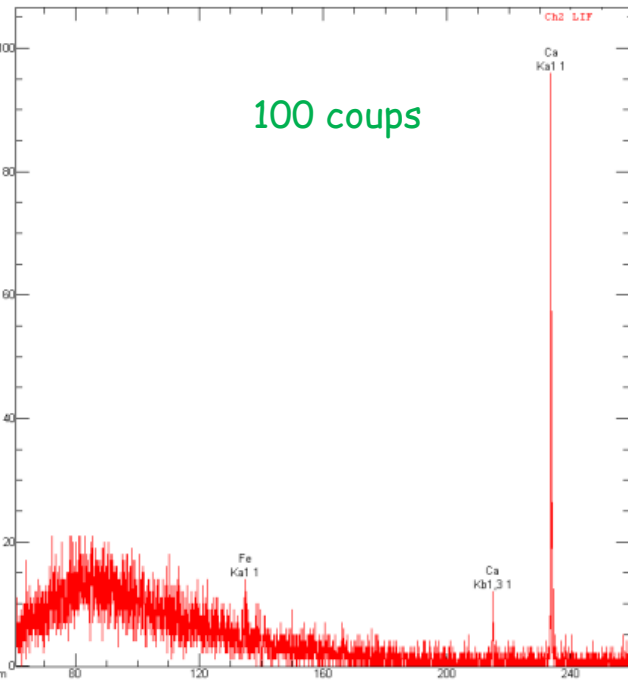


# Paramètres du système WDS

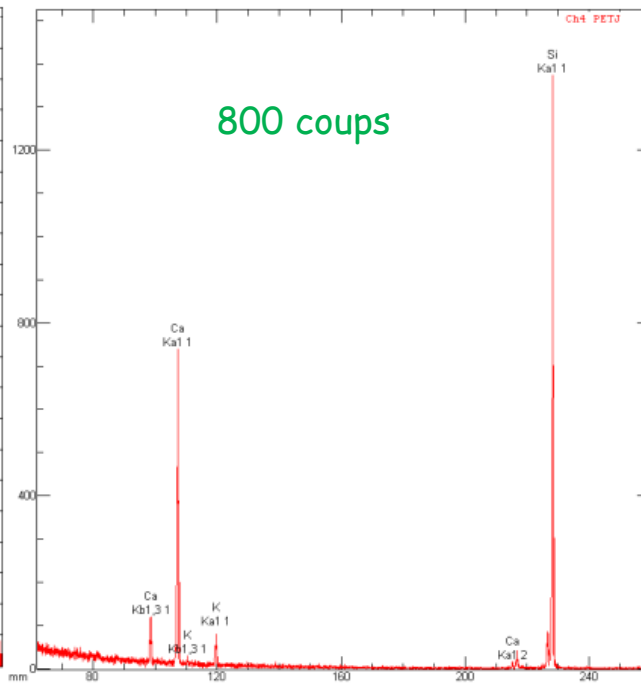
## Le type de cristal

Analyse qualitative : cristaux qui semblent convenir pour l'analyse du Ca

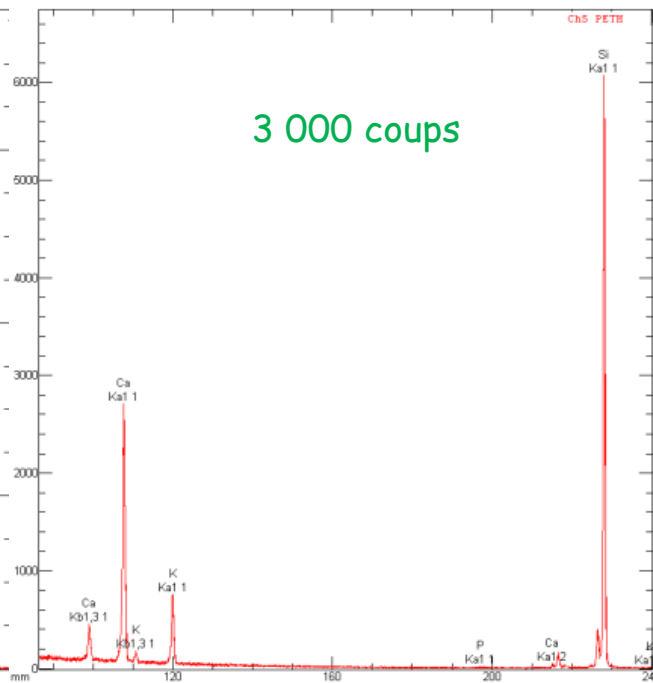
SP2-LiF



SP4-PETJ



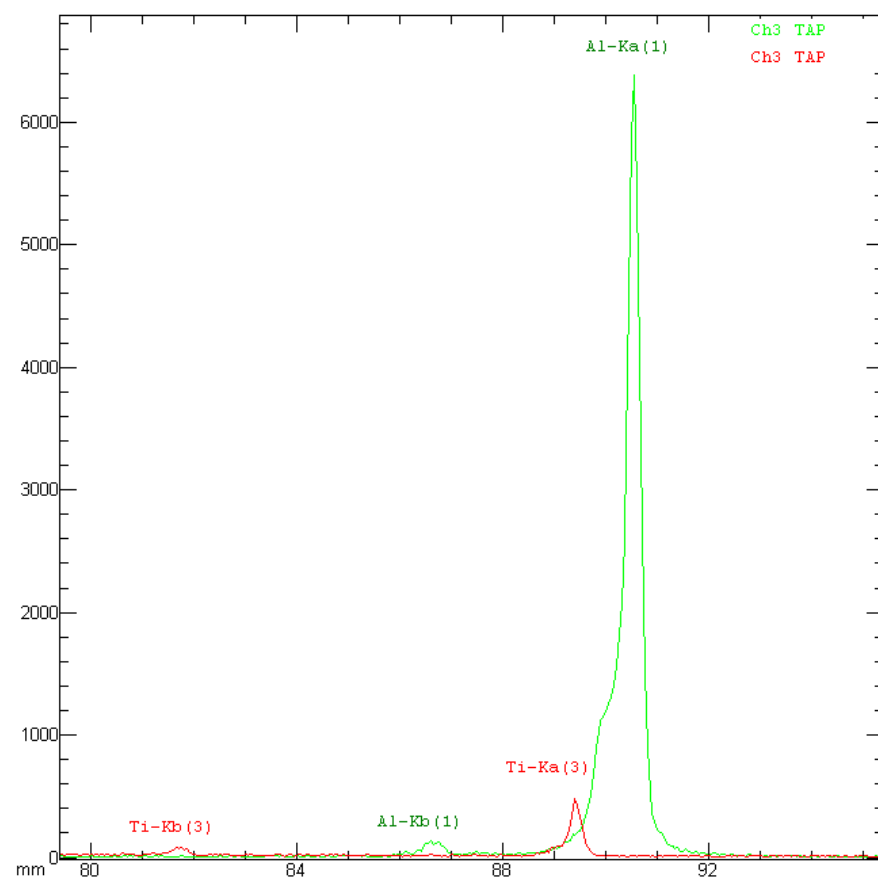
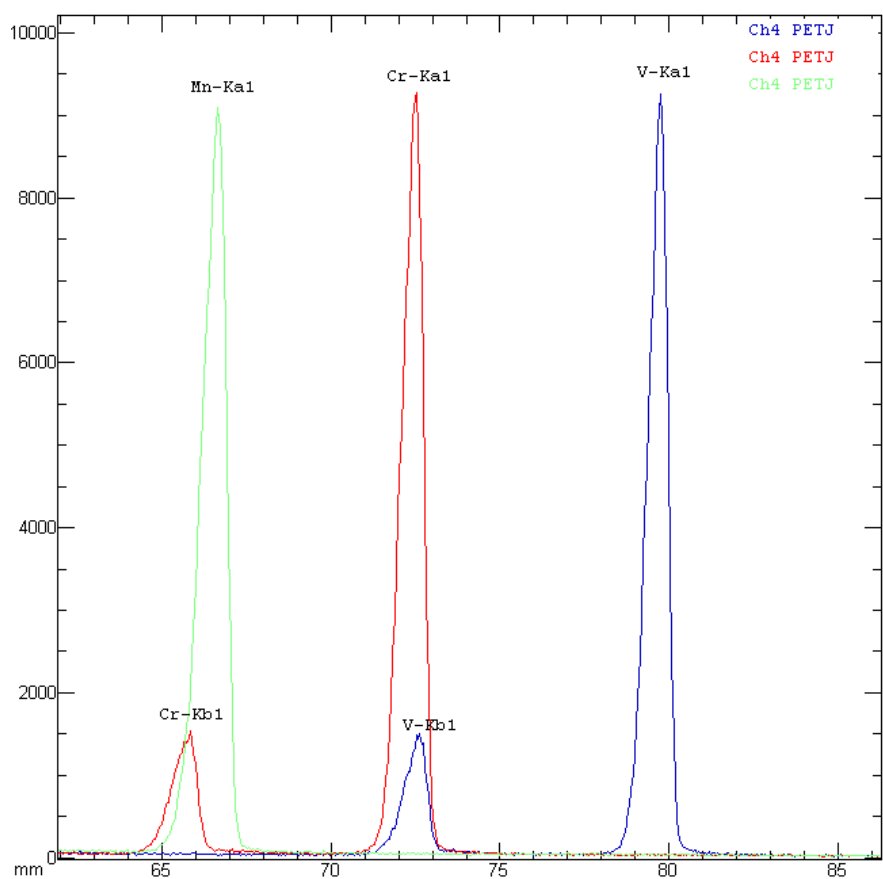
SP5-PETH



# Paramètres du système WDS

## Interférences de raies

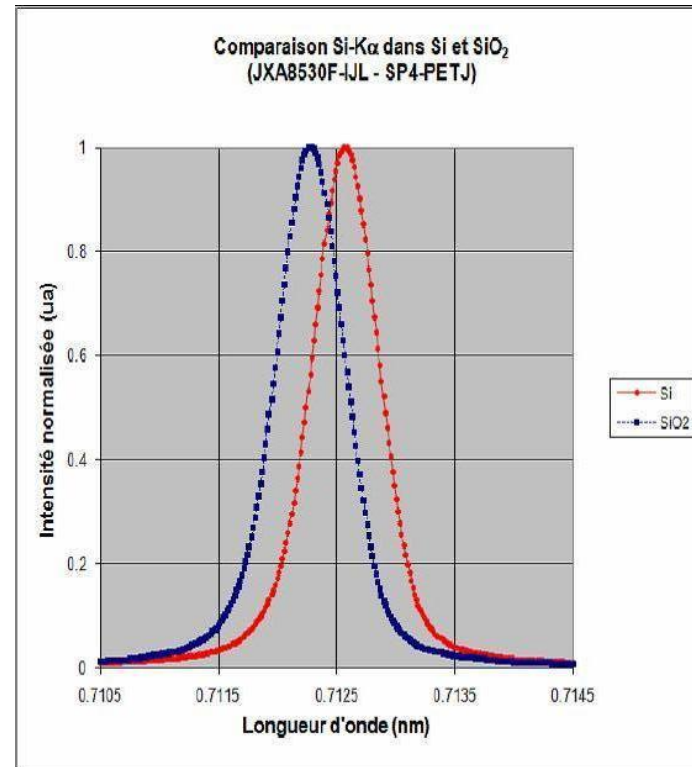
entre des raies d'ordre 1..... ou avec des ordres multiples



**En EDS** : l'étalonnage est réalisé pour tous les pics en même temps

**En WDS** : procédure de recherche de pics sur chaque cristal

- à faire avant chaque série d'analyses
- nombreux déplacements mécaniques
- plusieurs cristaux utilisés
- dépend de l'environnement chimique



# Paramètres du système WDS

## Choix du témoin

95% des erreurs de quantification proviennent du témoin



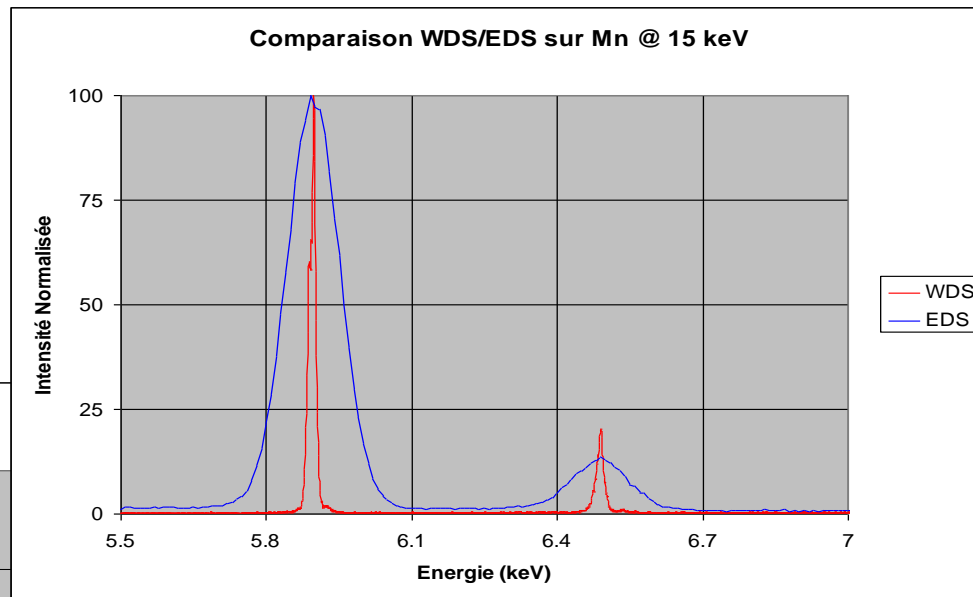
C'est quoi un bon témoin ?

- qualité du polissage
- certification
- homogène
- conducteur (ou métallisé)
- sans chevauchement de pics
- proche de la compo de l'échantillon

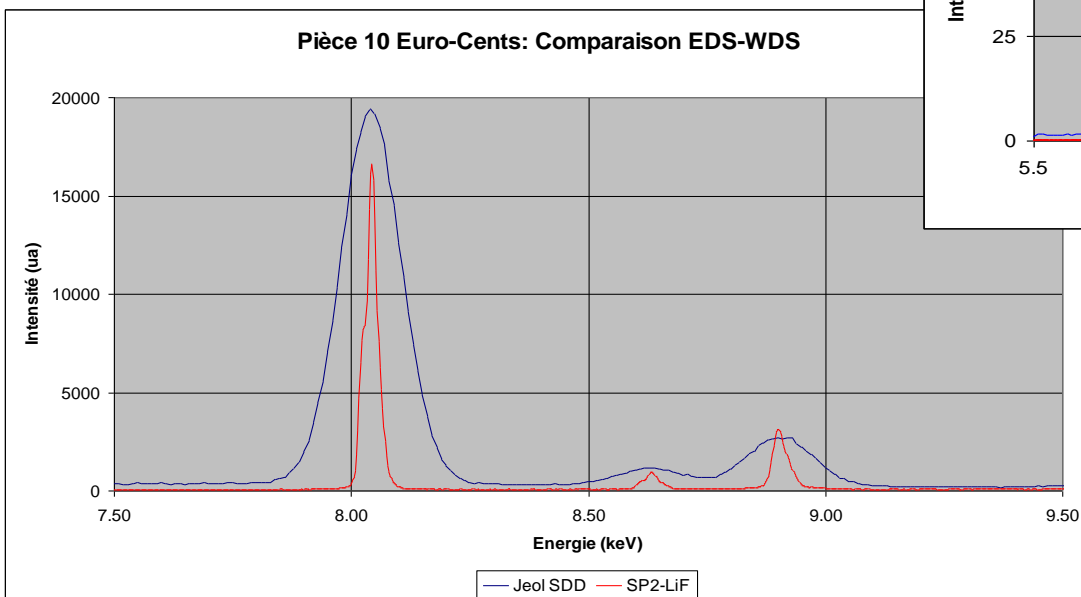
Exemple : Se → Se pur  
ZnSe  
AgMo<sub>6</sub>Se<sub>8</sub>  
SnSe

# Finalemment Tout ça pour quoi ?

## 1 - gain en résolution



$Mn-K_{\alpha} = 5,898 \text{ keV}$   
 $Mn-K_{\beta} = 6,490 \text{ keV}$

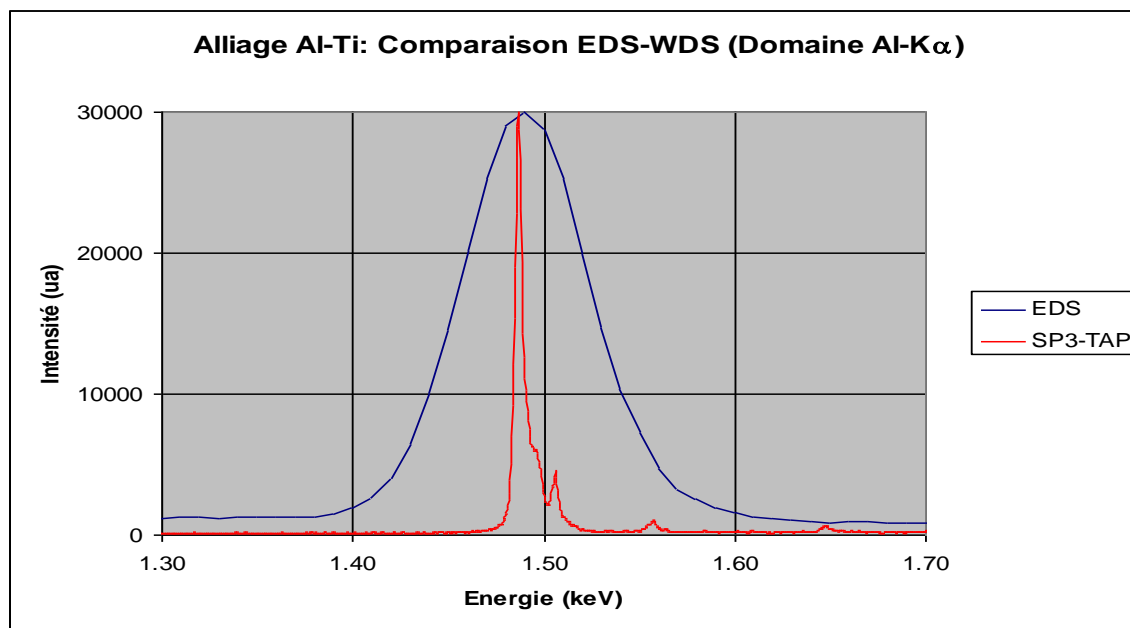


$Cu-K_{\alpha} = 8,047 \text{ keV}$   $Zn-K_{\alpha} = 8,638 \text{ keV}$   $Cu-K_{\beta} = 8,905 \text{ keV}$

doc. P. Noyrez (Institut Jean Lamour)

# Finale Tout ça pour quoi ?

## 2 - gain en rapport signal/bruit



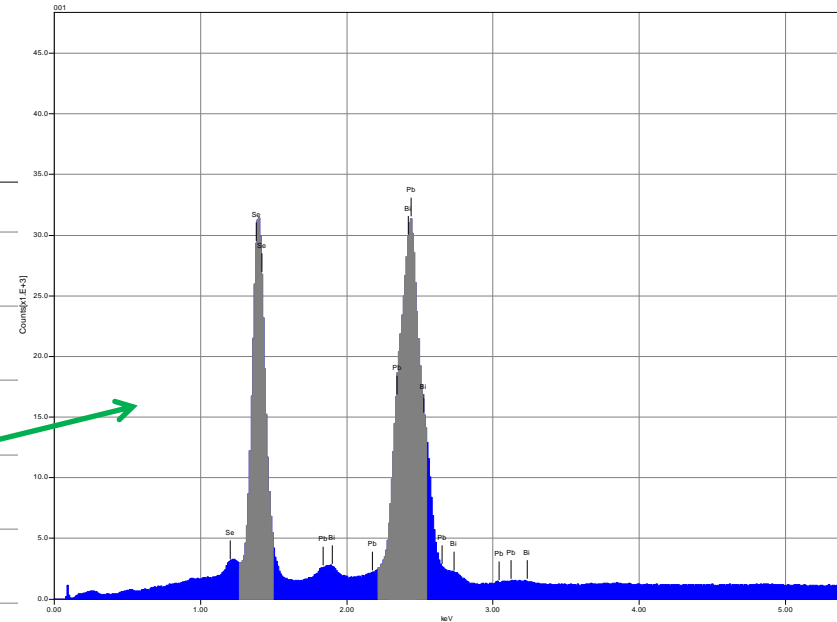
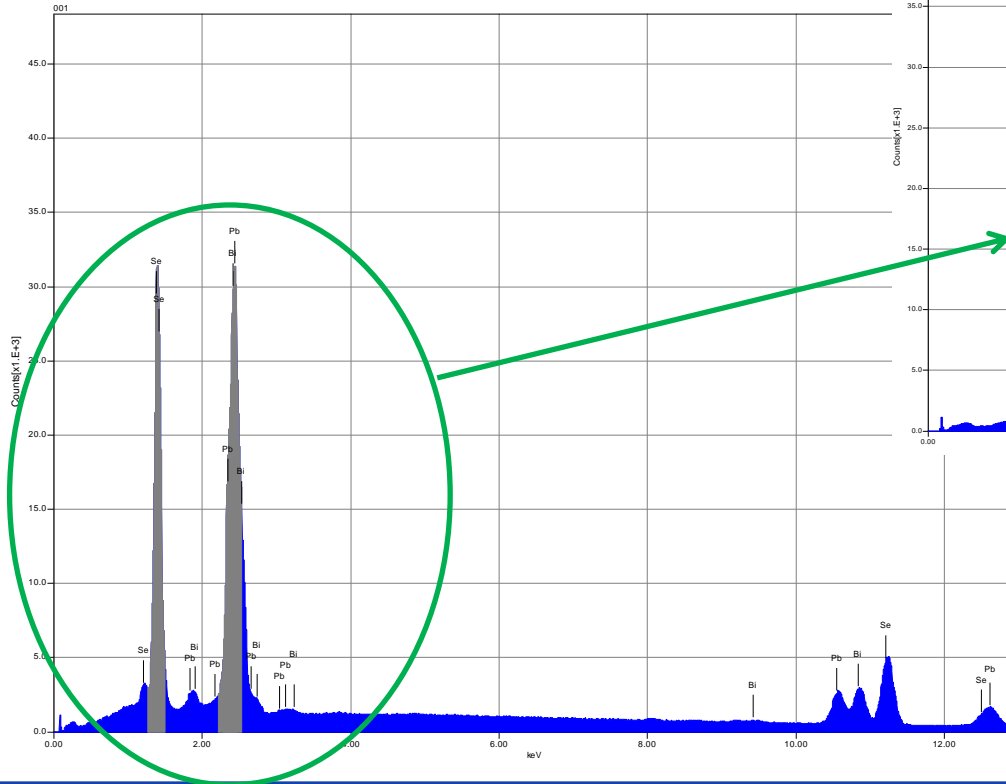
$Al-K_{\alpha} = 1,486 \text{ keV}$

doc. P. Noyrez (Institut Jean Lamour)

# Finale Tout ça pour quoi ?

## 3 - résultats quantitatifs améliorés

exemple : alliage PbBiSe  
(applications thermoélectriques)



$Pb-M_{\alpha} = 2,342 \text{ keV}$   
 $Bi-M_{\alpha} = 2,419 \text{ keV}$   
 $Se-L_{\alpha} = 1,379 \text{ keV}$

# Finalemment Tout ça pour quoi ?

composé  $Pb_5Bi_6Se_{14}$

EDS

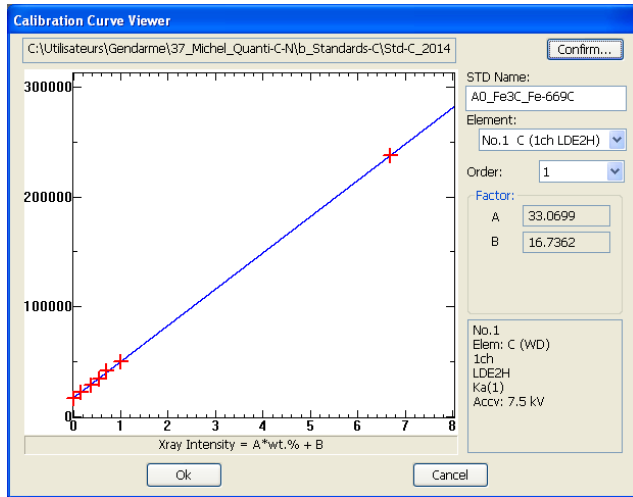
Eléments	% massique
Pb	29,9
Bi	40,6
Se	29,5
total	100
composé	$Pb_{5,08}Bi_{6,83}Se_{13,08}$

WDS

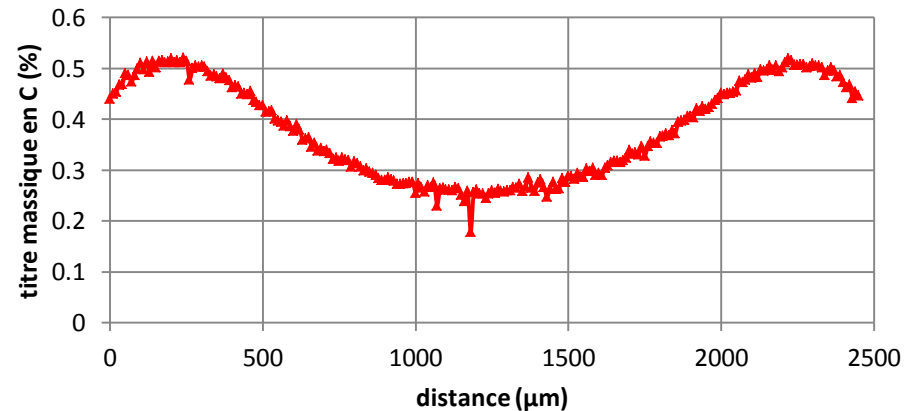
Eléments	% massique
Pb	30,2
Bi	37,1
Se	32,5
total	99,8
composé	$Pb_{4,96}Bi_{6,03}Se_{14,01}$

# Enfin Tout ça pour quoi ?

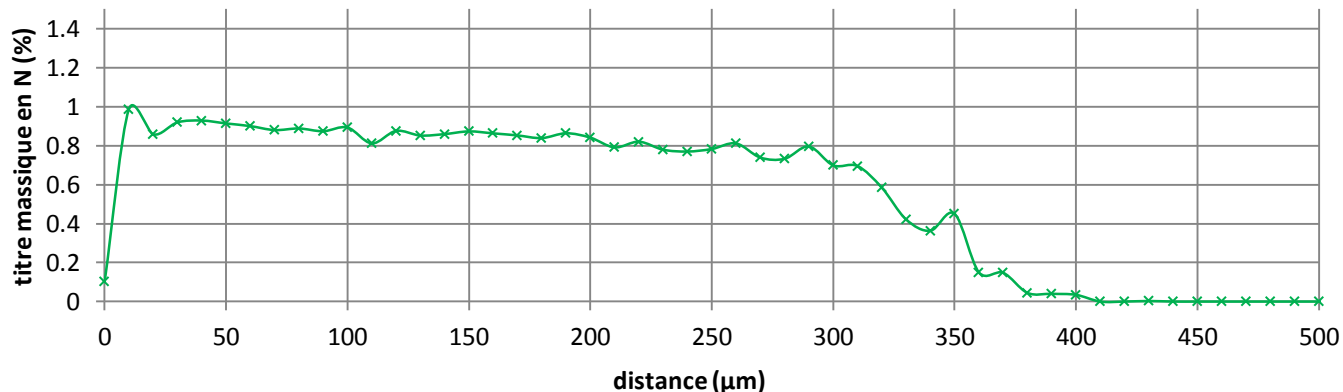
## 4 - analyse possible des éléments légers



profil en C dans un acier traité



profil en N dans un acier Fe-Cr nitruré



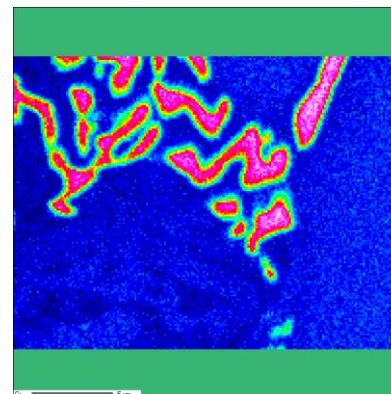
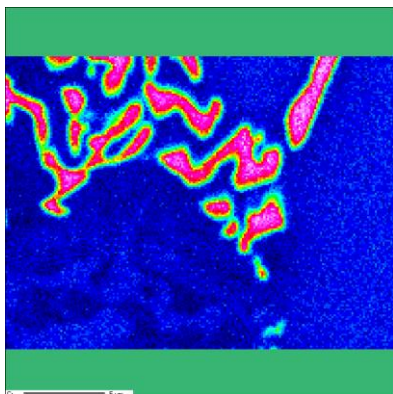
# Finalemment Tout ça pour quoi ?

## 5 - cartographies des éléments en faible quantité

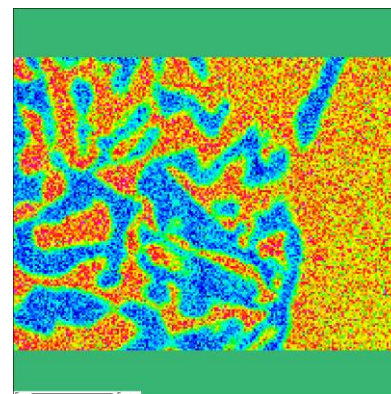
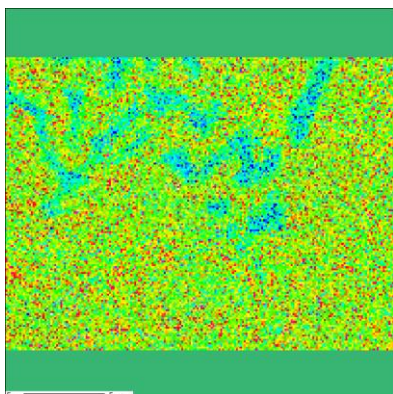
EDS

WDS

Cr



Fe



# Conclusion

EDS ou ..... WDS ????

WDS ou ..... EDS ????

Pourquoi choisir ?      Faites les deux !!!

