

DE LA RECHERCHE À L'INDUSTRIE



## INTÉRÊT DES SOURCES FEG POUR LA MICROSONDE ELECTRONIQUE

E. BRACKX<sup>1</sup>, H. NONNET<sup>2</sup>, C. HOMBOURGER<sup>3</sup>, O. DUGNE<sup>4</sup>,  
E. EXCOFFIER<sup>1</sup>

*1-CEA, Direction de l'énergie Nucléaire, DTEC, SGCS, LMAC, F-30207 Bagnols sur Cèze, France.*

*2-CEA, Direction de l'énergie Nucléaire, DTCD, SECM, LDMC, F-30207 Bagnols sur Cèze, France.*

*3-CAMECA, 92622 Gennevilliers, France*

*4-CEA, Direction de l'énergie Nucléaire, DTEC, DRCP DIR, F-30207 Bagnols sur Cèze, France.*

[www.cea.fr](http://www.cea.fr)

1- Introduction

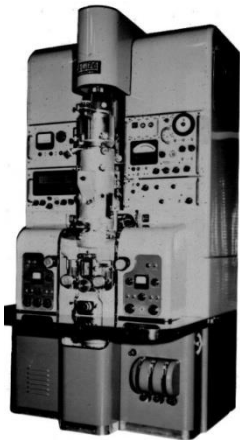
2- Résolution spatiale et analytique

3- Cas d'analyses avec source FEG

4- Conclusion

## Introduction

- Développement des nouvelles colonnes électroniques FEG adaptées au MEB dans les années 1990
  - Sources Schottky permettent une meilleure stabilité du faisceau électronique
  - Amélioration de la résolution des images (sources fines),
  - Observation à très basse tension sans métallisation de surface,
  - Amélioration de la résolution analytique pour EDS
- Les microsondes électroniques n'ont cessé d'évoluer depuis 1958 à 1994



MS 85  
1958



Camebax  
1964 jusque dans les années 1980



SX50



SX100  
1994

- Depuis 2011 tous les fournisseurs de microsonde électronique proposent un canon FEG schottky



**SX FIVE FE**  
CAMECA



**JSM-8530F**  
JEOL

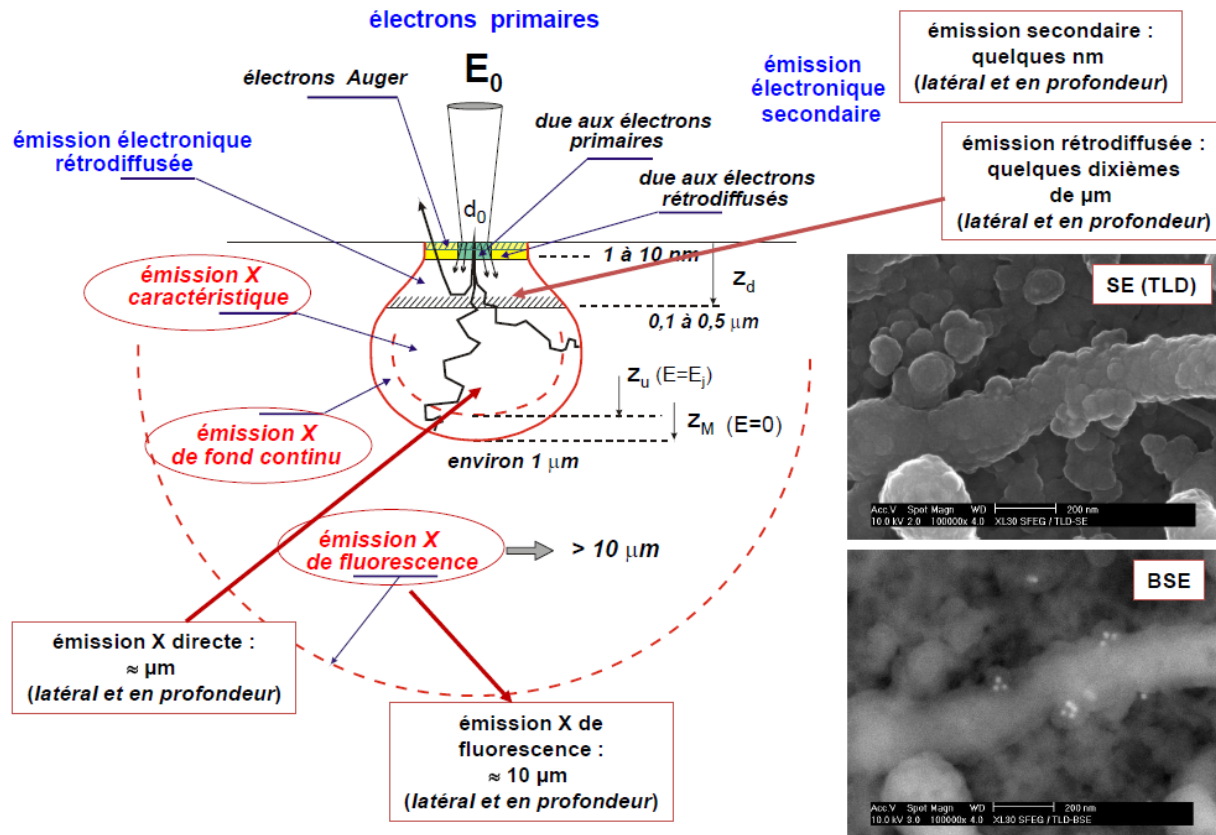


**EPMA-1720**  
SHIMADZU

# RESOLUTION SPATIALE ET RESOLUTION ANALYTIQUE

Intérêt principal des sources FEG : Amélioration de la résolution spatiale et résolution analytique

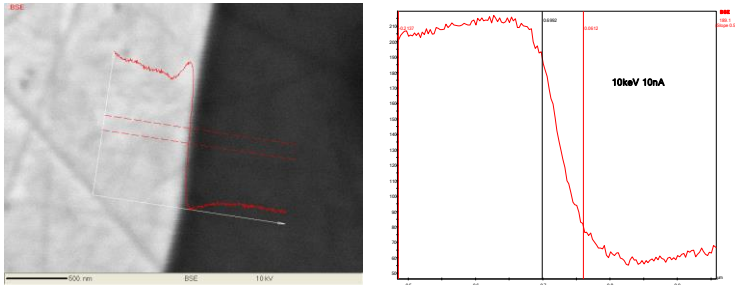
Plusieurs résolutions spatiales en fonction de l'émission



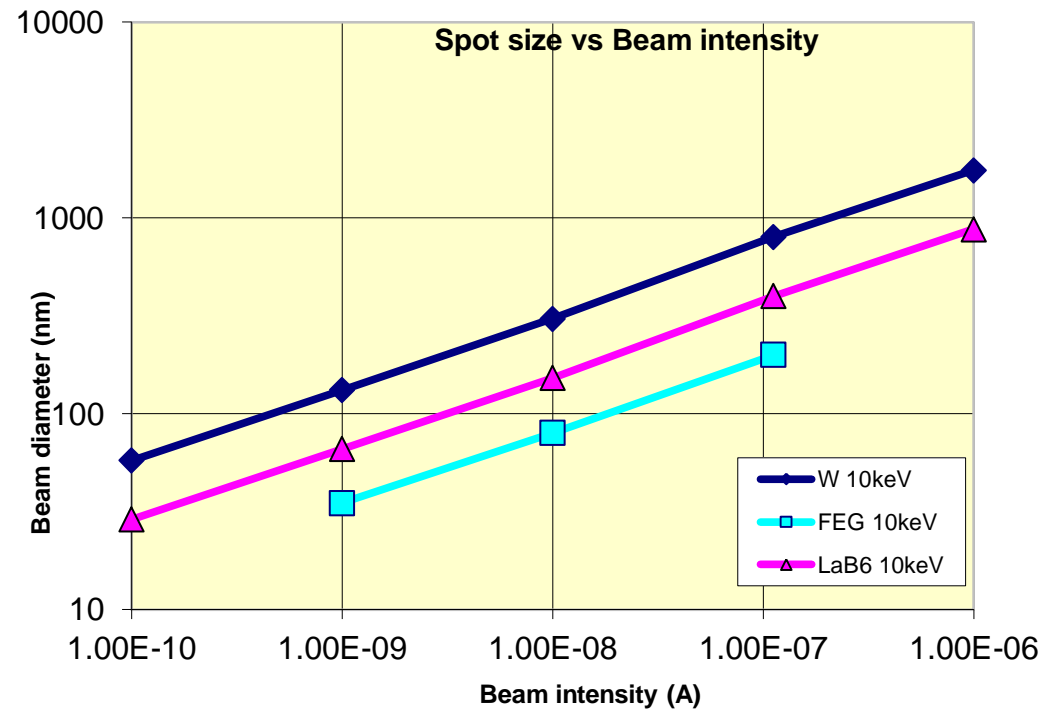
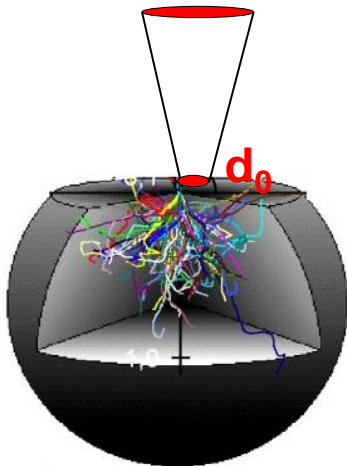
## Résolution spatiale

En microanalyse utilisation du faisceau électronique BSE (contraste chimique des phases)

Résolution spatiale : capacité à résoudre ou distinguer deux objets dans une image électronique, elle est basée sur une technique de mesure de contraste.



Le diamètre du faisceau est mesuré entre 16-84% du signal de transition du BSE.



(Document CAMECA)

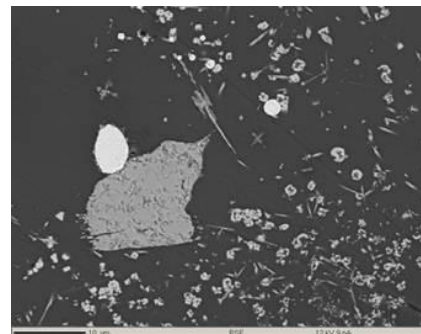
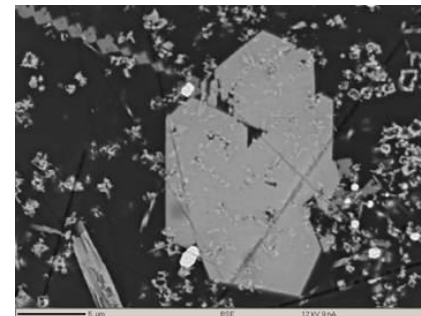
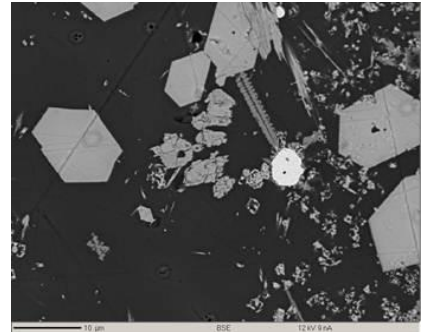
## Amélioration de la résolution spatiale BSE

■ Microsonde Sx Five FE , taille faisceau électronique **98 nm** à 12 keV 10 nA

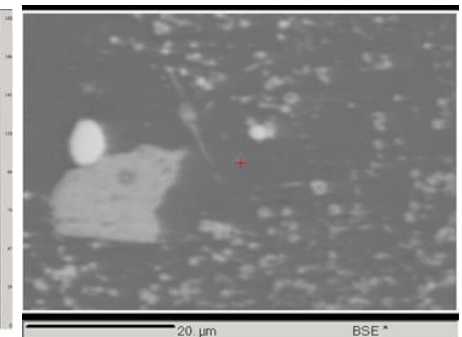
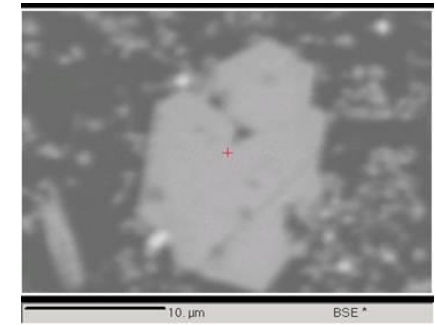
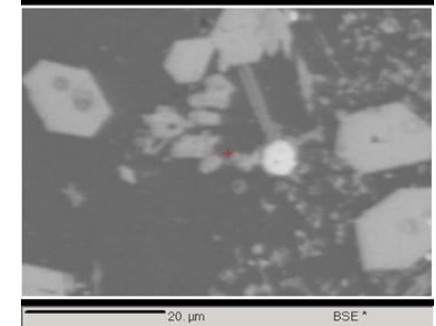
■ Microsonde SX 100, taille faisceau électronique **270 nm** à 12 keV 10 nA

➔ **Gain 2,75**

Sx Five FE



SX 100 canon W

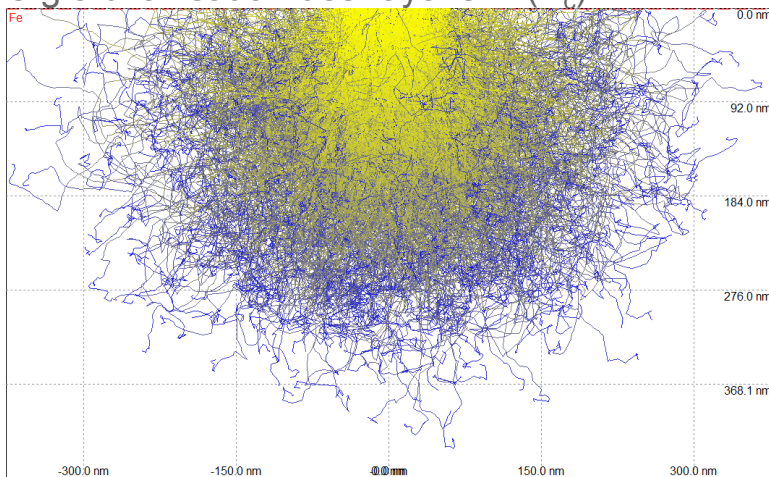


## Gamme d'émission des rayons X :

- Représente toutes les directions des trajectoires des électrons dans l'échantillon (lateral- vertical)

$$R_z(\text{nm}) = \frac{33 A}{\rho Z} (E_0^{1.7} - E_c^{1.7})$$

- Matériau (densité, numéro atomique et masse atomique)
- Tension d'accélération ( $E_0$ )
- Energie d'ionisation des rayons X ( $E_c$ )



$R_z$

pour Fe  $K\alpha$  ( $E_c=7.11\text{keV}$ ) dans une matrice Fe

Matrice	Densité (g/cm <sup>3</sup> )	$R_z$ (nm)
Fe	7.87	200

(Document CAMECA)

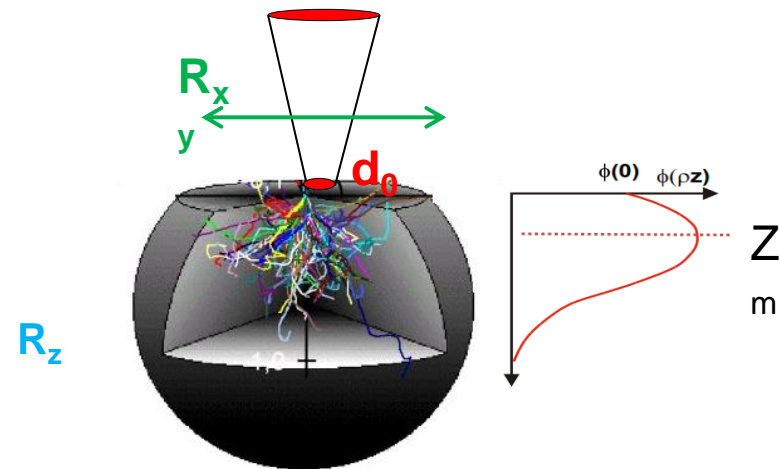
Trajectoires de électrons modélisées par simulation Monte Carlo (CASINO) avec  $E_0=10\text{keV}$  dans Fe

## Paramètres de calculs de la résolution analytique latérale $R_{xy}$

- Caractéristique de l'échantillon (densité, numéros atomique, masse atomique)
- Tension d'accélération :  $E_0$
- Diamètre du faisceau :  $d_0$
- Energie d'ionisation de rayon X :  $E_c$
- Profondeur de pénétration des rayons X :  $R_z$
- Maximum d'ionisation :  $Z_m$

$$R_{xy} = \sqrt{4(R_z - Z_m)^2 + d_0^2}$$

C. Merlet et al. Materials Science and Engineering **32** (2012)



# RESOLUTION SPATIALE ET RESOLUTION ANALYTIQUE

## La résolution analytique latérale $R_{xy}$

- Caractéristique de l'échantillon (densité, numéros atomique, masse atomique)

$$R_{xy} = \sqrt{4(R_z - Z_m)^2 + d_0^2}$$

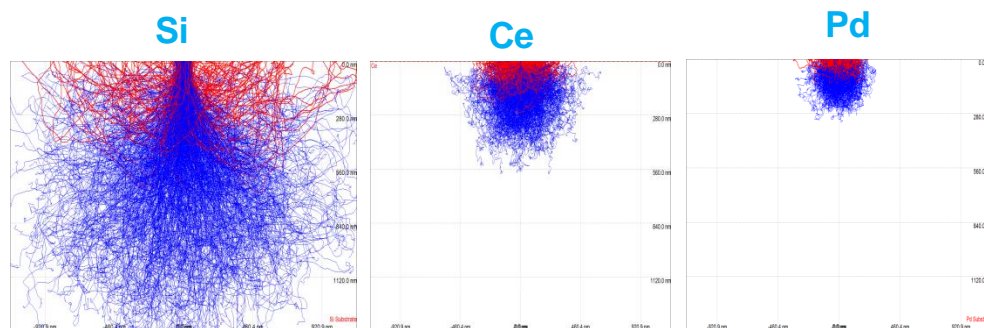
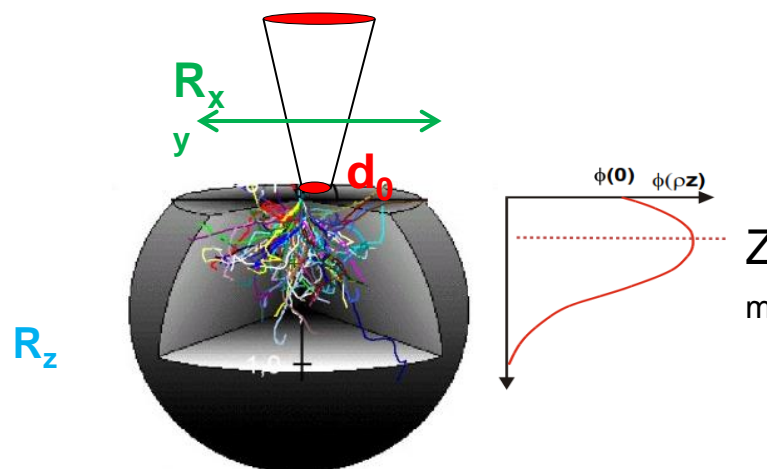
C. Merlet et al. Materials Science and Engineering **32** (2012)

For Si $K\alpha$ line in a Si Matrice SX Five Fe					
Matrix	Density (g/cm <sup>3</sup> )	$R_z$ (nm)	$Z_m$ (nm)	$d_0$ (nm)	$R_{xy}$ (nm)
Si	2,33	1130	560	98	1150

For Ce $L\alpha$ line in a Ce Matrice SX Five Fe					
Matrix	Density (g/cm <sup>3</sup> )	$R_z$ (nm)	$Z_m$ (nm)	$d_0$ (nm)	$R_{xy}$ (nm)
Ce	6,66	443	65	98	762

For Pd $L\alpha$ line in a Pd Matrice SX Five Fe					
Matrix	Density (g/cm <sup>3</sup> )	$R_z$ (nm)	$Z_m$ (nm)	$d_0$ (nm)	$R_{xy}$ (nm)
Pd	12	226	52	98	361

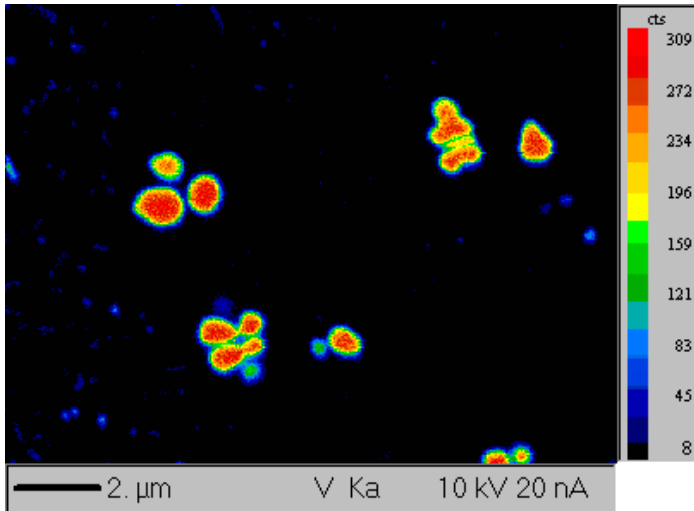
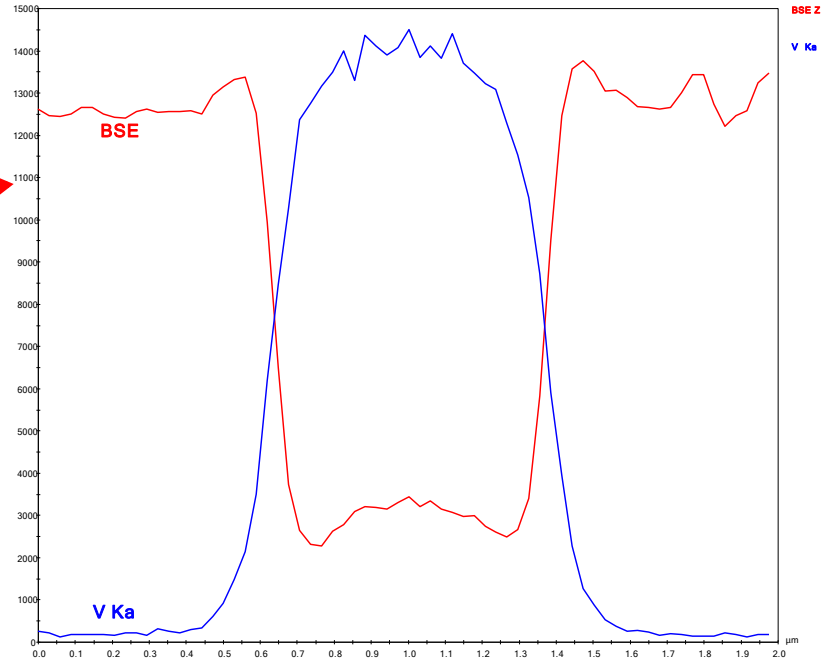
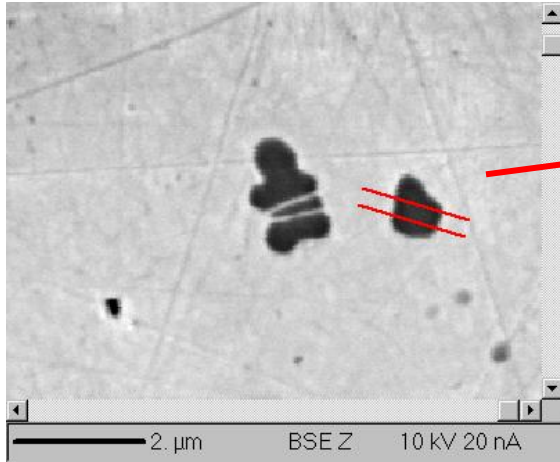
$E_0=12$  keV



# RESOLUTION SPATIALE ET RESOLUTION ANALYTIQUE

## La résolution analytique latérale $R_{xy}$

■ Visualisation à partir de cartographie X



10keV 10nA

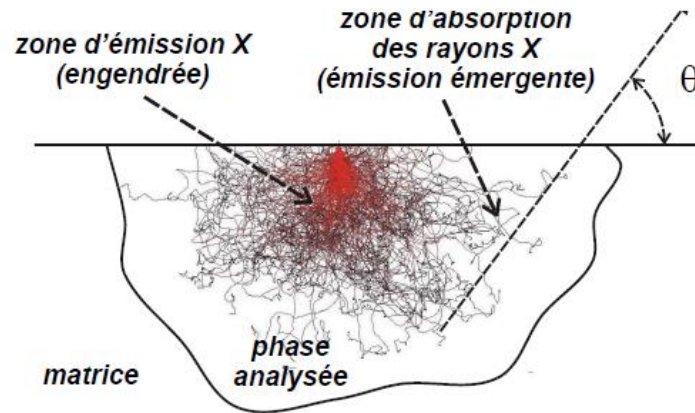
Resolution mesurée :

- 71nm sur le signal BSE
- 150nm sur le signal V  $K\alpha$

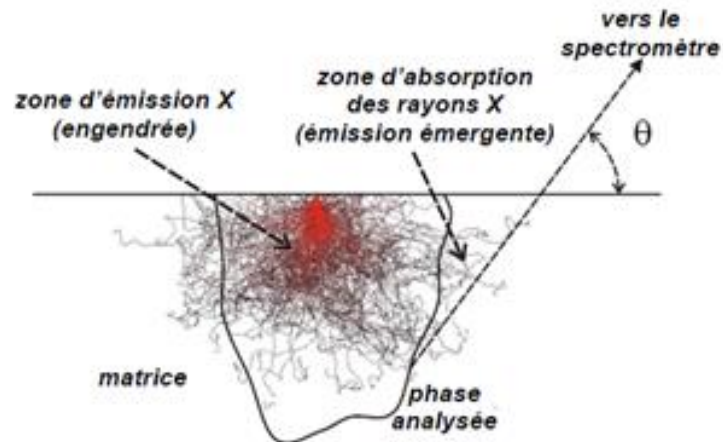
# RESOLUTION SPATIALE ET RESOLUTION ANALYTIQUE

## Amélioration de la résolution analytique : optimisation des conditions de mesure

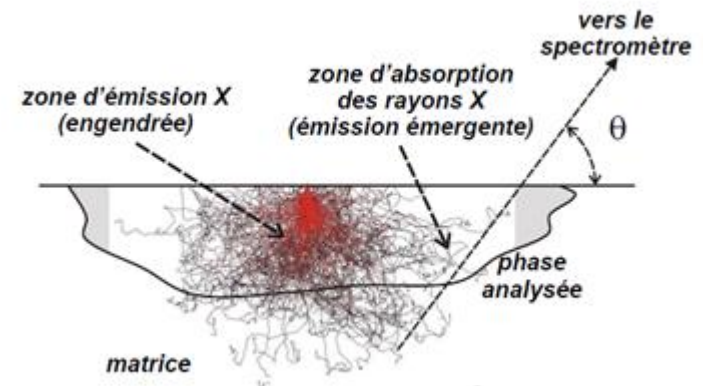
- Optimisation des conditions analytiques en fonction de la microstructure à analyser



- Cas de phase micronique

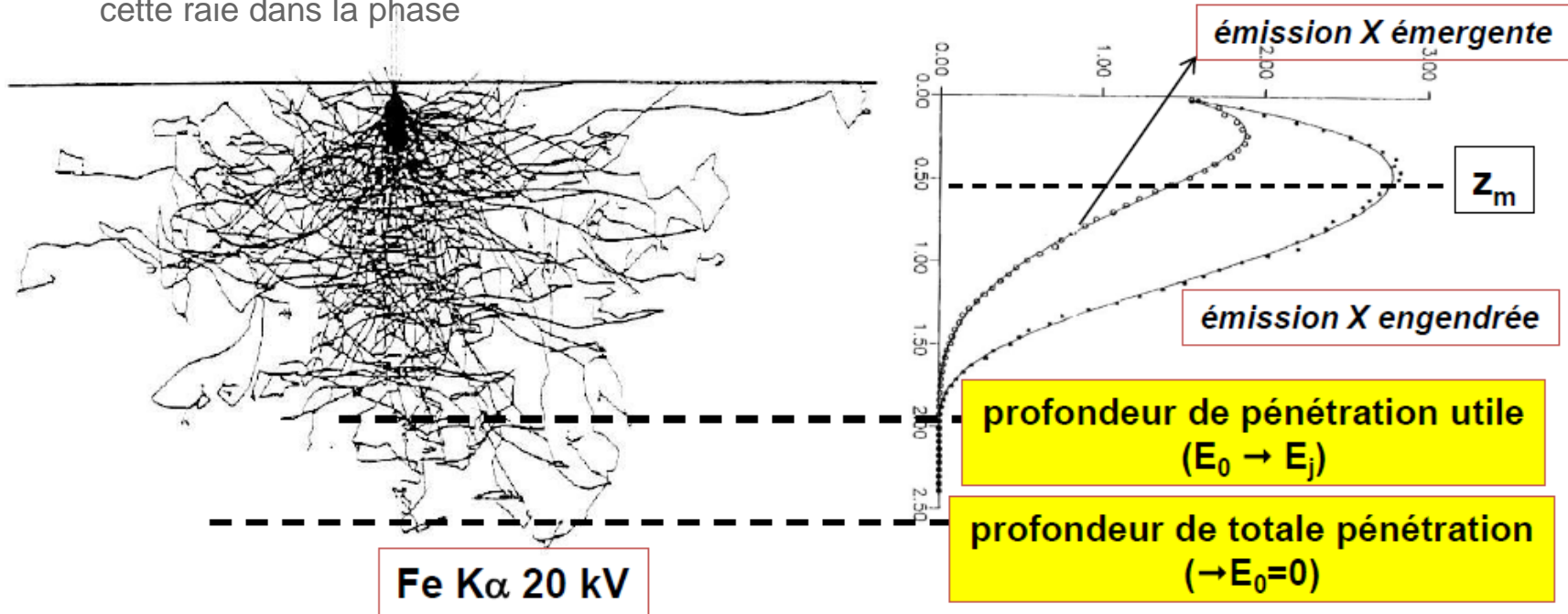


- Cas de phase fine



# RESOLUTION SPATIALE ET RESOLUTION ANALYTIQUE

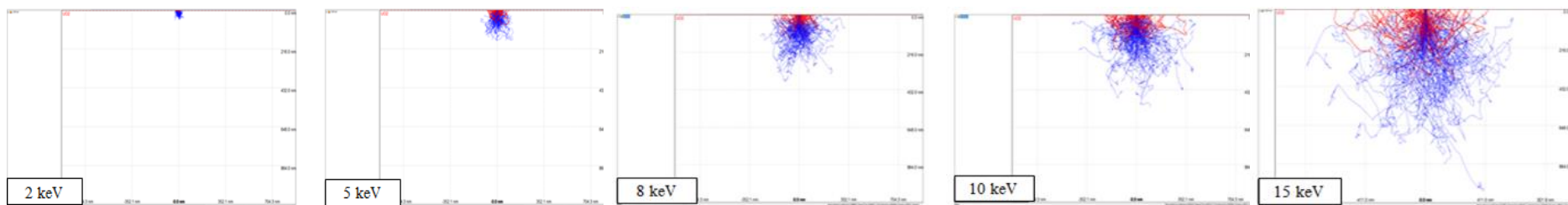
- Le volume analysé dépend de l'énergie d'ionisation et de l'absorption photoélectrique de cette raie dans la phase



**Profondeur de pénétration utile ( $E=E_j$ )  
(limite de l'émission X caractéristique)**

$$z_U = 0,064 \frac{1}{\rho} [E_0^{1,68} - E_j^{1,68}]$$

- La pénétration des électrons dans la phase est fortement liée à l'énergie des électrons

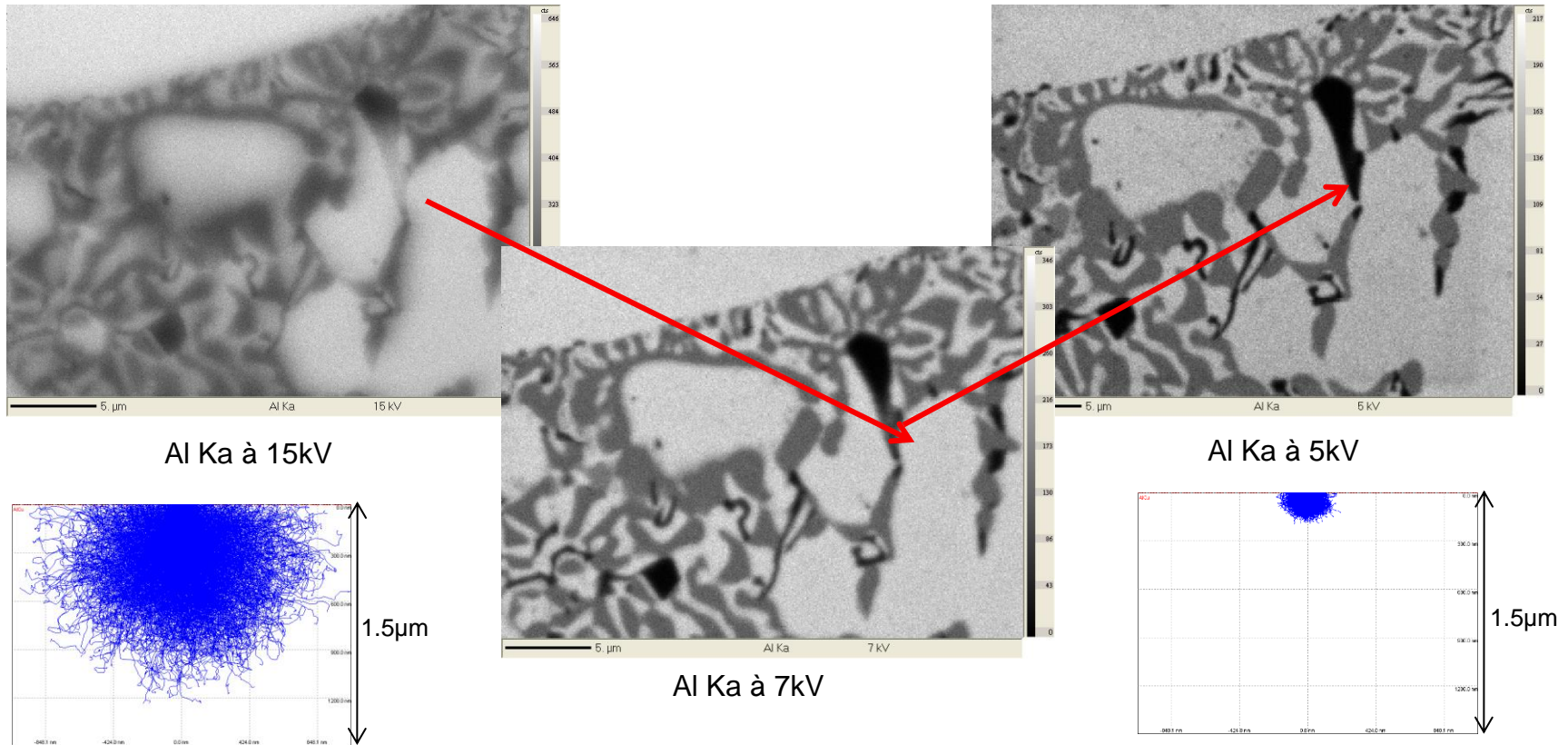


- Valeur de poire d'interaction de U dans UO<sub>2</sub>

Tension (keV)	2	5	8	10	12	15
Profondeur (nm)	50	180	360	510	700	1100

- Intérêt du travail à basse tension pour la mesure phase fine ou de phase de taille micronique ou sub micronique

## Effet de la tension d'accélération sur une cartographie X

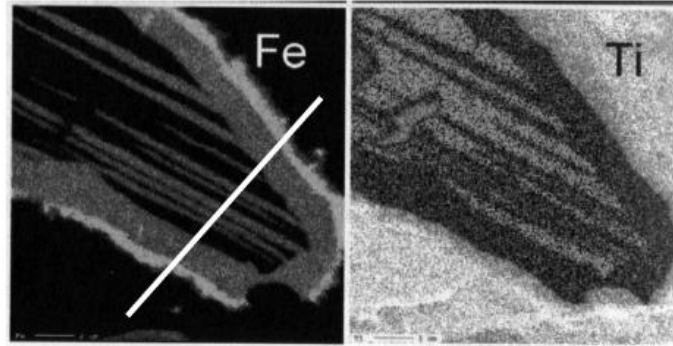
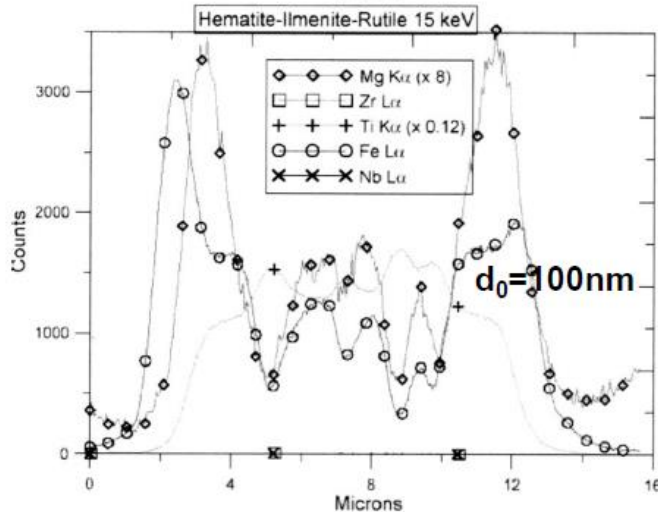
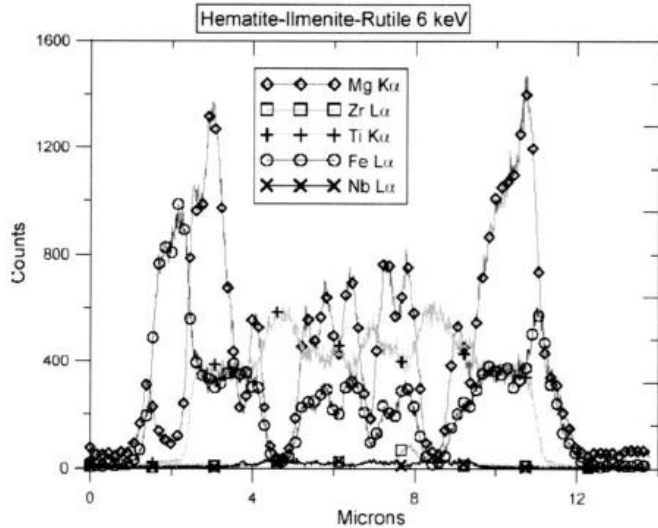


Meilleure résolution latérale de la cartographie X obtenue avec une faible tension d'accélération

Conditions expérimentales : 15, 7, 5keV et 50nA  
Echantillon: Cu Al échantillon laiton,

(Document CAMECA)

# CAS D'ANALYSE AVEC UNE SOURCE FEG



Profils d'intensité X au travers d'un échantillon de rutile-hématite-ilmenite obtenus à 15 et 6 kV sur une microsonde FEG Jeol 8500F. (C. Merlet 2002)

résolution à 6 kV

$U_0$        $Z_u$        $R_s$   
*en profondeur*      *latérale*

Mg Kα	4,6	0,257	0,399
Ti Kα	1,2	0,077	0,171
Fe Lα	8,5	0,271	0,418
Zr Lα	2,7	0,227	0,354
Nb Lα	2,5	0,221	0,346

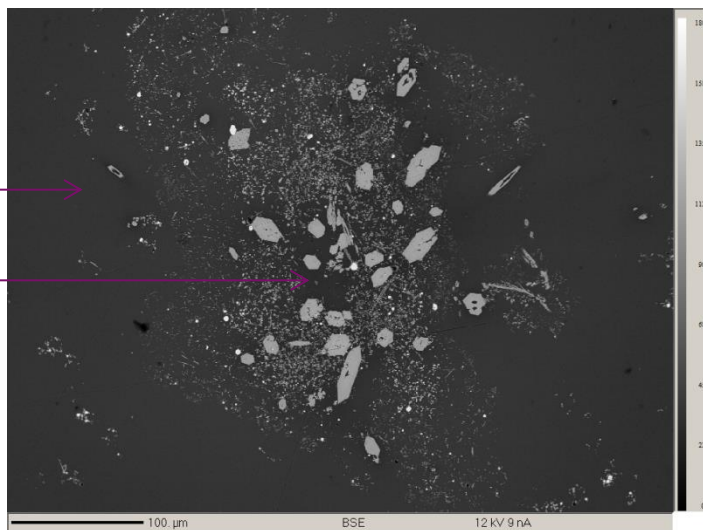
# CAS D'ANALYSE AVEC UNE SOURCE FEG

## Echantillon de microparticules contenues dans un verre nucléaire de type UOx

- Etude de la cristallisation de certaines phases dans une matrice verrière nucléaire. En fonction de la composition verrière et des conditions d'élaboration et de refroidissement, des cristaux sont susceptibles de se former dans la matrice.
- 25 éléments : Li, B, O, Al, Na, Si, P, K, Ca, Cr, Mn, Fe, Ni, Zn, Sr, Zr, Mo, Sn, Te, Cs, Ba, La, Ce, Pr, Nd, Ru, Pd.

Verre homogène

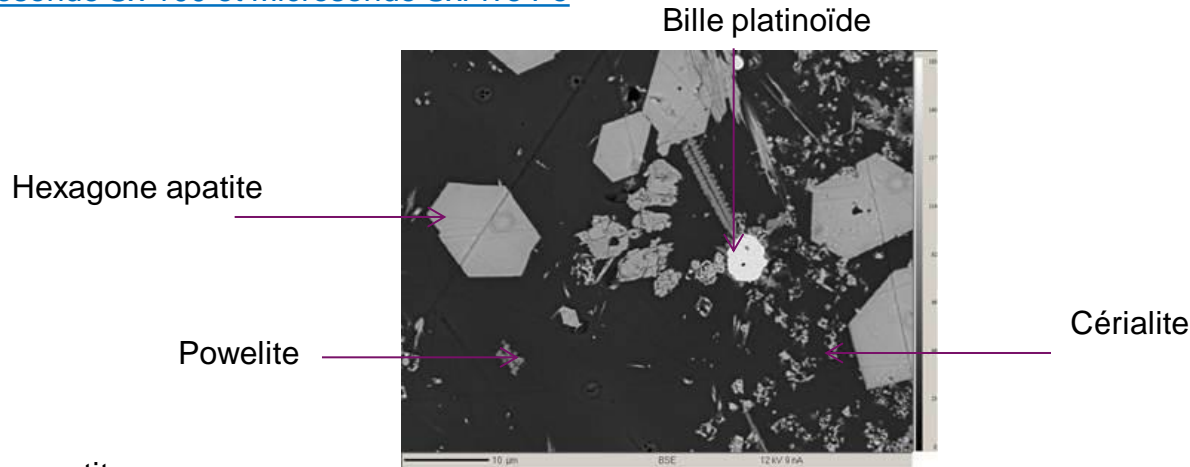
Verre résiduel



### [Microsonde Sx 100](#)

12 keV 10 nA cristaux PET, LPC3, LIF, LTAP, LPET lithium non mesuré

Point	B	Na	Al	Si	P	K	Ca	Cr	Mn	Fe	Ni	Zn	Sr	Zr	Mo	Sn	Te	Cs	Ba	La	Ce	Pr	Nd	Ru	Pd	O	Total
verre homogène	4,26	6,59	2,13	20,94	0,06	0,34	2,83	0,00	0,45	2,09	0,00	1,10	0,85	2,45	1,62	0,01	0,00	1,79	0,86	1,24	1,39	0,89	2,97	0,00	0,00	43,19	98,03
verre résiduel	5,36	2,60	4,30	20,41	0,04	0,27	2,41	0,09	0,25	1,77	-0,02	0,72	0,26	4,69	2,10	0,00	0,63	0,91	1,31	0,92	0,70	0,75	1,69	0,14	0,03	45,84	98,17

Microsonde Sx 100 et Microsonde SxFive Fe

## Hexagone apatite

Massique%	B	Na	Si	P	Nd	Pr	Ce	La	Cs	Ca	Sn	Sr	O	Total
Sx Five FE	0,16	0,24	8,91	1,08	27,02	8,13	6,72	10,44	0,22	5,75	0,01	0,23	30,11	99,03
SX100	1,61	0,26	9,11	0,92	31,94	10,04	6,62	10,64	0,28	6,23	0,02	0,65	27,80	106,13

## Bille platinoïde

Massique %	B	Na	Si	Al	Nd	Ce	La	Cs	Te	Ca	K	Zn	Fe	Mn	Pd	Ru	Mo	Zr	Sr	Total
Sx Five FE	-0,34	0,07	0,09	0,02	0,20	0,25	-0,48	0,29	11,82	0,05	0,05	0,21	0,18	0,03	84,23	0,11	-0,01	0,03	0,06	96,86
SX100	1,27	0,22	1,14	0,14	0,51	-0,04	0,30	0,35	18,18	0,20	0,01	0,59	0,24	0,15	72,37	0,87	0,27	0,11	0,22	97,08

➔ Amélioration des analyses avec la Sx Five Fe

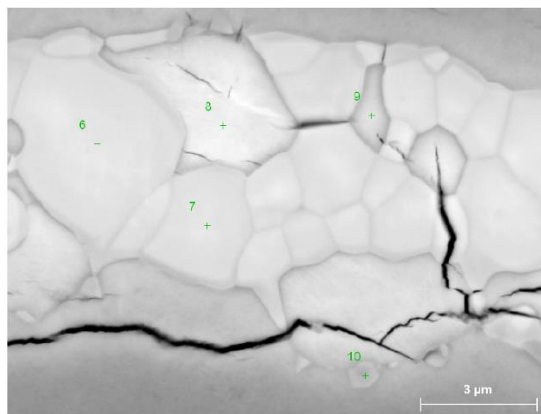
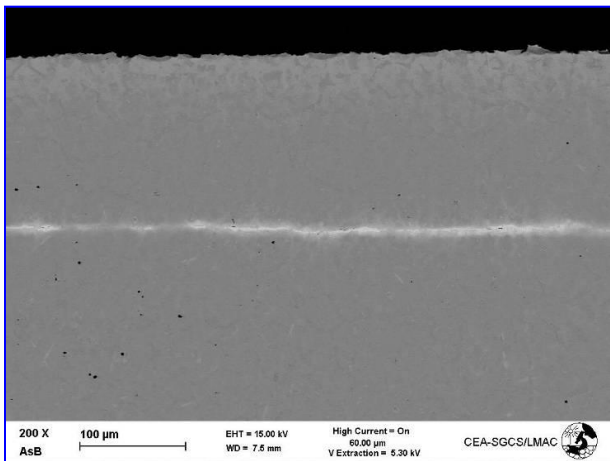
## Powelite

Massique %	B	Na	Si	Al	P	Nd	Pr	Ce	La	Ba	Cs	Te	Ca	Sn	K	Ni	Zn	Fe	Mn	Cr	Pd	Ru	Mo	Zr	Sr	O	Total
Sx Five FE	0,78	2,39	5,98	1,22	0,37	2,73	1,16	0,52	1,88	0,36	0,34	-0,59	10,34	0,06	0,04	0,01	0,32	0,48	0,16	0,02	-0,01	0,05	32,89	3,18	0,98	40,06	105,72
SX100	4,87	1,62	14,60	2,94	0,08	3,15	0,85	0,74	1,25	0,72	0,93	-0,07	6,58	0,05	0,15	-0,09	0,20	0,77	0,02	-0,06	0,01	-0,04	17,72	3,39	1,39	45,15	106,90

➔ Nécessité d'optimiser les résultats avec une tension plus faible (7 keV)

## Echantillon stratifié

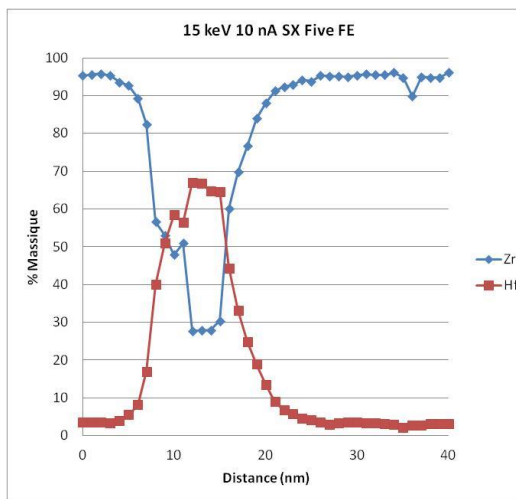
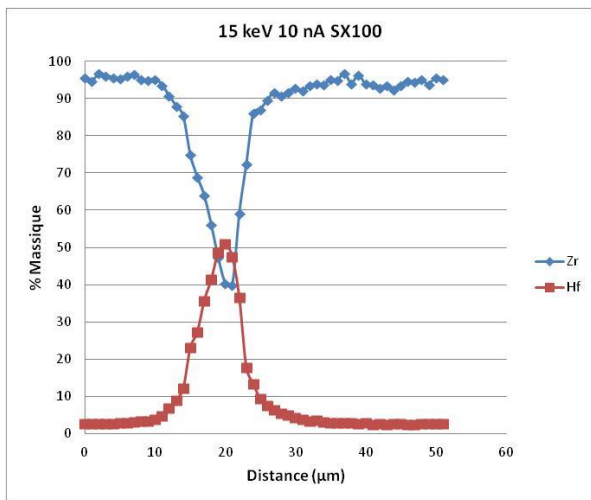
Etude des matériaux de revêtements utilisés dans les procédés nucléaires. Caractérisation d'un défaut d'homogénéité chimique.



- Mesures Patrick Allégri
- EDS Xflash Bruker MEB
- FEG Supra 55 (15 keV)

	Grain_9 [wt.%]	Grain_8 [wt.%]	Grain_6 [wt.%]
Hf	52.31	68.62	60.93
Zr	45.96	30.89	22.82
Fe	0.79	-	9.9
Ni	-	-	5.6
O	1.76	1.39	1.46
Cr	-	-	0.69
Total:	100.8	100.9	101.4

## Mesures Microsonde



- Amélioration de la résolution spatiale

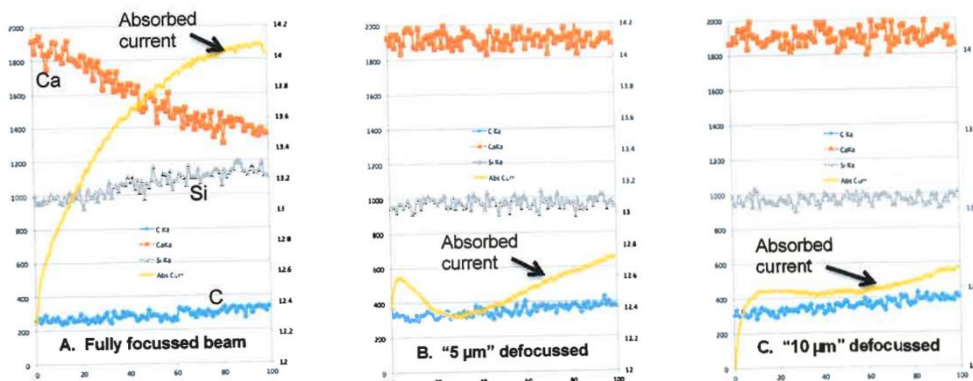
- Mesure SX Five Fe conforme aux mesures EDS

# CAS D'ANALYSE AVEC UNE SOURCE FEG

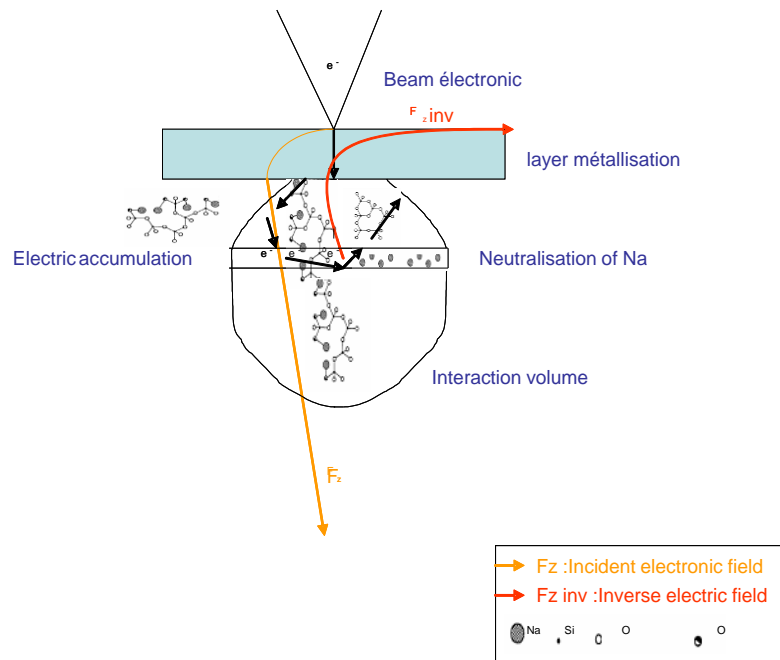
## Dommages induits par des sources fines : limitation de la résolution spatiale

- Attention aux échantillons contenant des liaisons moléculaires type verre, ou fluorure, la concentration de forte densité électronique peut induire des migrations dans l'échantillon et un effondrement de la matière. Nécessité de défocaliser le faisceau électronique.

Echantillon Wollastonite  $\text{CaSiO}_3$  7 KeV 20 nA



(Document J, FOURNELLE SX FIVE FE USA)



- Les microsondes FEG permettent désormais de pousser les limites de la microanalyse avec une adaptabilité sur des matériaux homogènes ou des matériaux présentant des microstructures variées (particules microniques, phases fines).

- Travail à basse tension tout en maintenant un fort courant.

- Réduction du volume d'analyse et optimisation de la résolution analytique .

- De nouvelles possibilités impliquent une nouvelle prudence sur l'analyse : Problématiques liées à l'analyse de surface (contamination carbone), utilisation des raies L, dommages induits par les sources fines.

- Un nouveau regain d'intérêt pour de nouvelles performances ...

# Merci de votre attention

---

Commissariat à l'énergie atomique et aux énergies alternatives  
Centre de Marcoule | 30207 Bagnols-sur-Cèze cedex  
emmanuelle.brackx@cea.fr

Direction de l'Energie Nucléaire  
DTEC  
SGCS/LMAC

Etablissement public à caractère industriel et commercial | RCS Paris B 775 685 019