

Résolution latérale en microanalyse EDS/WDS

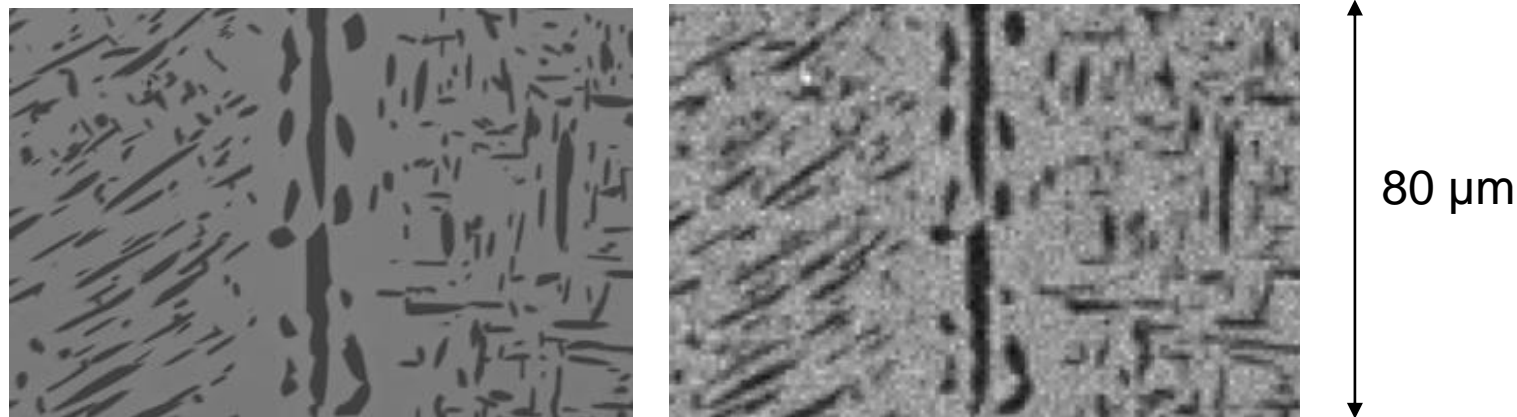
M. Perrut, D. Boivin, R. Arquier



[retour sur innovation](#)

Résolution des cartographies spectrales

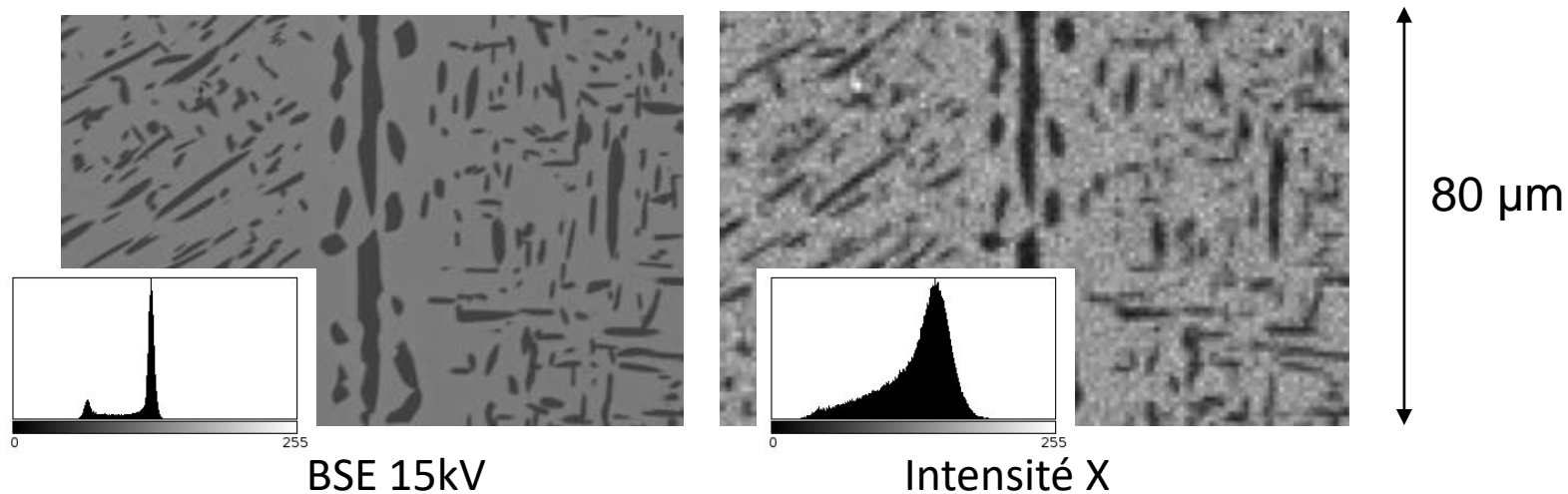
L'interaction rayonnement-matière dicte la résolution nominale des cartographies spectrales :



Alliage de titane observé en BSE à 15kV, et cartographie X (élément W)

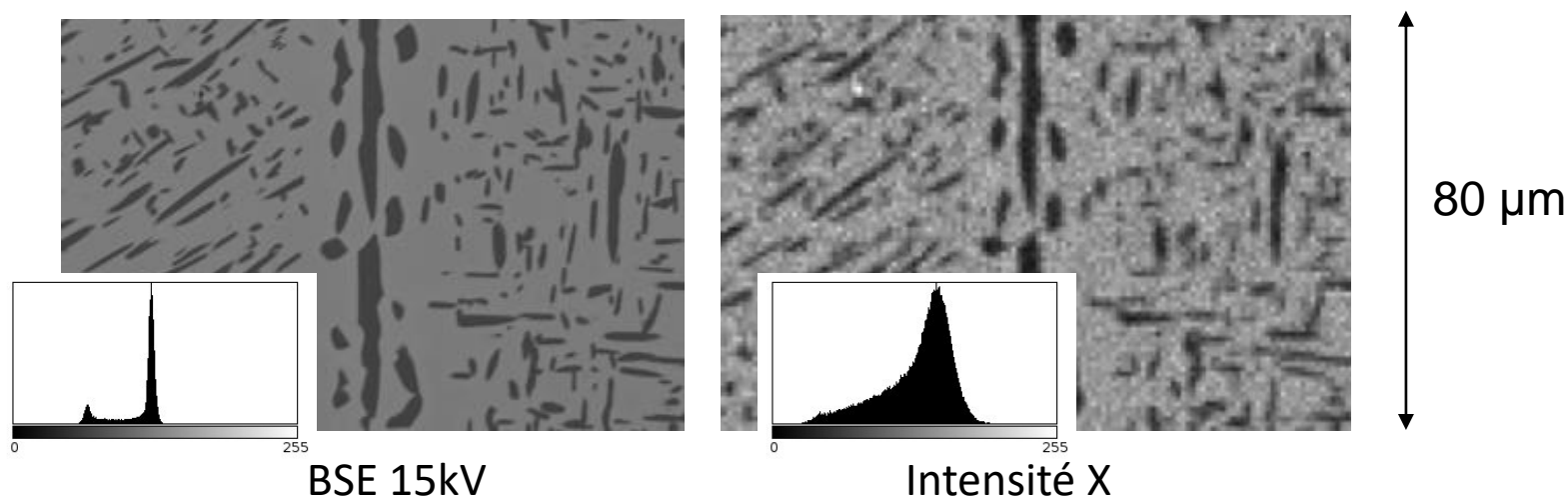
Résolution des cartographies spectrales

L'interaction rayonnement-matière dicte la résolution nominale des cartographies spectrales :



Résolution des cartographies spectrales

L'interaction rayonnement-matière dicte la résolution nominale des cartographies spectrales :

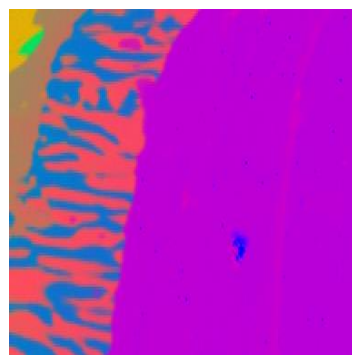


Vers une résolution améliorée :

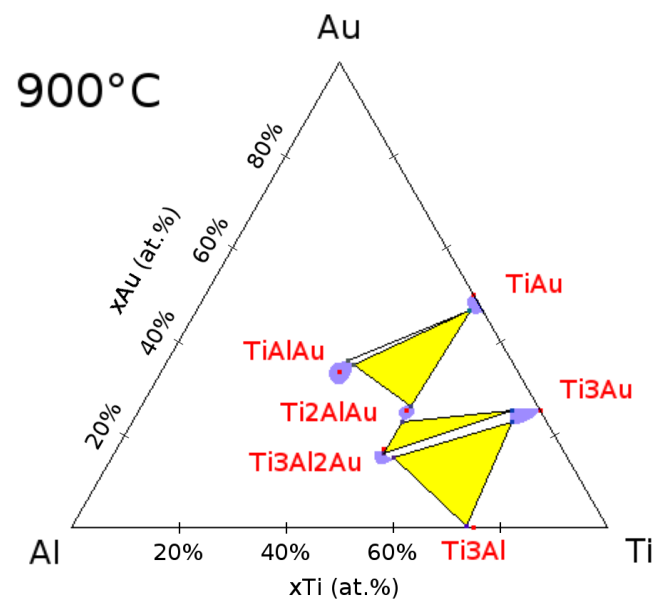
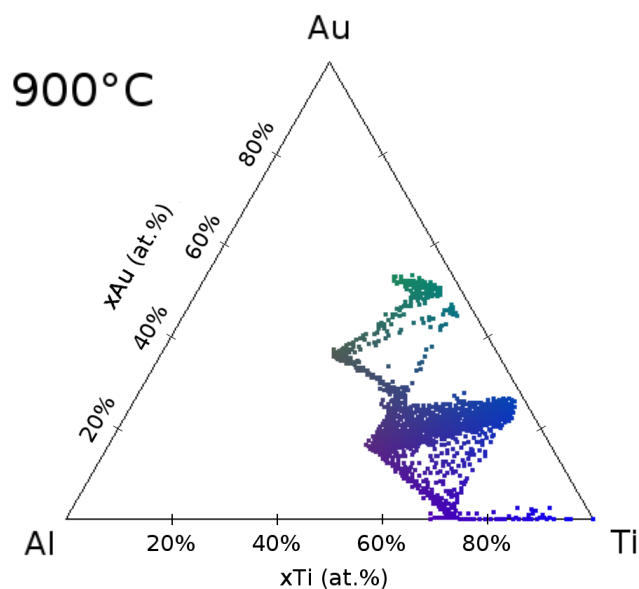
→ besoin de déconvoluer les contributions de chaque phase à la production de rayons X et à leur absorption

Compositions « vraies » et mesurées

40 μm



Dépôt d'or sur Ti_3Al
diffusé 24h à 900°C



Modélisation usuelle : Monte Carlo

La modélisation de la microanalyse hétérogène est réalisée depuis longtemps grâce à des simulations de type Monte Carlo.

Point faible : durée des simulations, plusieurs secondes pour un point de mesure

Modélisation usuelle : Monte Carlo

La modélisation de la microanalyse hétérogène est réalisée depuis longtemps grâce à des simulations de type Monte Carlo.

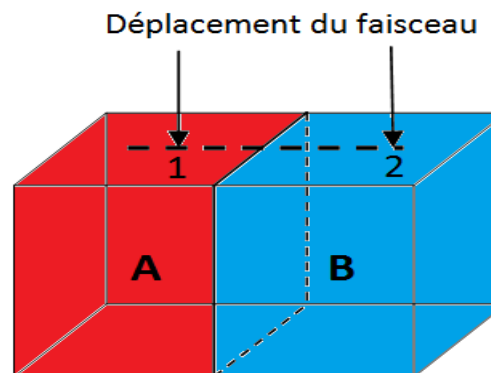
Point faible : durée des simulations, plusieurs secondes pour un point de mesure

MAIS

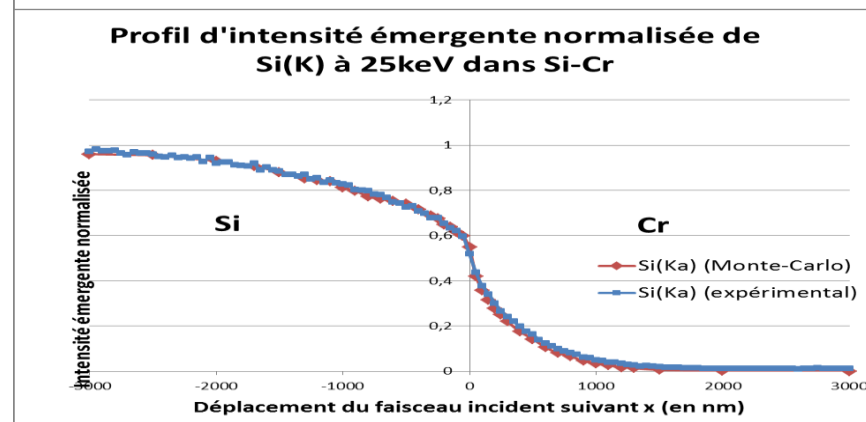
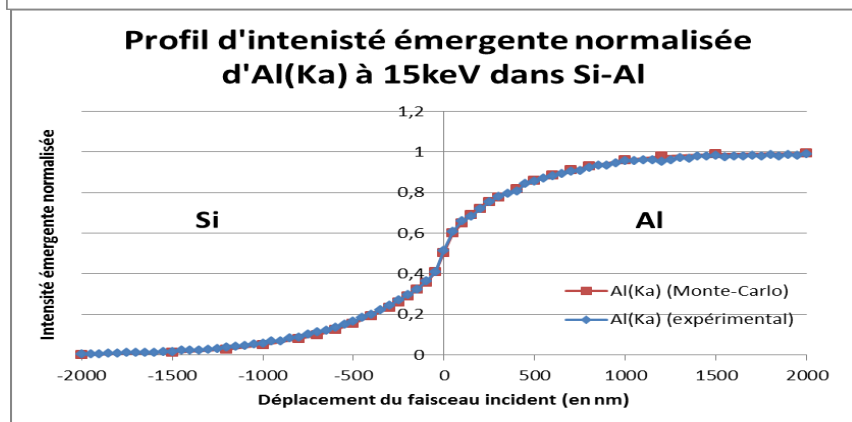
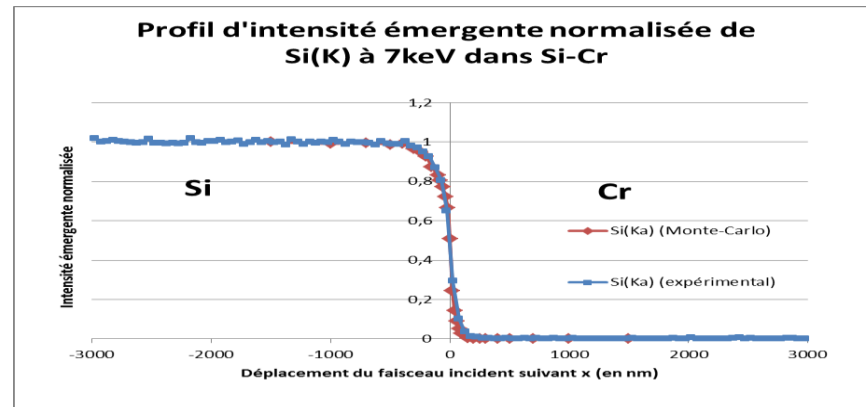
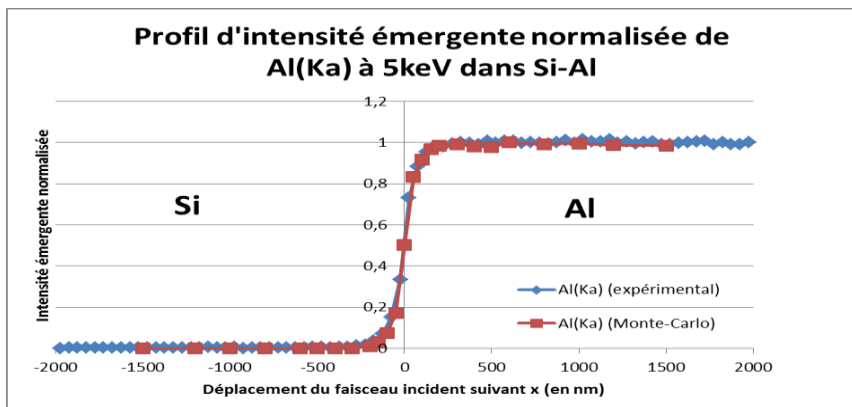
Conforme quantitativement par rapport à des mesures expérimentales.

Analyse conjointe expérimentale et Monte-Carlo effectuée sur des bi-matériaux A-B

Logiciel Hurricane gratuit (SamX)

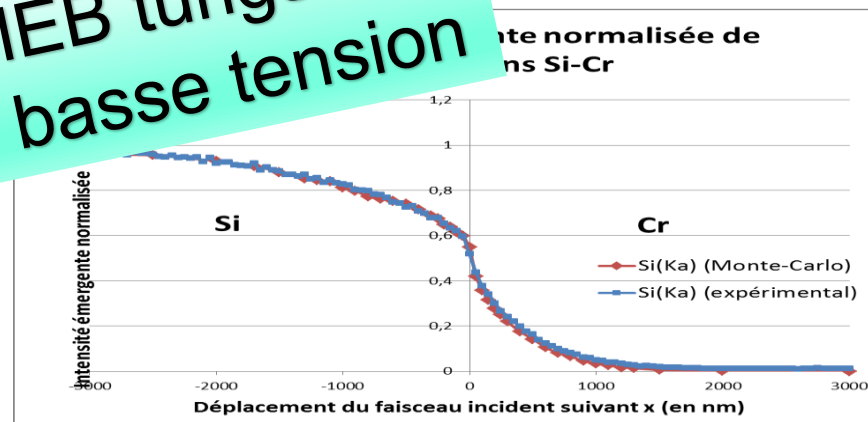
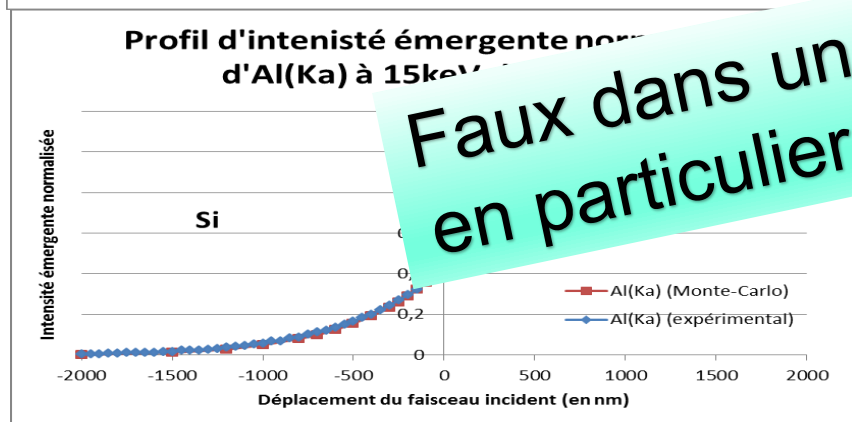
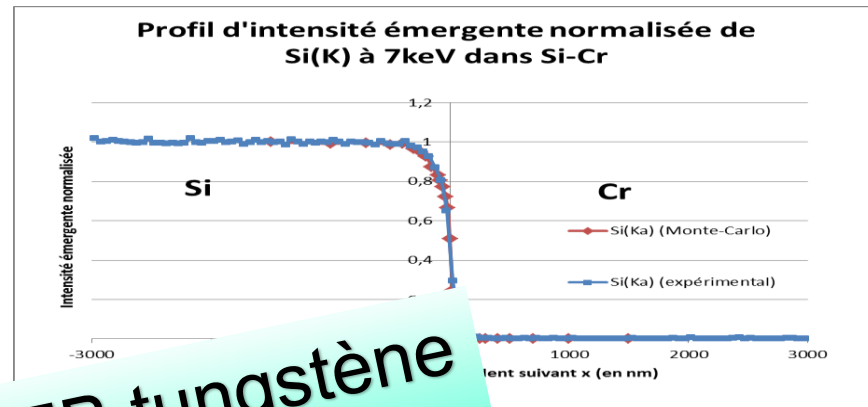
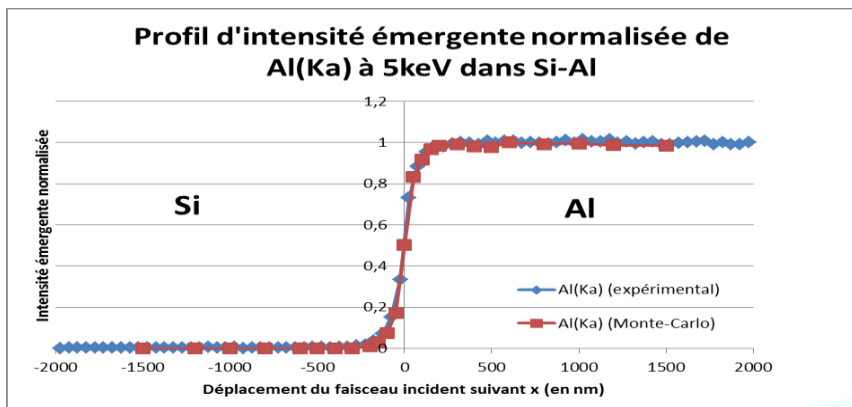


Modélisation usuelle : Monte Carlo



Superposition des courbes même à des pas < 20 nm dans un MEB FEG avec optimisation du compromis temps, taux de comptage et taille de sonde.

Modélisation usuelle : Monte Carlo



Faux dans un MEB tungstène en particulier à basse tension

Superposition des courbes même à des pas < 20 nm dans un MEB FEG avec optimisation du compromis temps, taux de comptage et taille de sonde.

Considérations expérimentales

➤ Taille de sonde de l'ordre de 1 nm → Paramètres MEB

MEB
FEG

Focalisation
optimale

Correction d'astigmatisme
optimale

Courant de
faisceau limité

➤ Dérive de la position du faisceau électronique réduite → Paramètres EDS et MEB

MEB
Stable

Spectrométrie EDS
plus rapide que WDS

Temps comptage par
point limité à environ 1
seconde

➤ Précision statistique relative des intensités X de quelques % → Paramètres EDS et MEB

Intensités X
mesurées
maximum

Taux de comptage
limité pour un
temps mort <30%

Optimisation du compromis
Taille de sonde / Courant de
faisceau / Taux de comptage /
Temps de comptage

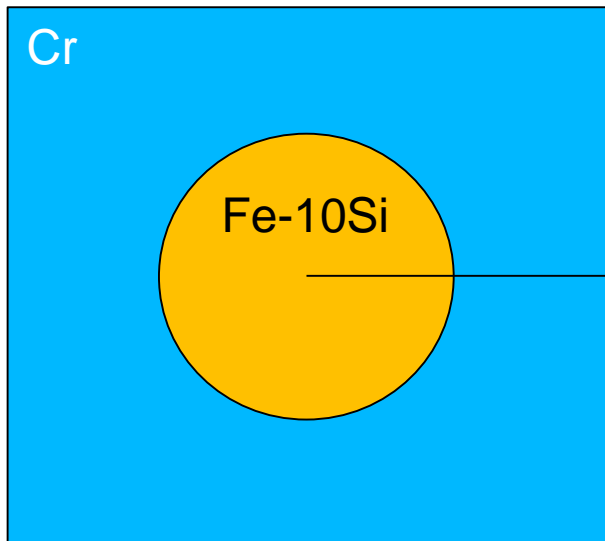
En microanalyse homogène ou stratifiée, des modèles dits en $\varphi(\rho z)$ sont utilisés pour calculer les effets de numéro atomique et d'absorption sur l'intensité X mesurée.

On généralise à 3 dimensions grâce à un modèle en $\varphi_{3D}(x, y, z)$ qui doit vérifier :

$$\iint \varphi_{3D}(\rho x, \rho y, \rho z) d\rho x d\rho y = \varphi(\rho z)$$

Cela nous permettra de prévoir théoriquement l'intensité X mesurée dans des alliages multiphasés.

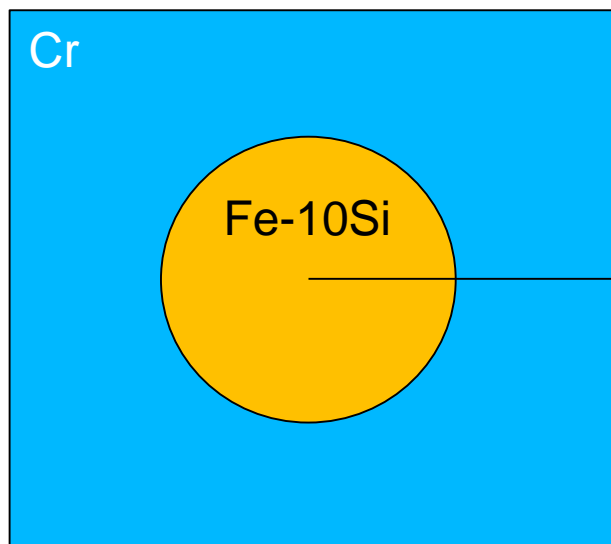
Simulations de profils : cylindres infinis d'axe z



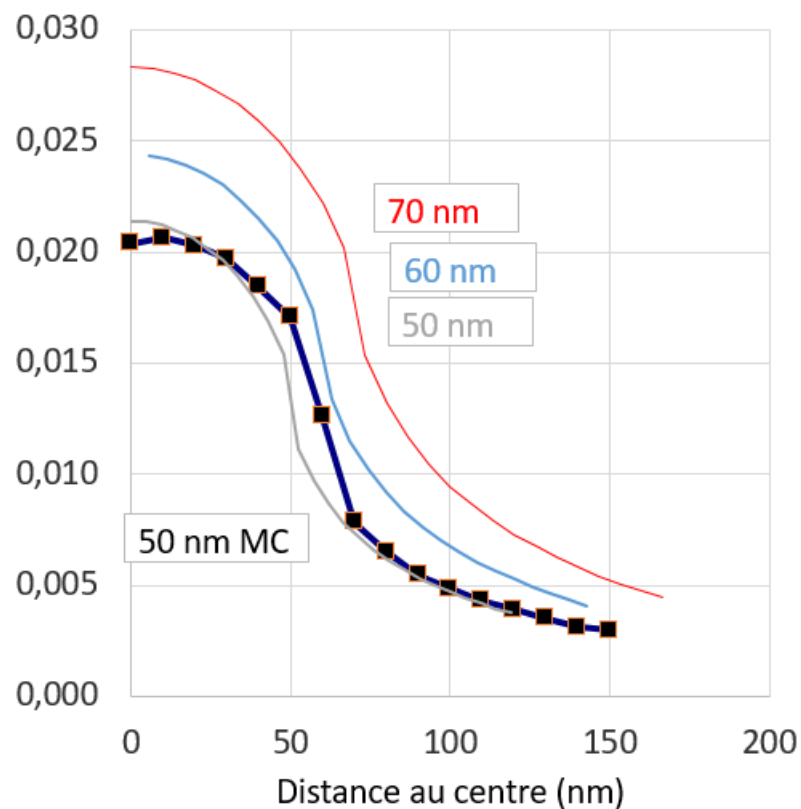
Le cylindre est de 60nm de rayon.
La tension est de 15 kV.

L'alliage Fe-Si est choisi de sorte que les effets de Z et de densité soient minimaux.

Simulations de profils : cylindres infinis d'axe z

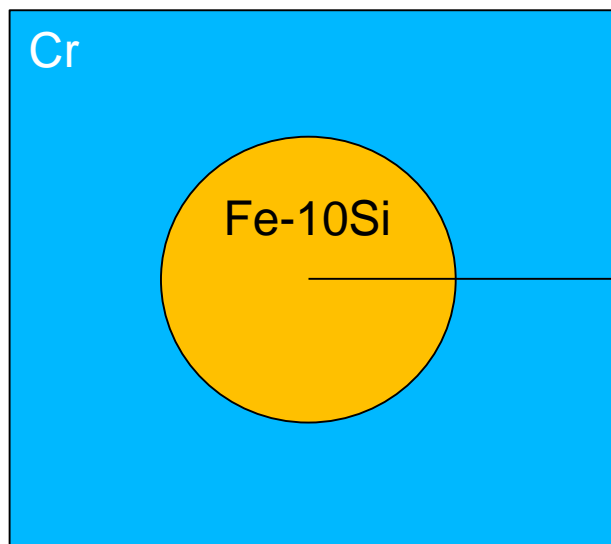


Intensité X - Silicium Ka

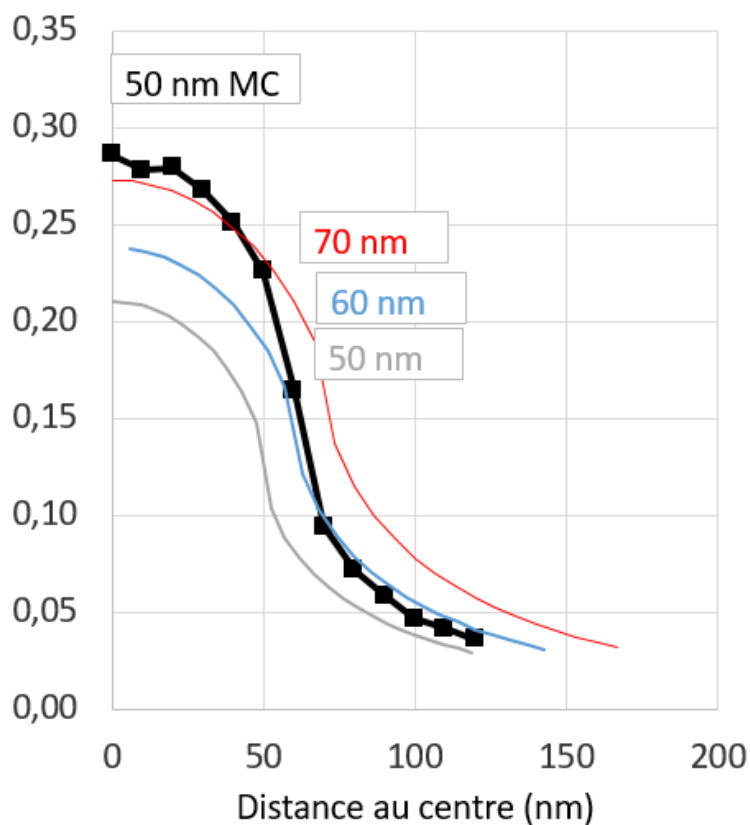


Premiers résultats

Simulations de profils : cylindres infinis d'axe z

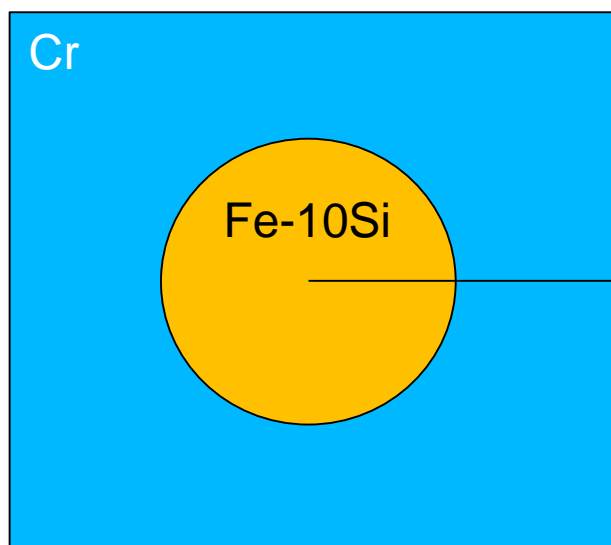


Intensité X - Fer Ka

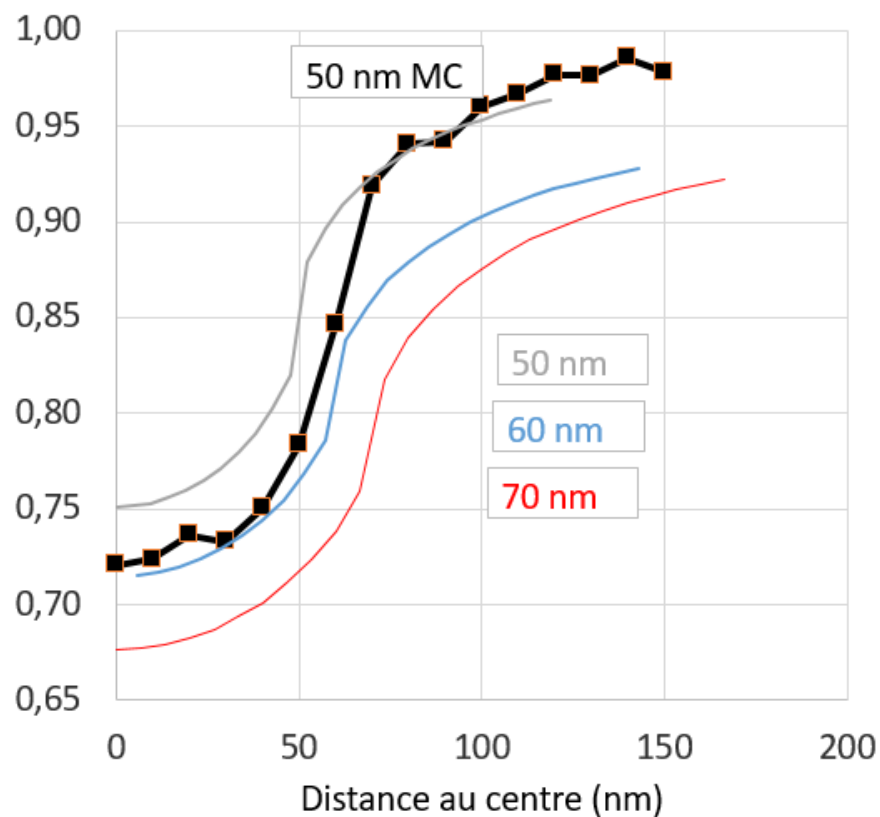


Premiers résultats

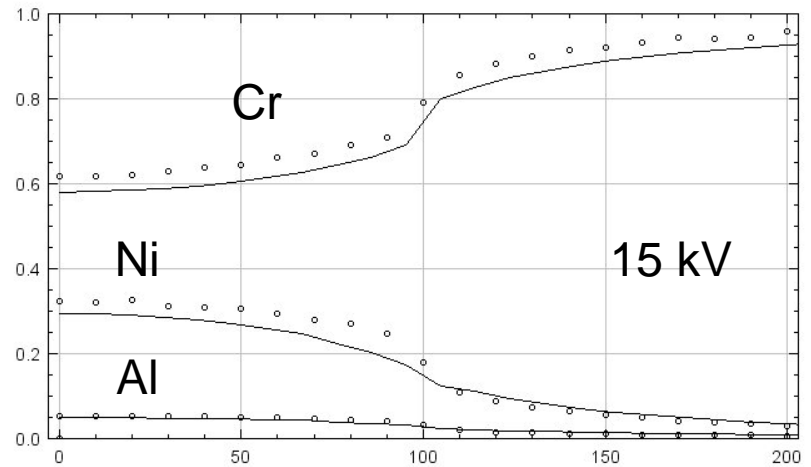
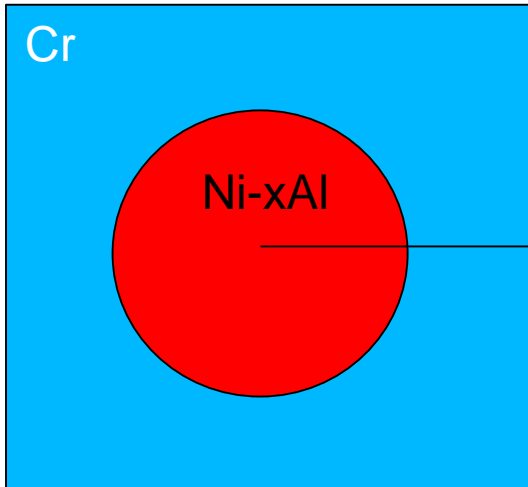
Simulations de profils : cylindres infinis d'axe z



Intensité X - Chrome Ka



Retrouver la composition et la taille d'un précipité cylindrique



On retrouve aisément la taille du précipité de 100 nm de rayon.

Côté composition, on trouve « manuellement » 3 possibilités différentes :

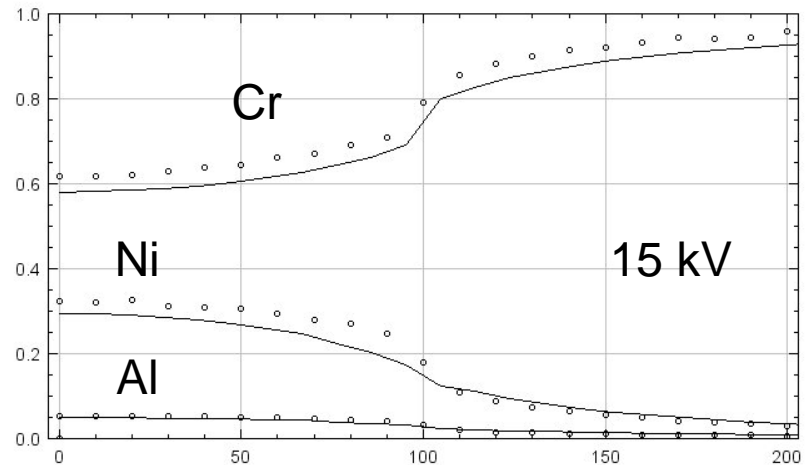
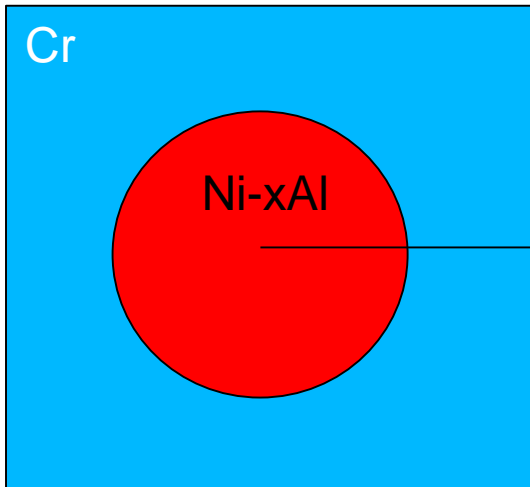
Ni (68,5) – Al (29,5) – Cr(2)

Ni (68,5) – Al (31,5)

Ni (70,5) – Al (29,5)

Premiers résultats

Retrouver la composition et la taille d'un précipité cylindrique



On retrouve aisément la taille du précipité de 100 nm de rayon.

Côté composition, on trouve « manuellement » 3 possibilités différentes :

Ni (68,5) – Al (29,5) – Cr(2)

Ni (68,5) – Al (31,5)

Ni (70,5) – Al (29,5)

Réponse : Ni (69,1) – Al (30,9)

Conclusion

- Une formulation 3D des modèles en ϕ (ρz) devrait théoriquement permettre l'évaluation de la composition chimique de précipités nanométriques dans des MEB ou microsonde FEG.
- Les résultats sont préliminaires mais indiquent une capacité prédictive sur des cas favorables.
- Le gain de temps par rapport à des calculs Monte Carlo serait considérable puisqu'il s'agit de simples convolutions avec une fonction analytique tridimensionnelle : l'optimisation de profils devrait être aisée, la simulation de cartographies spectrales sur compositions optimisées également.
- Des limitations intrinsèques se dessinent lorsque les contrastes chimiques matrice / précipité sont importants.