



RÉPUBLIQUE
FRANÇAISE

*Liberté
Égalité
Fraternité*



Geosciences pour une Terre durable

brgm

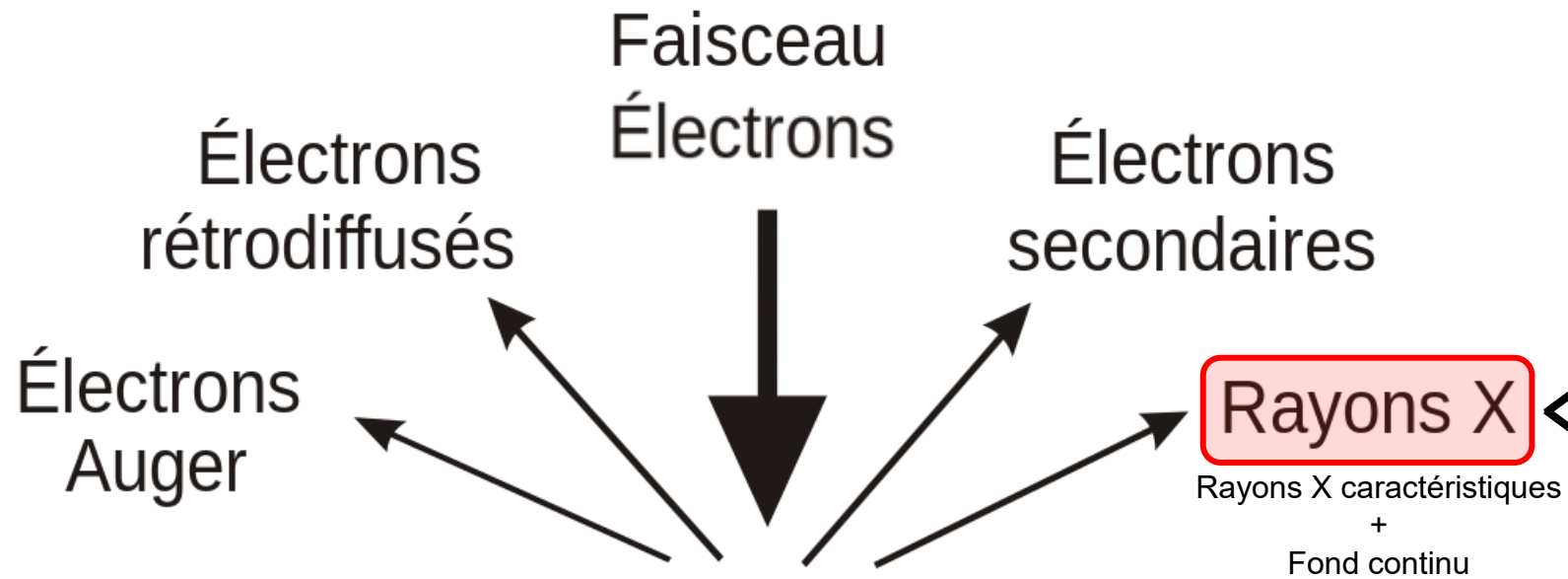
L'IMAGERIE ANALYTIQUE EN EDS ET EN WDS

Acquisition – traitements – exemples

Guillaume WILLE
BRGM / MACLE-CVL

GN-MEBA – journées pédagogiques
Paris, 4 et 5 décembre 2025

MACLE
microscopie imagerie
ressources analytiques
Centre-Val de Loire




EDS (EDX)
 Energy Dispersive
 X-ray Spectrometry

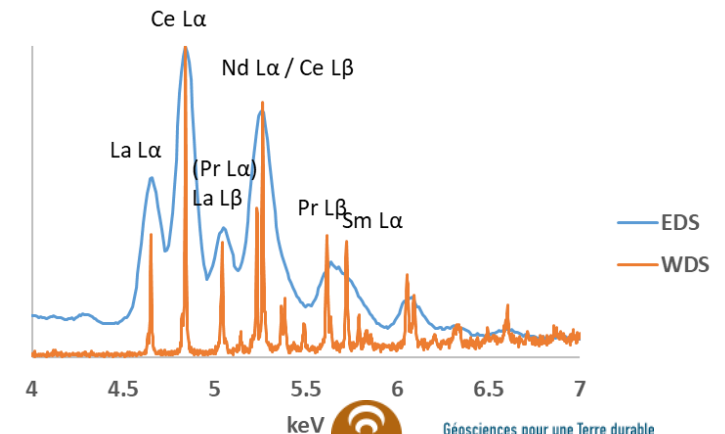
WDS (WDX)
 Wavelength Dispersive
 X-ray Spectrometry



Faisceau diffracté

Faisceau transmis

Diffusion inélastique





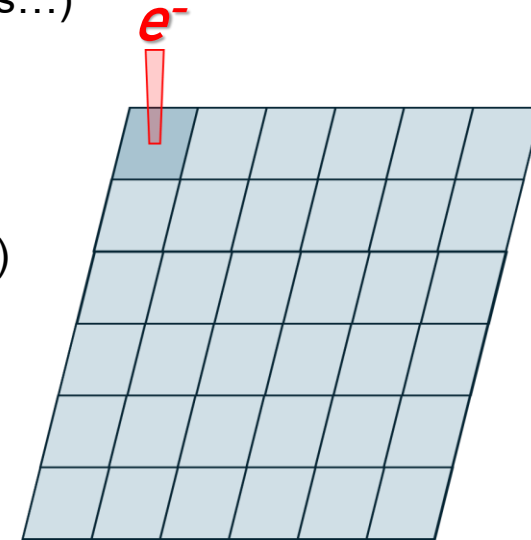
#01

CARTOGRAPHIES PRINCIPE ET DONNÉES

Cartographie élémentaire

La cartographie en spectrométrie de rayons X EDS ou WDS

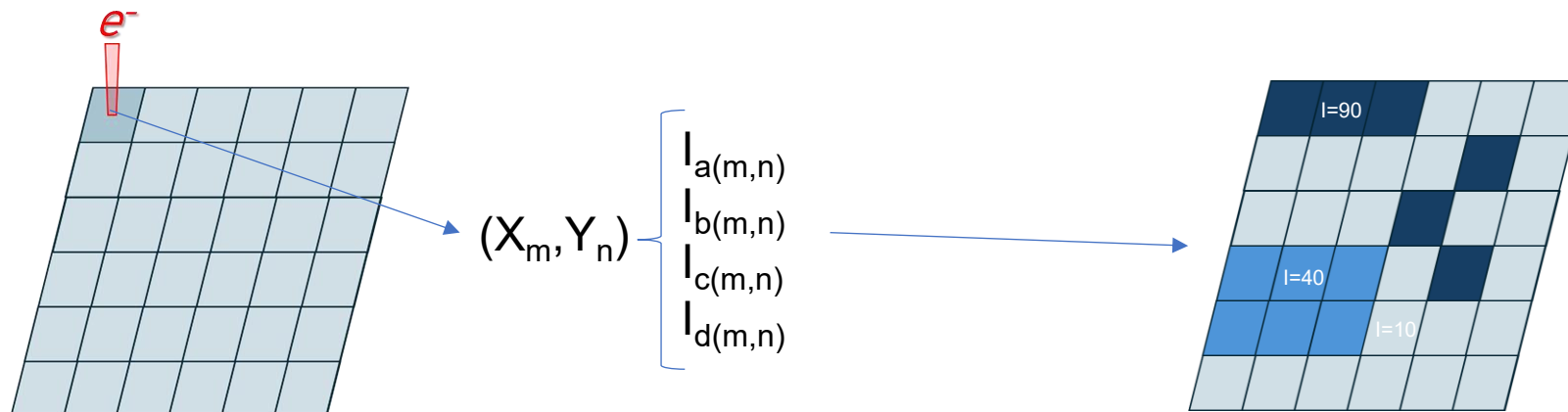
- Une cartographie élémentaire est une image représentant la répartition spatiale d'un élément chimique (numéro atomique Z) sur un champ de l'échantillon
 - Donnée qualitative (intensité du signal)
 - Donnée (semi-)quantitative (titre massique)
 - Données obtenues par traitement (combinaison d'éléments chimiques, « phases » chimiques...)
- La cartographie est définie par :
 - Les dimensions du champ analysé (en général un rectangle de longueur L et de largeur l)
 - Le nombre de pixels (en général, carrés) qui la constituent (ou bien le pas d'échantillonnage)
 - Pour chaque pixel, la valeur du signal mesuré (ou la valeur du signal traité)



Cartographie élémentaire

La cartographie en spectrométrie de rayons X EDS ou WDS

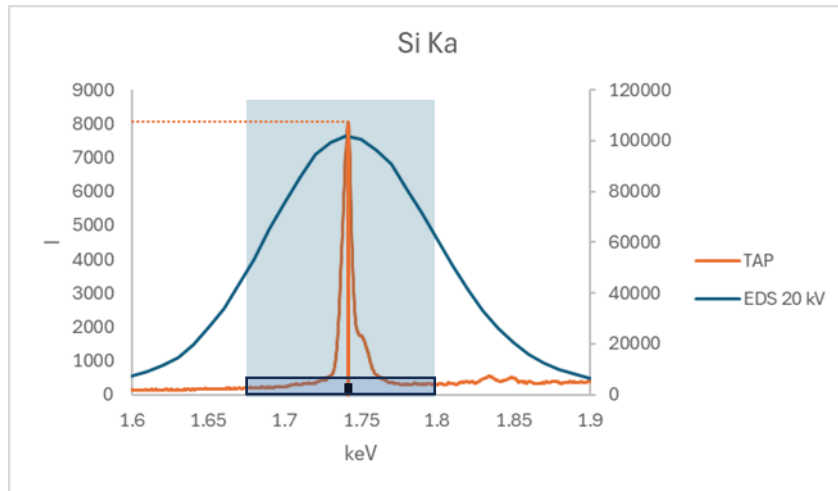
- Le résultat est une image (x,y,intensité), le signal étant représenté en niveaux de gris / couleur ou palette de couleurs
 - La résolution de la cartographie (dimension du pixel) n'est pas forcément égale à la résolution spatiale de la donnée cartographiée (volume d'émission du signal X détecté)
 - La donnée en intensité n'est pas directement proportionnelle au titre massique de l'élément en chaque point (*cf exposé de Sébastien PAIRIS, Institut Néel, en décembre 2021*)
 - La statistique de comptage est un élément-clé qui impacte directement la qualité de la donnée cartographiée



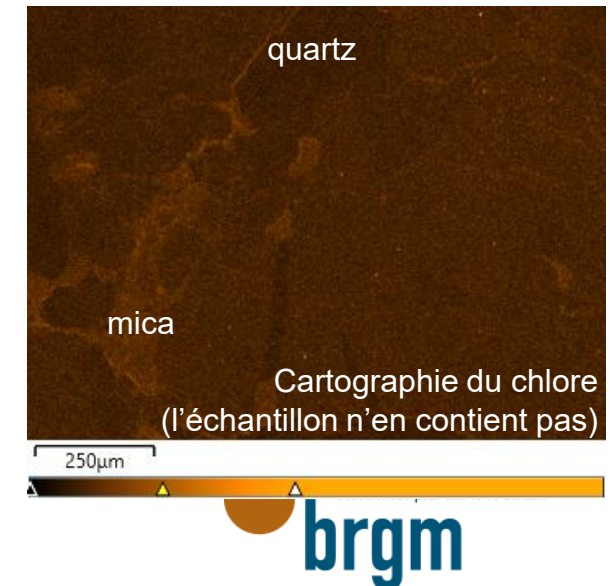
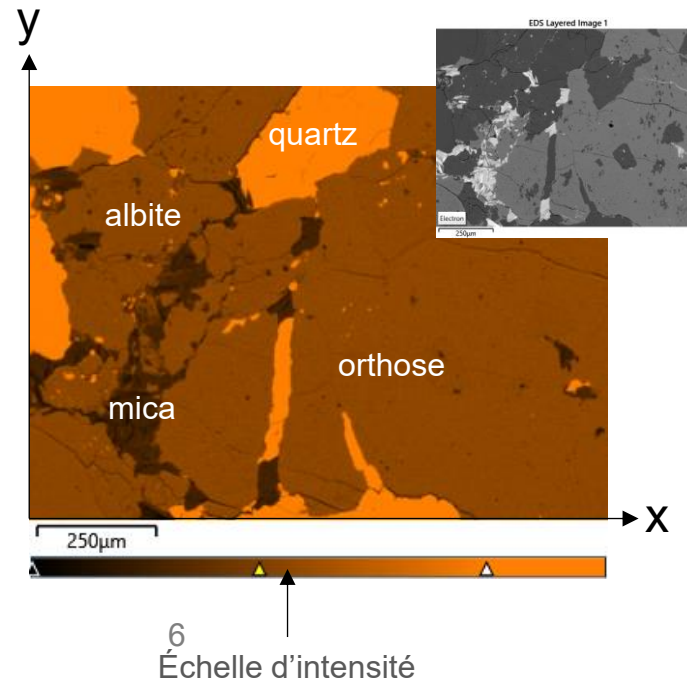
Cartographie

La cartographie en intensité « brute »

- Le signal affiché est le signal mesuré brut, c'est-à-dire la somme de l'intensité de la raie mesurée et du fond continu
- Cartographie en intensité (souvent appelée « cartographie ROI » en EDS)
 - Les variations d'intensité ne sont pas directement proportionnelles au titre massique
 - L'intensité mesurée en un point ne contenant pas de l'élément mesuré n'est jamais égale à zéro
 - Pour une même teneur, le signal collecté peut varier en fonction de la composition de la phase qui le contient



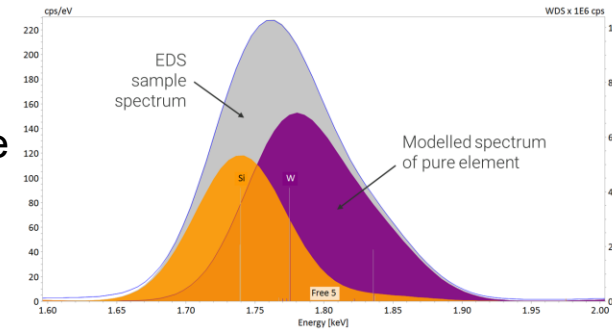
■ bremsstrahlung



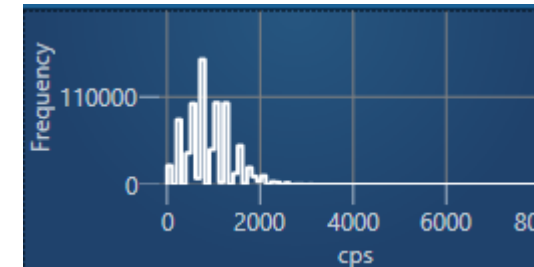
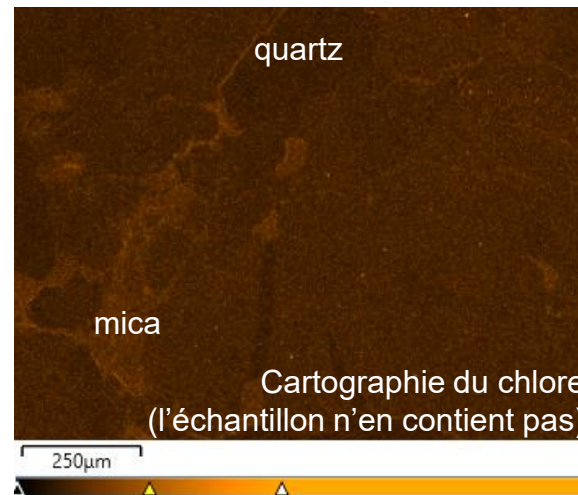
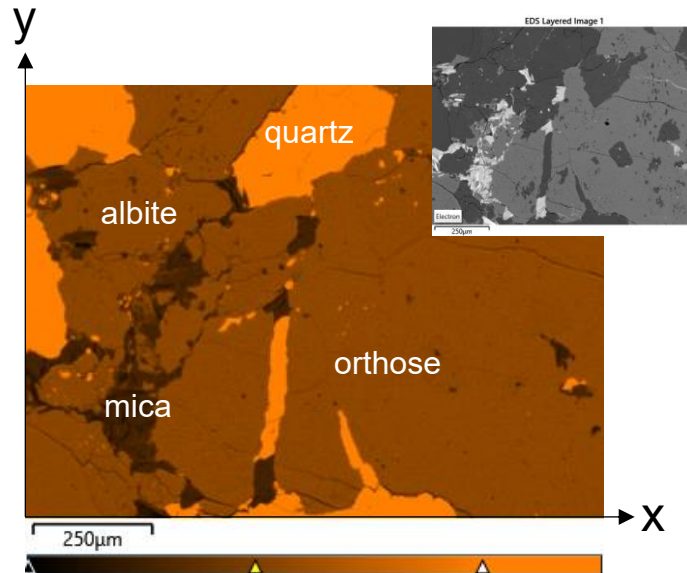
Cartographie

La cartographie en intensité nette

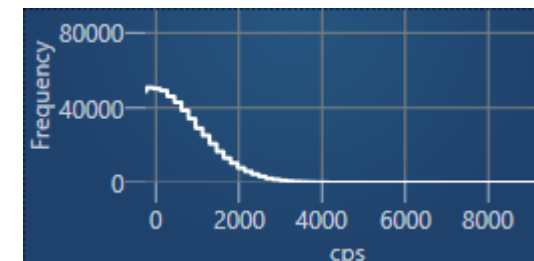
- Le signal affiché est la somme de l'intensité de la raie moins l'intensité du bremsstrahlung
 - Les variations d'intensité ne sont pas directement proportionnelles au titre massique
 - En général, les chevauchements de pics sont pris en compte (déconvolution)
 - Les zones à teneur nulles sont à intensité 0 ($\pm \varepsilon$)



Déconvolution Si K / W M en EDS
(doc Bruker)



Intensité brute
(cartographie CI)

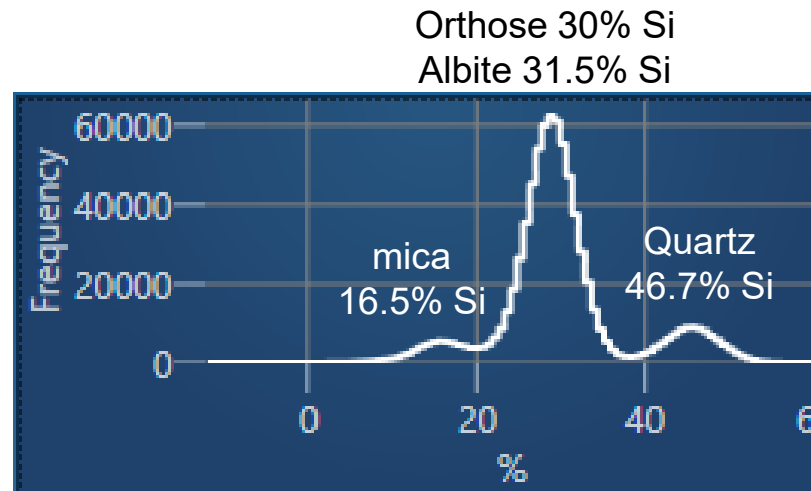
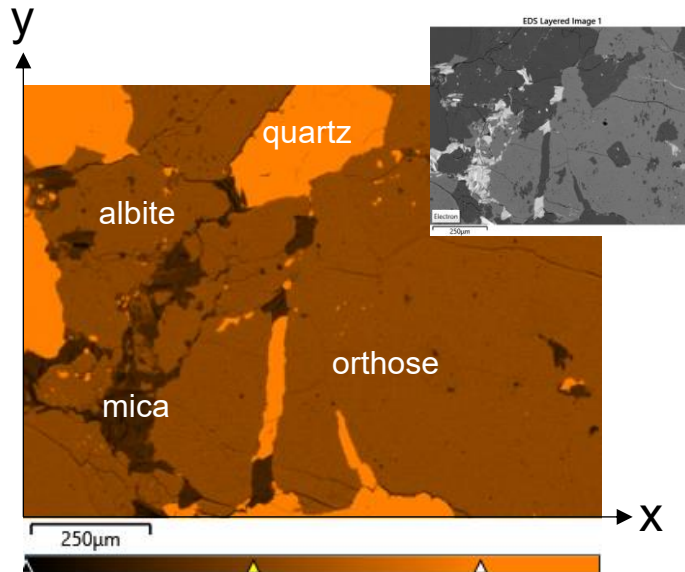


Intensité nette
(cartographie CI)

Cartographie

La cartographie (semi-)quantitative

- Le signal mesuré est traité selon un modèle de quantification type ZAF ou $\phi(\rho z)$ avec ou sans témoins
 - Cartographie (semi-)quantitative
 - Les variations d'intensité affichées sont proportionnelles au titre massique de l'élément
 - La valeur de titre massique obtenu n'a pas la précision d'une analyse quantitative ponctuelle (notamment : temps de comptage \ll temps de comptage pour une analyse ponctuelle)



Histogramme de la cartographie EDS de Si K α dans un granite (minéraux silicatés)

A photograph of a person in a cave, wearing a white helmet and an orange life vest, standing in shallow water. The cave walls and ceiling are covered with a dense, orange, 3D point cloud mesh. The floor of the cave is covered with a green, 3D point cloud mesh. The person is positioned in the center of the frame, facing away from the camera.

#02

CARTOGRAPHIE CONDITIONS ET ECHANTILLON

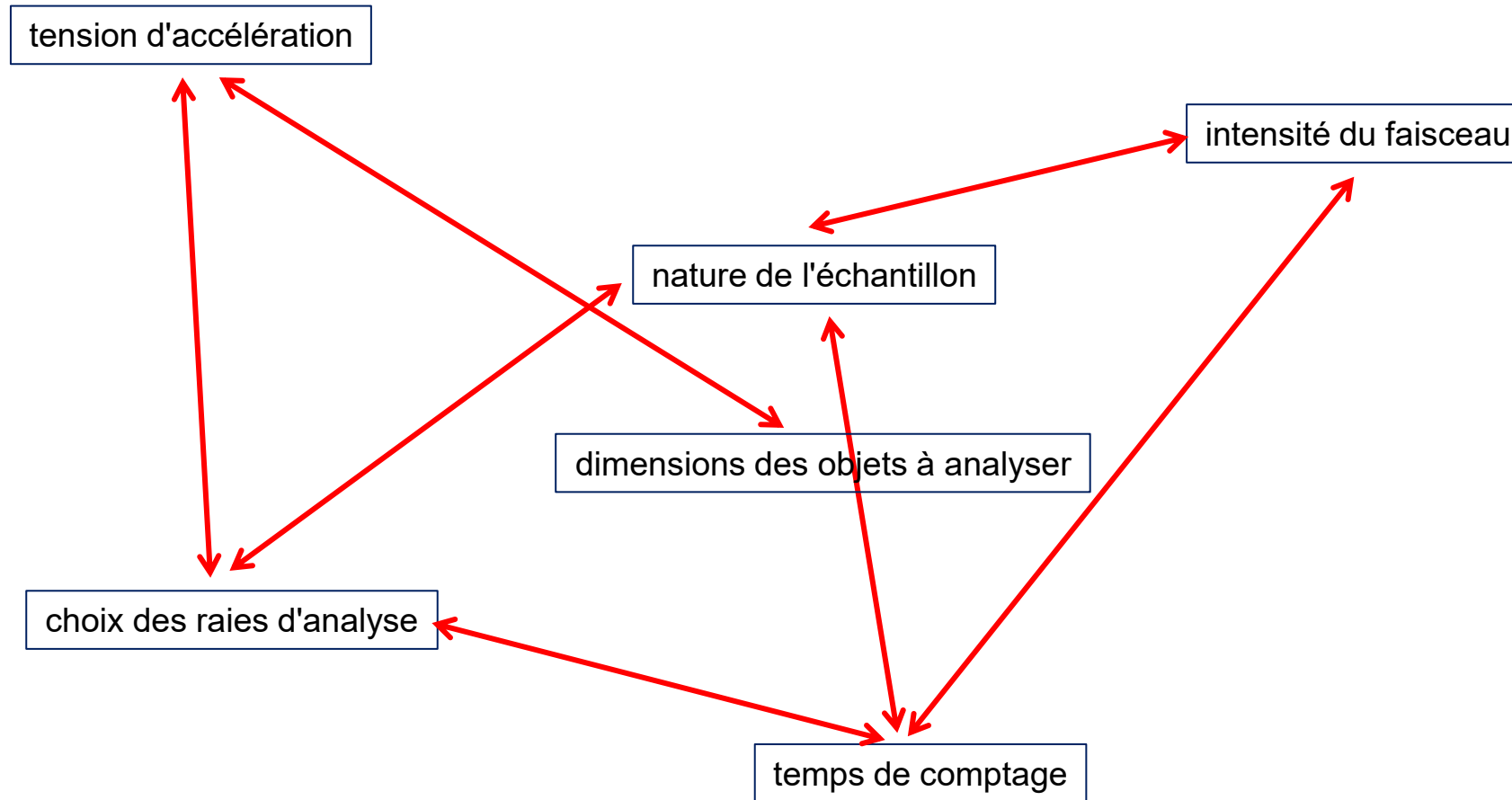
Paramètres d'acquisition

Réglage du MEB et du système de microanalyse

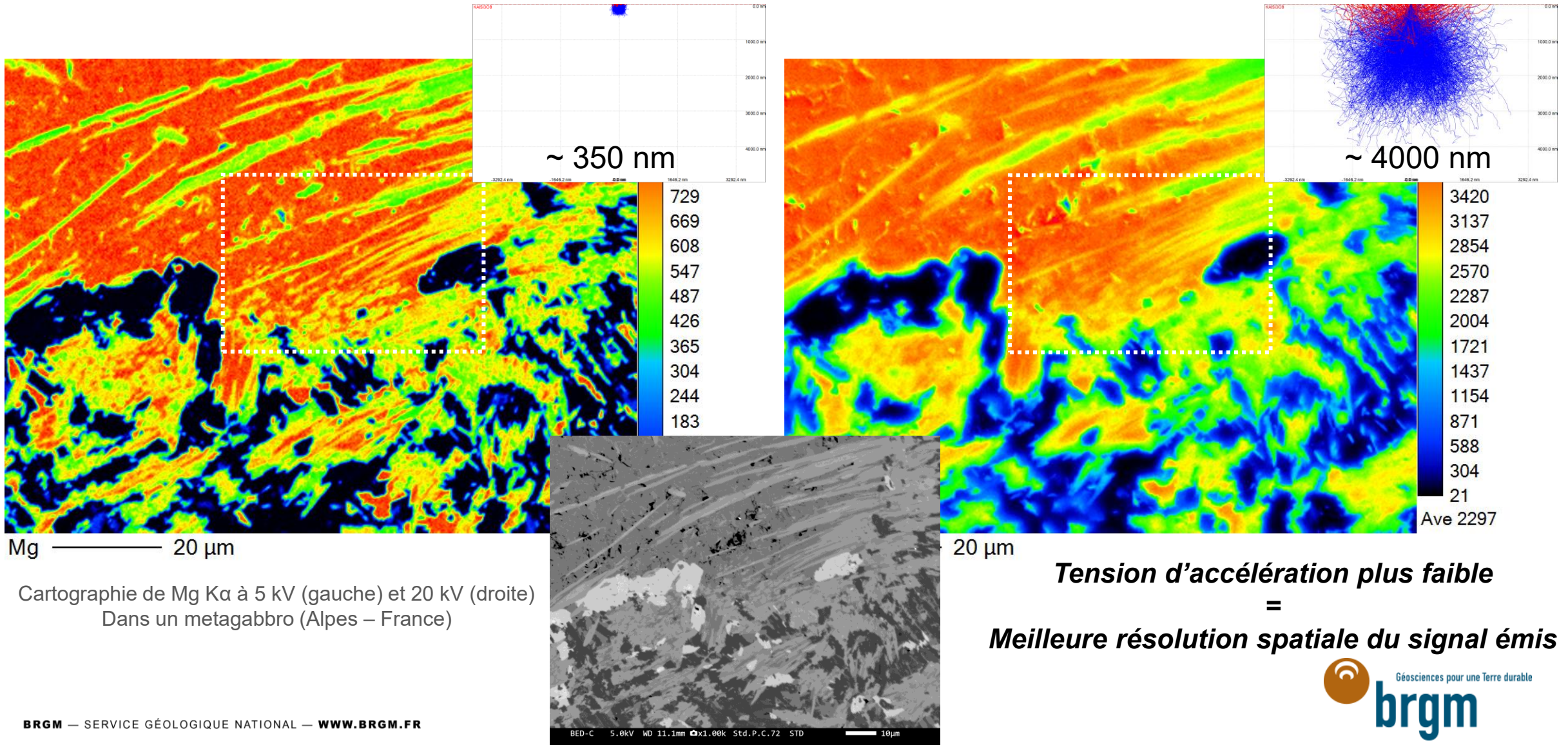
- Le MEB
 - Tension d'accélération
 - Raies analysées, interférences entre éléments
 - Résolution spatiale (volume d'interaction), notamment dans le cas d'objets de dimensions micrométriques
 - Courant de faisceau
 - Courant de faisceau \Rightarrow intensité du signal (nombre de CPS) \Rightarrow statistique de comptage / durée d'acquisition
 - Plusieurs risques / contraintes:
 - Saturation du détecteur (SiLi, SDD anciens), temps mort et constante de mise en forme (EDS)
 - Dégradation de l'échantillon (sur microsonde : possibilité de défocalisation du faisceau)
- Système EDS / WDS
 - Temps d'acquisition par point (dwell time), constante de temps (EDS), monochromateur(s) (WDS)...
 - Nombre de pixels en X et en Y et/ou les dimensions de la zone cartographiée et/ou le pas
 - Type de déplacement (décalage faisceau ou déplacement platine)

Certains paramètres s'influencent mutuellement

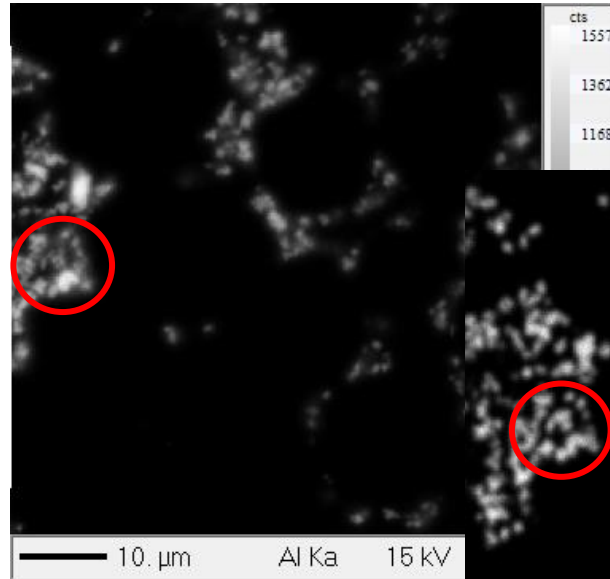
Choisir les bons paramètres n'est donc pas toujours évident et simple !



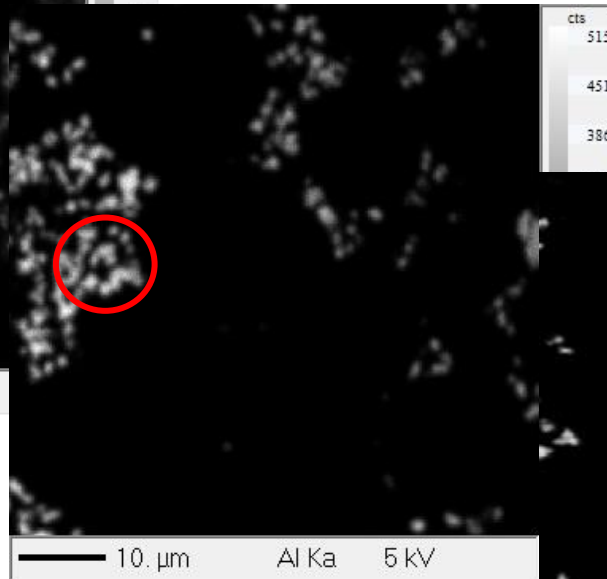
Paramètres d'acquisition



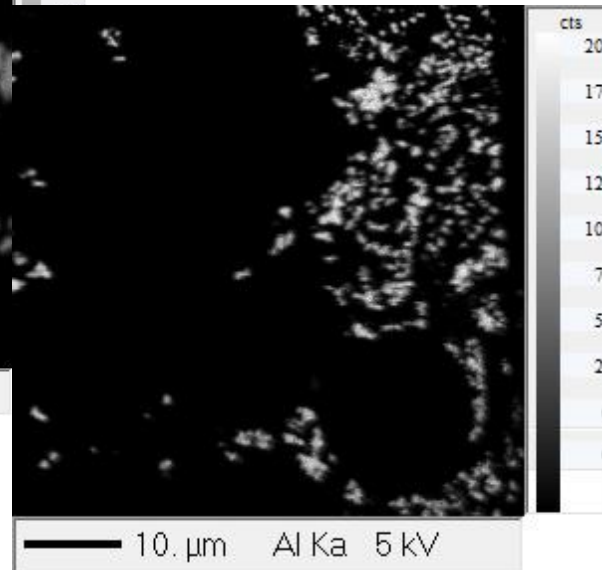
Paramètres d'acquisition



canon W 15 kV*



canon W 5 kV*



canon FEG 5 kV**

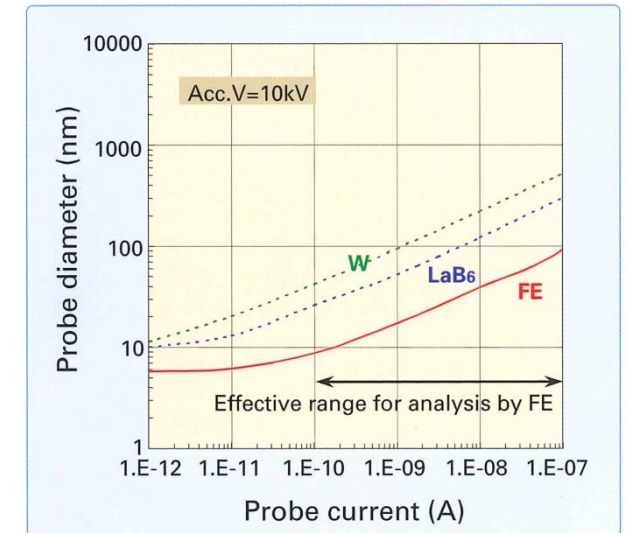
Cartographie WDS de Al K α à 15 et 5 kV (20 nA)
microsondes à canon W* et FEG**

Échantillon: Composite SiC / MAS (X. Bourrat - BRGM)

* SX Five W @ BRGM - G. Wille

** SX Five FE @ Cameca - M. Outrequin

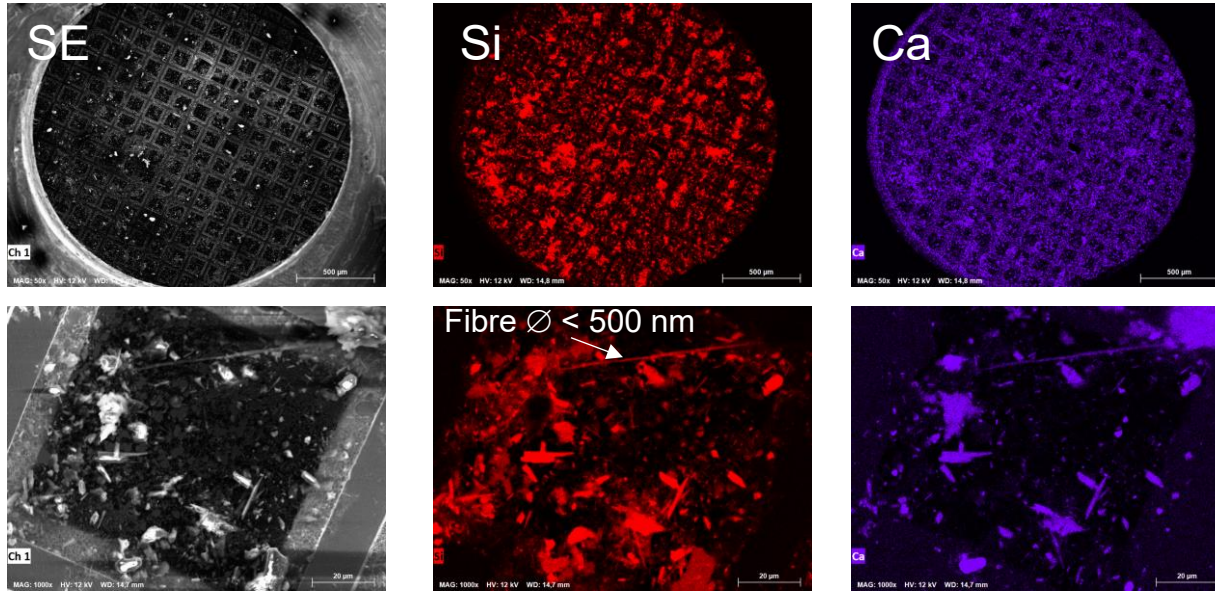
L'apport de la basse tension sur la cartographie est partiellement contrebalancée par l'élargissement du faisceau à basse tension, dans le cas de la sonde à canon tungstène



Diamètre de sonde en fonction
du courant de sonde (doc. JEOL)

Paramètres d'acquisition

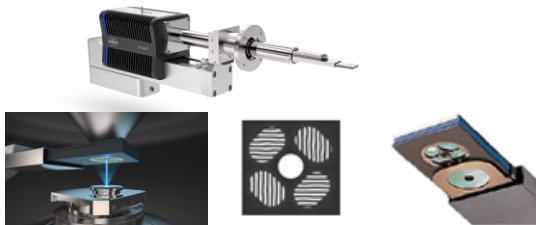
Cartographie et résolution spatiale : échantillon TEM



Cartographies MEB-EDS sur grille TEM

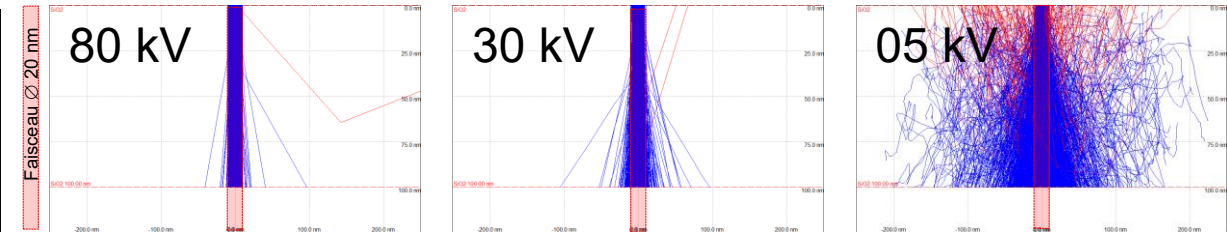
Meta-grabbro (02B) contenant des amphiboles fibreuses

HV = 12 kV – Détecteur EDS BRUKER FlatQUAD (P. Lasson – Synergie4)



Détecteur BRUKER FlatQUAD
Angle solide de collection ~ 1 sr

Simulation Monte-Carlo (CASINO v2.48)
Lame de SiO₂ d'épaisseur 100 nm



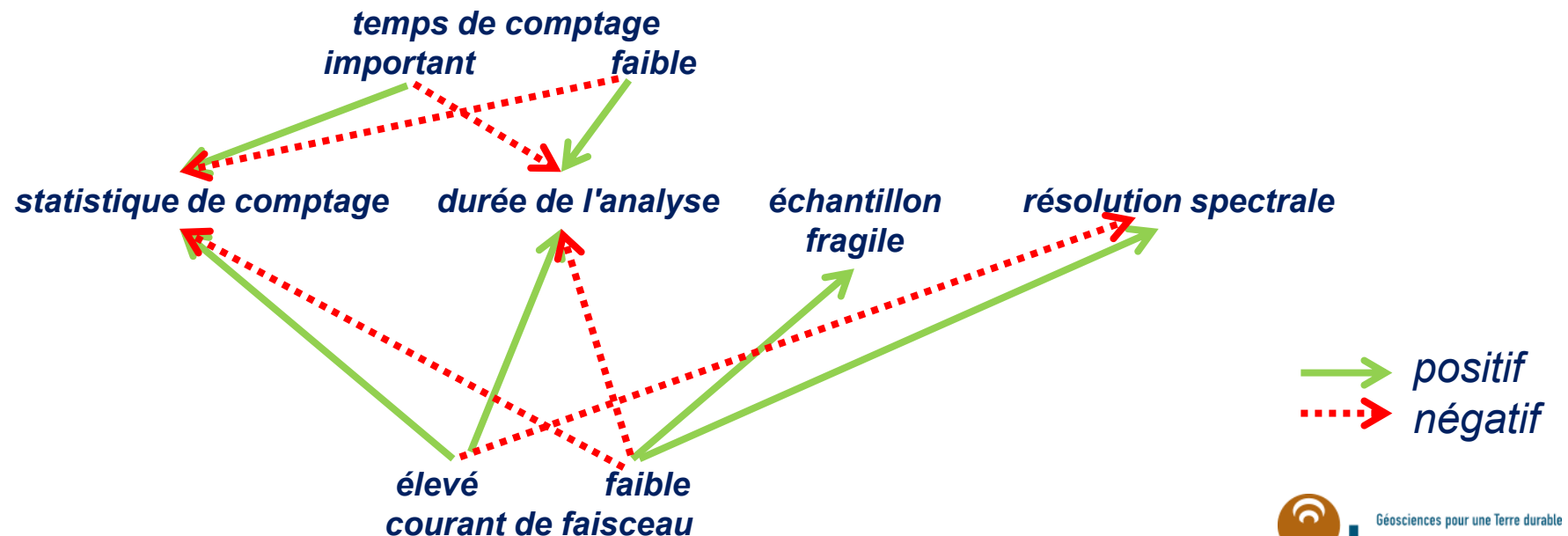
Cartographies au MEB, sur échantillons TEM

- Avantages :
 - La résolution est proche du diamètre de faisceau
 - Possibilité de très haute résolution à HV élevée (20-30 kV)
 - Large champs de collection (vs (S)TEM)
- Inconvénients :
 - Temps d'acquisition élevé (selon détecteur EDS)
⇒ correction de dérive
 - Porte-échantillon spécifique

Paramètres d'acquisition

Temps de comptage (Dwell Time) et courant de faisceau

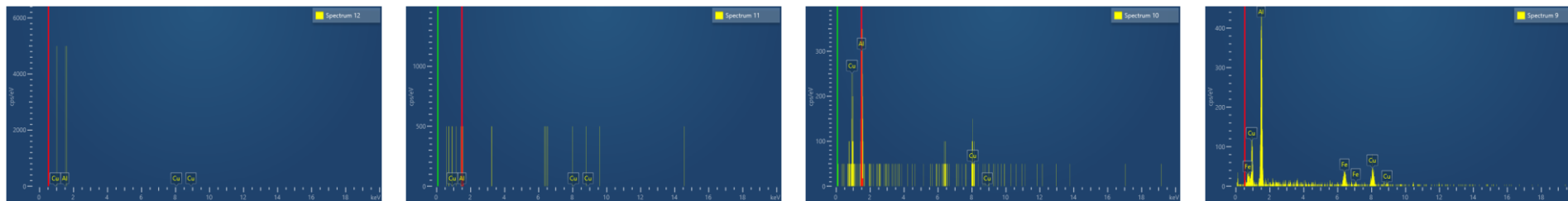
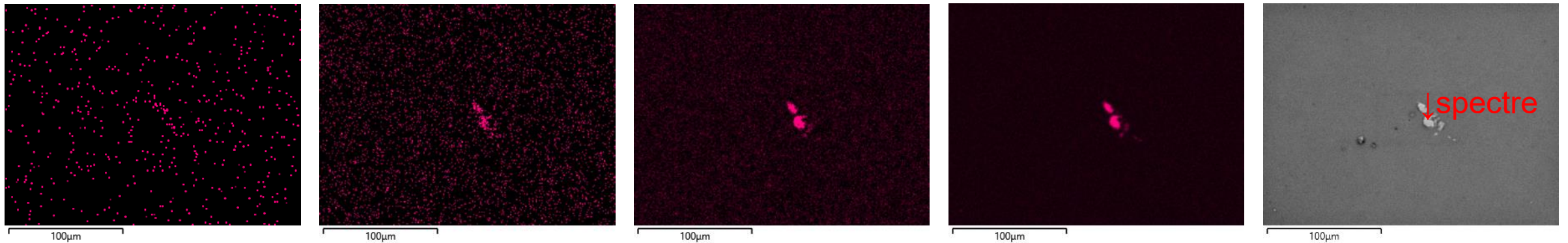
- le courant de faisceau et le temps de comptage sont 2 éléments importants qui jouent sur la qualité du spectre. Ces éléments doivent être choisis de façon judicieuse pour
 - Eviter une durée d'analyse trop longue tout en obtenant la meilleure statistique possible,
 - Ne pas entraîner de saturation du détecteur, de modification de l'échantillon (dégradation, migration).



Paramètres d'acquisition

Temps de comptage (Dwell Time)

Cartographie EDS sur un alliage d'Aluminium - différents nombres de frames (20 ms/pixel)
20 kV - 1.54 nA - 256 x 192 pixels - dwell time 20 ms/pixel



1 frame

10 frames

100 frames

1000 frames

précipité Al / Cu / Fe dans un alliage d'aluminium

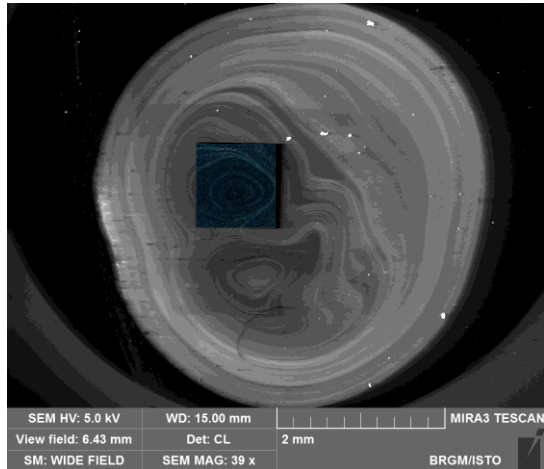
Cartographie (I_{brute}) de Cu K α
(256 x 192 pixels – 1 $\mu\text{m}/\text{pixel}$)

Spectre de 1 pixel dans le précipité

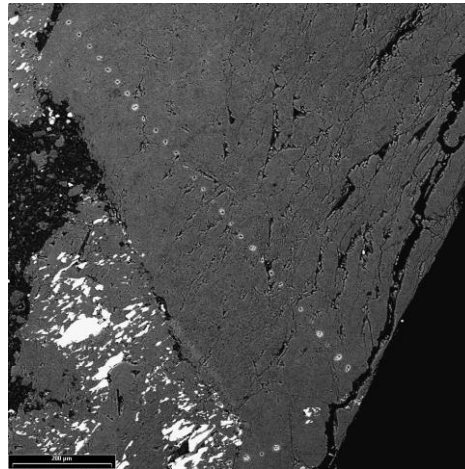
Paramètres d'acquisition

Dégradation d'échantillon sous le faisceau

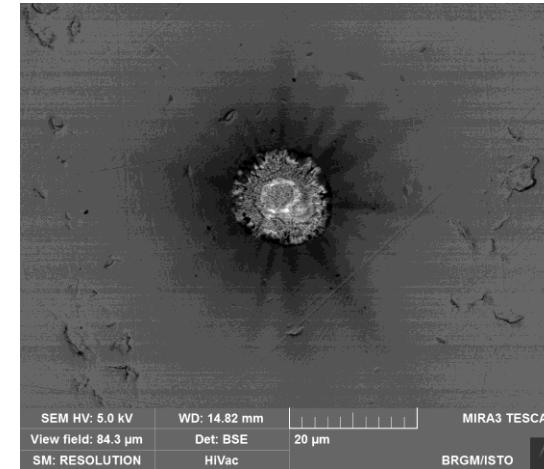
- Les conditions opératoires peuvent entraîner des conséquences directes sur l'échantillon (et la cartographie)
 - Migration d'éléments (alcalins)
 - Dégradation de l'échantillon
 - Amorphisation
 - ...



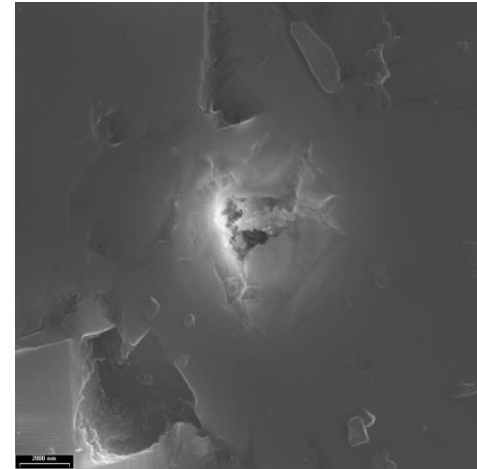
Dégâts observés après cartographie de Mn sur un échantillon de perle à 15 kV / 50 nA



Dégâts observés après acquisition d'un profil sur un bivalve à 15kV / 20 nA



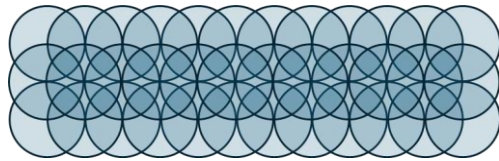
Exemple de dégâts d'irradiation (analyse ponctuelle)
Gauche : Apatite $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3(\text{F}, \text{Cl}, \text{OH})$ / Droite : calcite CaCO_3



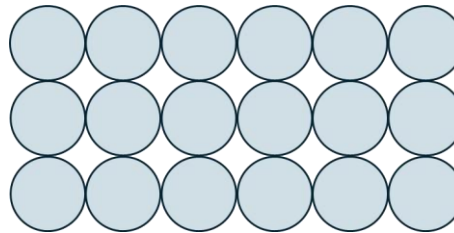
Paramètres d'acquisition

Résolution de la cartographie

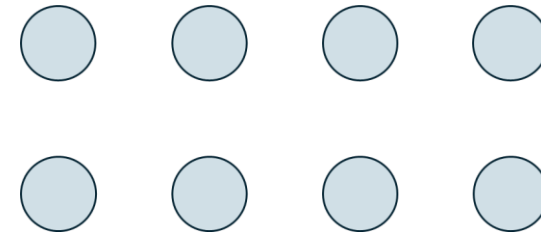
- Le nombre de pixels en X et en Y est fixé par l'utilisateur
 - En tenant compte des dimensions de la zone cartographiée
 - En fonction de la résolution spatiale analytique
 - Cartographie par déplacement de platine: attention à la dimension minimale possible du pas de déplacement
- Tension d'accélération
 - Détermine la résolution spatiale analytique (\leftrightarrow volume d'interaction)
 - Dans de rares cas, le diamètre du faisceau peut intervenir, s'il est non négligeable par rapport au volume d'interaction (par exemple, très basse tension / très fort courant de faisceau en microsonde à canon W)
- Par exemple : Zone cartographiée $100 \times 100 \mu\text{m}$ / Résolution spatiale latérale = $1 \mu\text{m}$



2 pixels / μm



1 pixel / μm



1 pixel / $2 \mu\text{m}$

L'échantillon

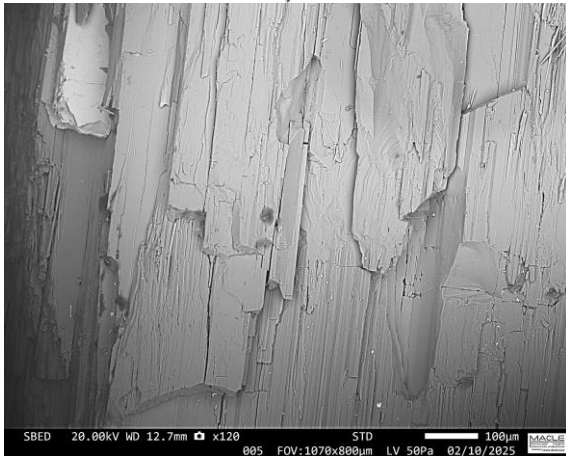
L'échantillon en cartographie EDS et WDS

- Pour réaliser une cartographie, l'échantillon doit respecter plusieurs critères essentiels:
 - Échantillon de surface plane, polie et horizontale
 - Échantillon stable sous le faisceau
 - Dimension des objets (grains, cristallites, hétérogénéités chimiques...) compatibles avec la résolution spatiale
 - Échantillon conducteur ou carboné/métallisé ou utilisation du mode pression contrôlée ou basse tension
- Ceci exclut en principe :
 - Les échantillons rugueux / à forte topographie
 - Les échantillons tiltés
 - Les conditions de faisceau entraînant une modification / dégradation de l'échantillon
 - Les échantillons sur lesquels des effets de charge sont observés

L'échantillon

Surface non polie

- Etude d'une roche prélevée par carottage - repérage préalable afin de localiser la/les zone(s) d'intérêt, avant préparation.
- L'échantillon est un fragment d'une carotte de roche fracturé mécaniquement - MEB en mode pression contrôlée.



Ombrages

- Sur l'image, des « obstacles » existent entre l'échantillon et le détecteur, et provoquent un « ombrage »
- L'ombrage peut être détecté de plusieurs façons
 - Il apparaît sur les cartographies de tous les éléments
 - Une rotation de l'échantillon modifie les zones sans signal
 - L'aspect du spectre est anormal (intensité, forme du fond continu...)

An aerial photograph of a coastal landscape. A paved road runs along the top of a steep, layered rock cliff. The cliff face is exposed, showing distinct geological strata. The ocean is visible at the base of the cliff, with white foam from breaking waves. In the background, there are green fields, some buildings, and distant mountains under a cloudy sky.

#03

CARTOGRAPHIE

CARTOGRAPHIE SPECTRALE EDS

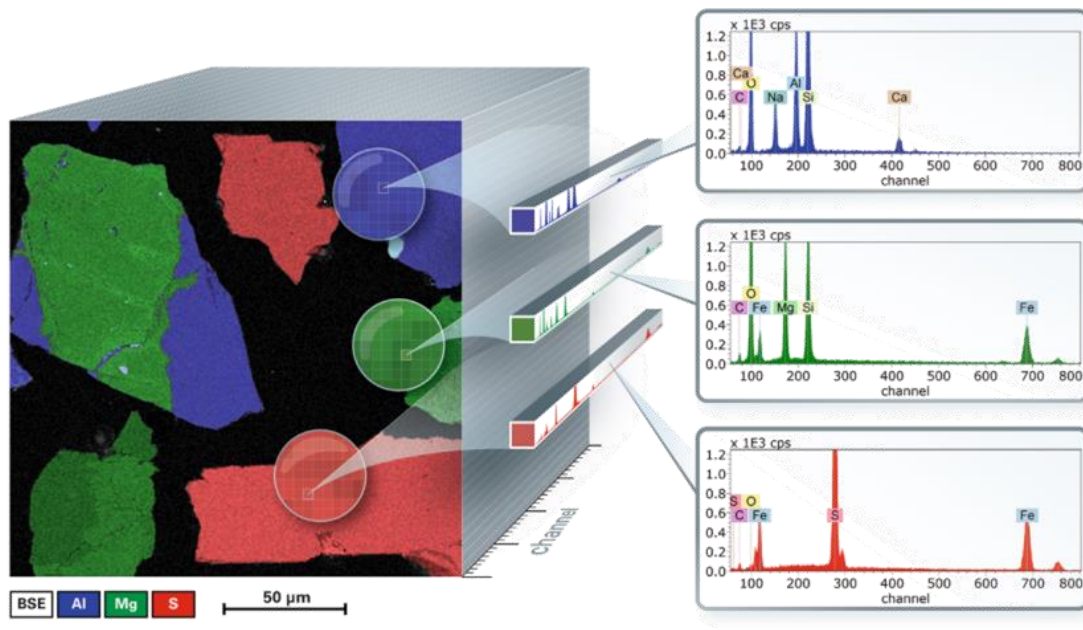
Cartographie spectrale

La cartographie spectrale EDS

- Sur les systèmes récents, la cartographie est généralement acquise en mode « cartographie spectrale », c'est-à-dire sous forme d'un cube de données :



Fichiers très volumineux
selon la résolution choisie



Principe de la cartographie spectrale
(doc. Bruker)

Cube de données
=
Système en 2 x 2 dimensions

$$F(X,Y,E,I_E)$$

X,Y coordonnées du pixel

E énergie du rayon X

I_E intensité du signal pour l'énergie E

Cartographie spectrale

La cartographie spectrale EDS

- Sur les systèmes récents, la cartographie est généralement acquise en mode « cartographie spectrale », c'est-à-dire sous forme d'un cube de données :
 - Le paramétrage de la cartographie est identique à une cartographie EDS classique
 - Le logiciel collecte, en chaque point de la zone d'intérêt, un spectre EDS complet ou sur une plage d'énergie déterminée (par exemple 0-10 keV)
 - L'ensemble des données (énergie, intensité) est disponible pour un traitement ultérieur des données, notamment :
 - Recherche et/ou ajout d'éléments non cartographiés initialement
 - Obtention de spectres de zones d'intérêt
 - Cartographies en intensité nette / semi-quantitatives
 - Cartographies de phases chimiques / combinaison d'éléments

Cartographie de phases chimiques

La cartographie de phases chimiques en EDS

- Le signal mesuré est traité selon un algorithme regroupant les pixels de spectres identiques (à une tolérance près)
 - A partir d'une cartographie spectrale, par traitement automatique et/ou bibliothèque de spectres
 - Les cartographies obtenues correspondent à des phases de même composition chimique ($\pm \varepsilon$)
 - Différents traitements possibles, par exemple (en fonction du fournisseur \pm applications tierces) :
 - A partir d'une bibliothèque de spectres de référence (automatique \pm fournisseur \pm utilisateur)
 - Par clustering (partition en groupes de pixels voisins de même composition)
 - Par analyse en composantes principales
 - Par définition manuelle par l'utilisateur
- Attention : en bordure de phases, une bande de quelques pixels de large peut correspondre à un spectre mixte entre les 2 phases
- Il existe des logiciels dédiés pour l'obtention de cartographies « spécialisées » (minéralogie, bétons, alliages...) basés sur différents types d'analyses (*cf exposé de Samuel MEULENYZER, Lafarge LCR, en décembre 2016*)



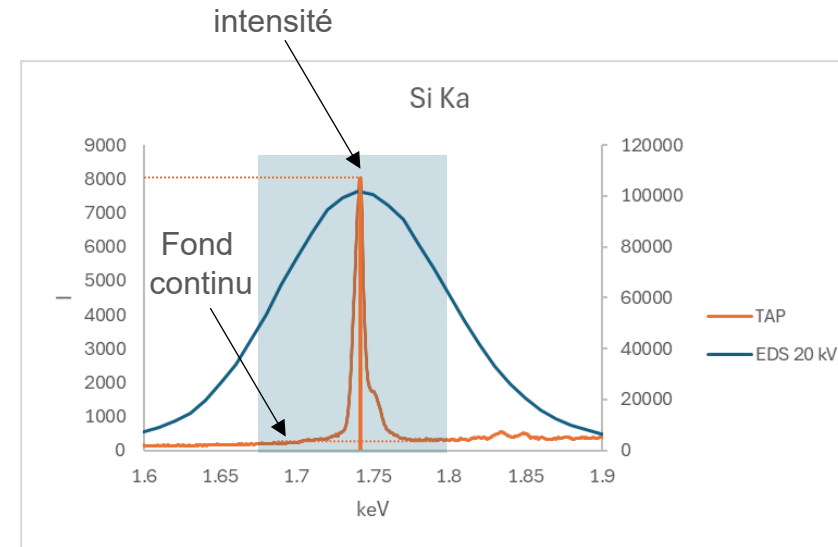
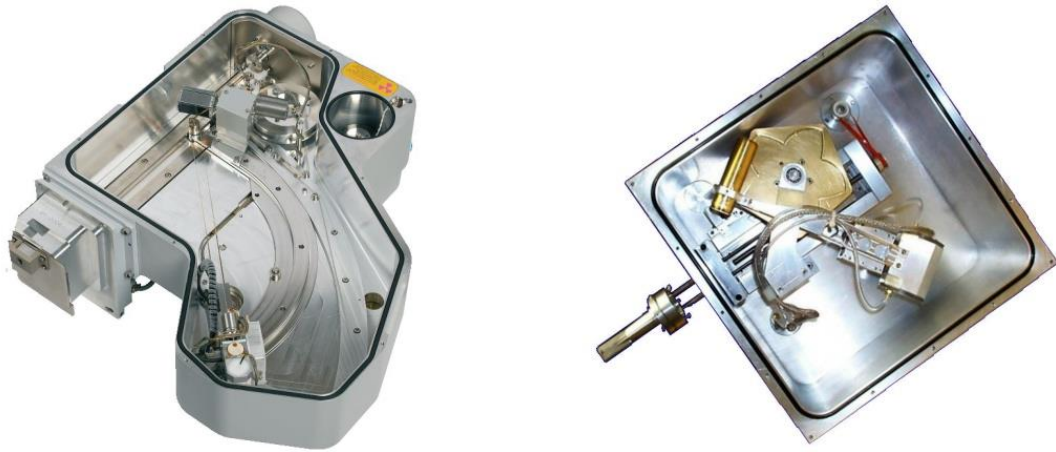
#04

CARTOGRAPHIE WDS

Cartographie

La cartographie en spectrométrie de rayons X WDS

- Le signal collecté est la hauteur du pic (coups) à une position de longueur d'onde ($E = h.c/\lambda$).
- Le spectromètre permet d'acquérir une seule longueur d'onde à la fois (par spectromètre). On positionne le spectromètre à la longueur d'onde souhaitée (après recherche du maximum du pic)
- Pour des cartographies quantifiées, le fond continu est mesuré à gauche ou à droite du pic



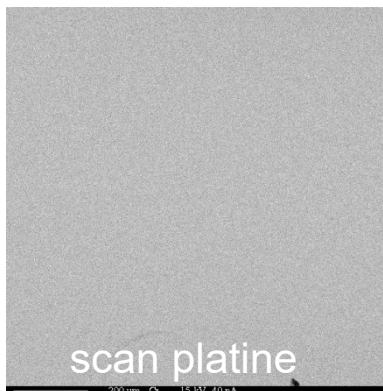
Cartographie WDS

La cartographie en WDS

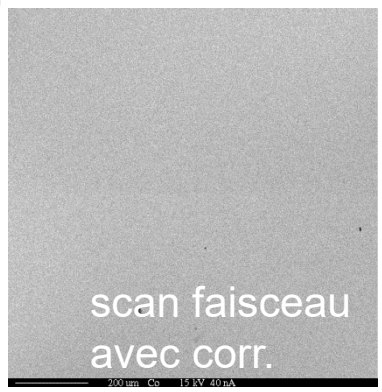
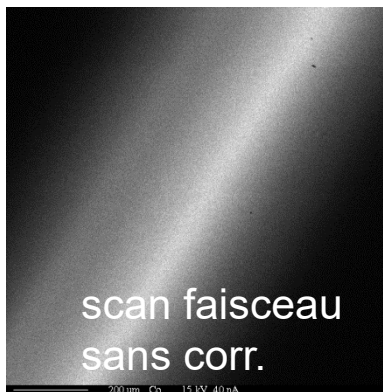
- La microsonde électronique peut compter jusqu'à 5 spectromètres WDS
- L'acquisition est en général réalisée en balayage platine (à l'exception de petites surfaces, et moyennant une correction de focus du spectromètre)
- Le courant de faisceau utilisé est généralement plus élevé qu'en EDS (dizaines / centaines de nA vs qq na en EDS)
- 2 configurations de spectromètres (vertical ou incliné) d'encombrements différents
- Le WDS permet d'acquérir 1 cartographie (élément ou fond continu) par spectromètre
 - MEB : 1 spectromètre (incliné)
 - microsonde : jusqu'à 3 spectromètres (2 inclinés + 1 vertical) ou 5 spectromètres (5 verticaux)

Cartographie WDS

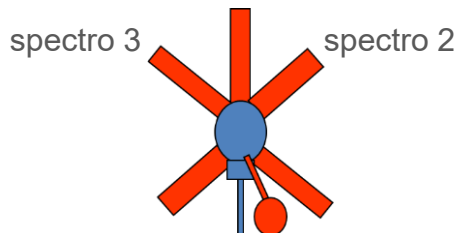
La cartographie en WDS : spectromètres



Cr Ka sur spectro 2
Co Ka sur spectro 3

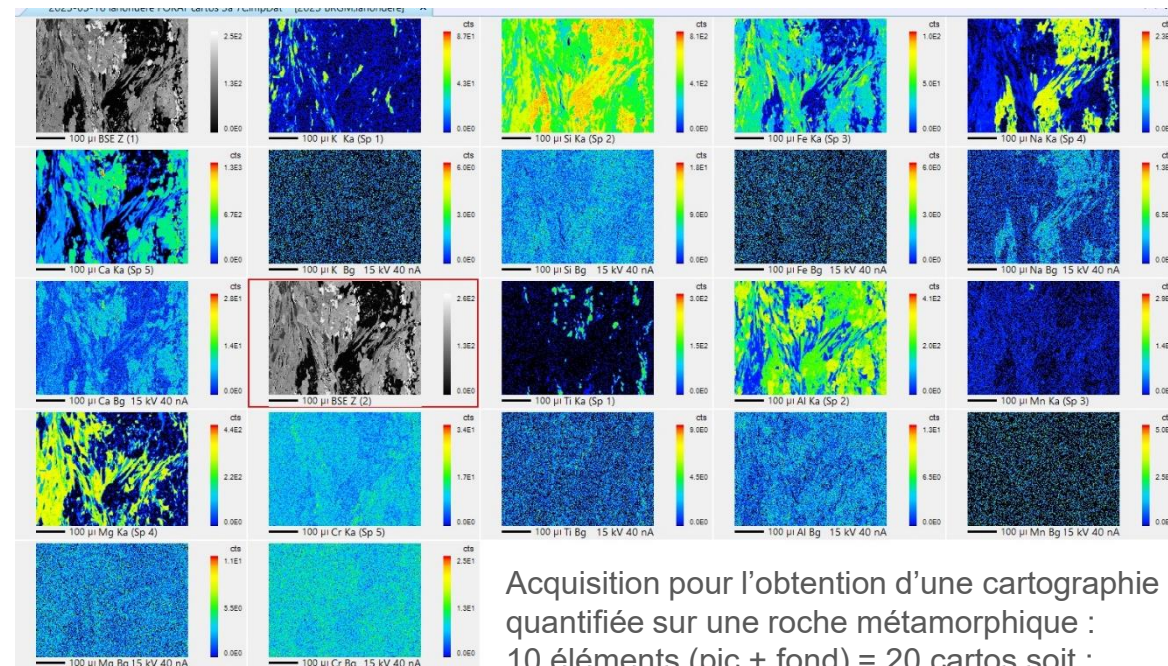
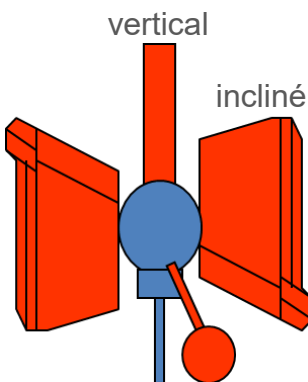


cartographies de Cr et Co (éch. Homogène) en balayage platine ou en balayage faisceau, avec ou sans correction de focalisation (champs = 1 x 1 mm)



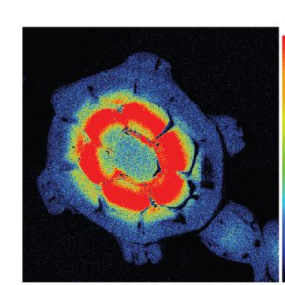
Configuration microsonde à 5 spectromètres

Positionnement des spectromètres sur une microsonde

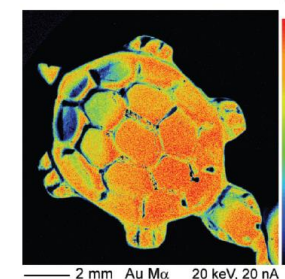


Acquisition pour l'obtention d'une cartographie quantifiée sur une roche métamorphique : 10 éléments (pic + fond) = 20 cartos soit :

- 5 acq. simultanés x 4 tours sur 5 spectros
- 3 acq. simultanés x 7 tours sur 3 spectros



Cartographie de la raie Au Mα sur un pendentif en forme de tortue (homogène).



Le signal du spectromètre vertical est très sensible à la topographie par rapport au spectromètre incliné (bas) (doc. CAMECA)

Cartographie de phases chimiques

La cartographie de phases chimiques en WDS

- Les cartographies élémentaires (intensité ou quanti) sont traitées selon un algorithme regroupant les pixels (à une tolérance près)
 - Les cartographies obtenues correspondent à des phases de même composition chimique ($\pm \varepsilon$)
 - Différents traitements possibles, par exemple (en fonction du logiciel – souvent par type de matériaux) :
 - Par clustering (partition en groupes de pixels voisins de même composition)
 - Par analyse en composantes principales
 - Par définition manuelle par l'utilisateur
 - Il existe des logiciels dédiés pour l'obtention de cartographies « spécialisées » basés sur différents types d'analyses (diagrammes ternaires ou +, PCA...), parfois en combinaison avec des analyses quantitatives localisées (ex. cartographies minéralogiques : xmaptools)
 - le Deep Learning est arrivé !



#05

CARTOGRAPHIE

EDS ET/OU WDS ? EXEMPLES

Avantages et inconvénients

Acquisition

- En EDS, toutes les énergies sont mesurées simultanément, il est possible d'acquérir rapidement un spectre complet sur toute la gamme d'énergie mesurée.
 - Il est possible de collecter la cartographie de tous les éléments de façon simultanée.
 - Les détecteurs SDD permettent de travailler à fort taux de comptage, donc de collecter les cartographies dans un temps relativement court (👉 statistique de comptage)
 - L'acquisition peut être réalisée en balayage faisceau et/ou platine (selon les systèmes), et en multichamps
 - L'EDS nécessite généralement des courants de faisceaux plus faibles que ceux nécessaires en WDS
- En WDS, il n'est possible d'acquérir qu'une seule longueur d'onde à la fois (par spectromètre)
 - La microsonde électronique peut compter jusqu'à 5 spectromètres WDS (± 1 détecteur EDS)
 - L'acquisition est en général réalisée en balayage platine (sauf petites surfaces, moyennant une correction)
 - Pas de cartographie spectrale
 - Temps d'acquisition généralement plus long qu'en EDS
 - Courant de faisceau plus fort qu'en EDS (dizaines à centaines de nA vs qq nA en EDS)

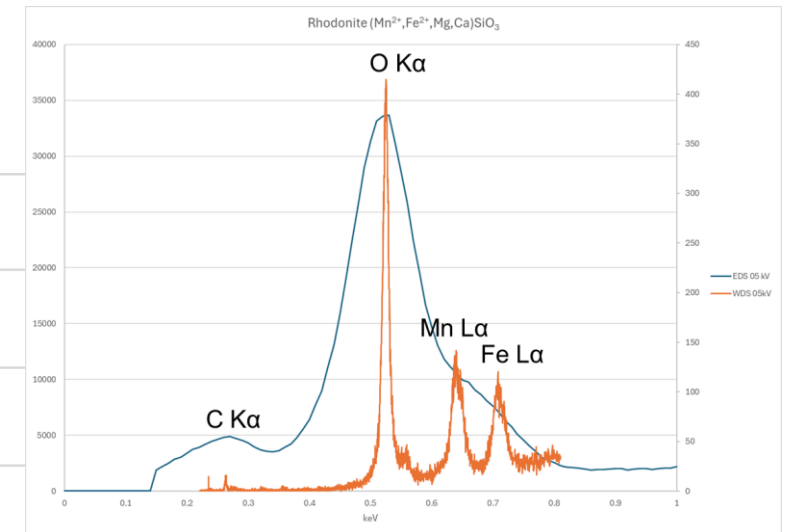
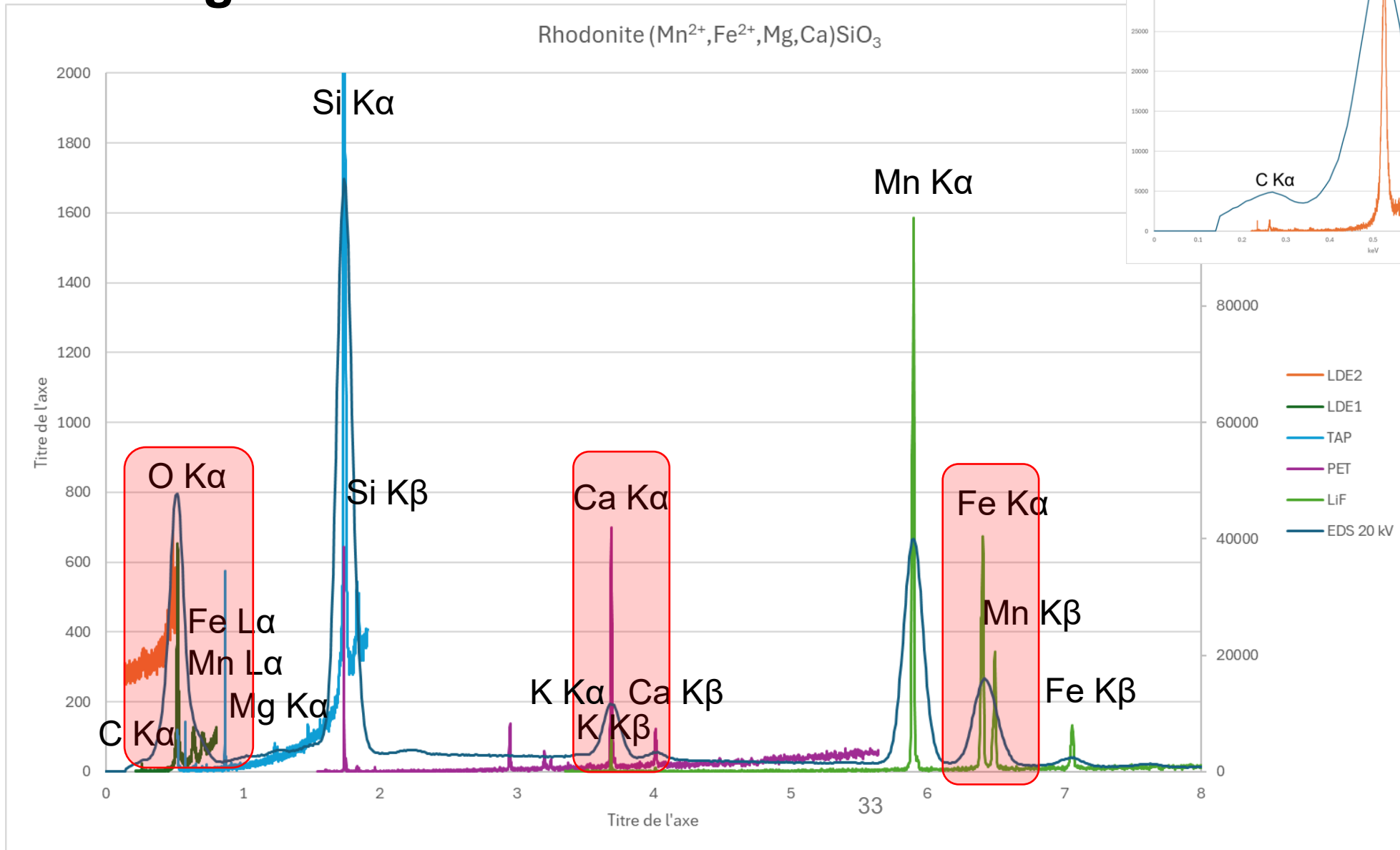
Avantages et inconvénients

Résolution spectrale, interférences et sensibilité

- En EDS, la résolution spectrale est généralement assez « mauvaise » comparée au WDS
 - Nombreuses interférences (chevauchements de pics) qui peuvent compliquer l'acquisition des cartographies (nécessité d'un post-traitement en cartographie spectrale)
 - La largeur des pics réduit la sensibilité
 - Artefacts (pics d'échappement, pics somme...)
- En WDS, la résolution spectrale est nettement meilleure qu'en EDS (jusqu'à un facteur 10x – 20x)
 - permet de résoudre la quasi-totalité des interférences observées en EDS
 - y compris pour des mineurs / traces
 - Y compris dans la gamme 0 – 1 kV
 - Meilleure sensibilité analytique
 - Cartographies à basse tension d'accélération (éléments légers, raies L/M < 1kV)

EDS ou WDS ?

Avantages et inconvénients



Rhodonite ($\text{Mn}^{2+}, \text{Fe}^{2+}, \text{Mg}, \text{Ca}$) SiO_3

Comparaison EDS / WDS

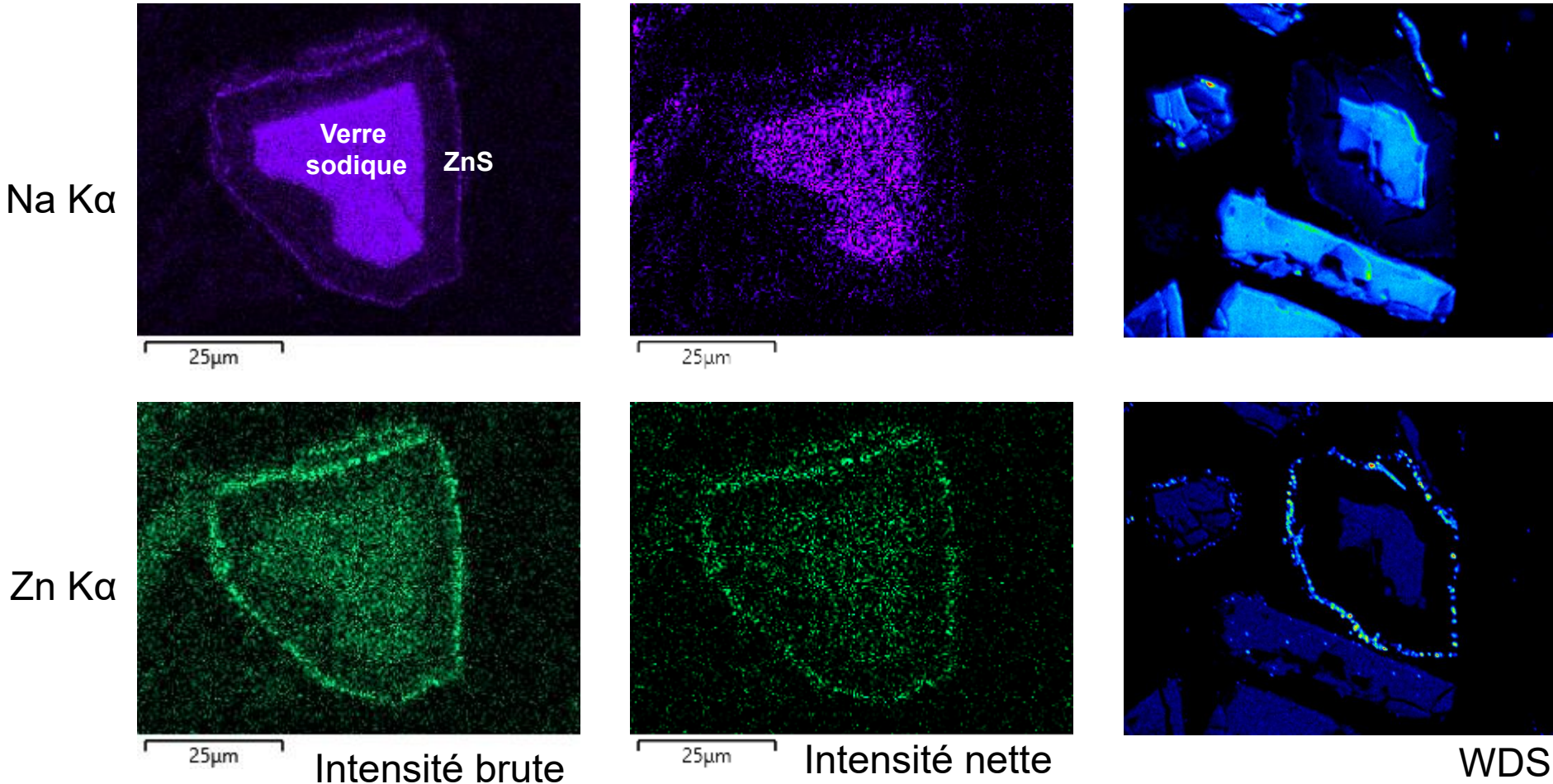
Le WDS permet l'acquisition des raies L de Fe et Mn à basse énergie

L'interférence Mn K_β / Fe K_α est résolue en WDS

En EDS, une déconvolution est nécessaire

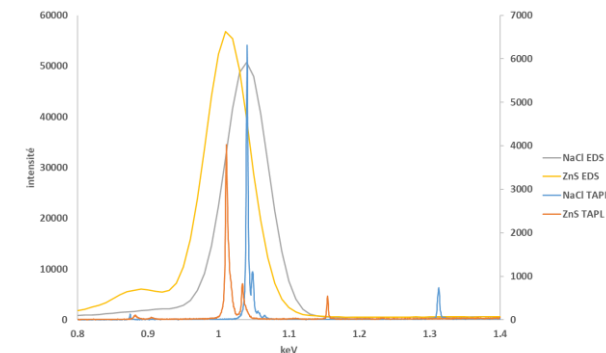
Cartographie EDS vs WDS

Exemple : verre altéré - Interférences en EDS



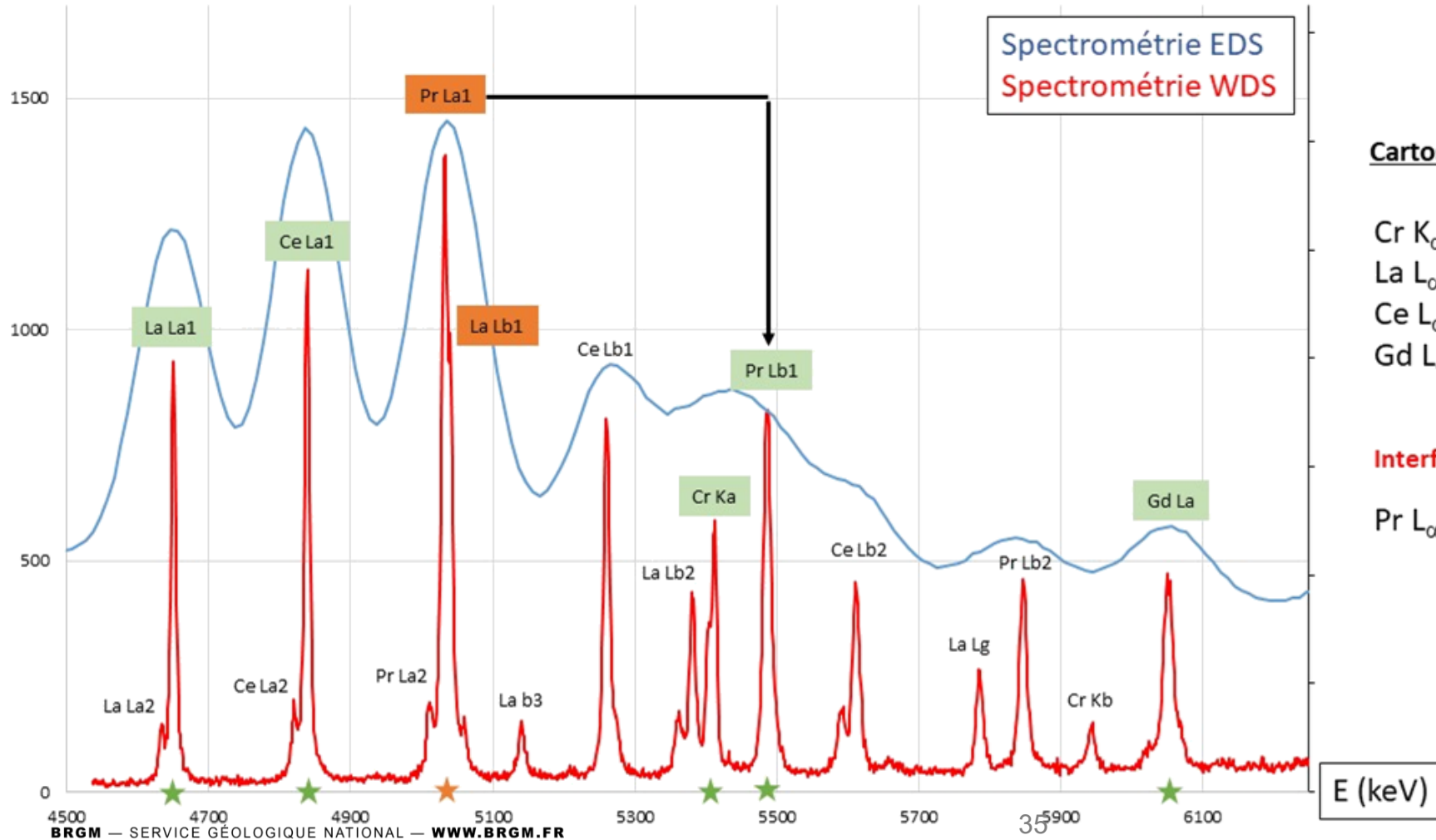
Cartographie d'une
particule de verre altéré

⇒ *Interférence Na K α / Zn L α*



Cartographie EDS vs WDS

Exemple : Matériau contenant Cr et plusieurs lanthanides - Interférences en WDS



Même en WDS, des interférences sont possibles.

Dans ce cas, la très bonne résolution spectrale permet d'accéder à d'autres raies pour la cartographie.

L'interférence $\text{Pr } L_{\alpha 1} / \text{La } L_{\beta 1}$ est traitée en utilisation la raie $\text{Pr } L_{\beta 1}$

La complexité des interférences rend impossible la cartographie en EDS.

Cartos WDS ★

Cr K_{α} ✓

La L_{α} ✓

Ce L_{α} ✓

Gd L_{α} ✓

Interférence $\text{Pr } L_{\alpha} / \text{La } L_{\beta}$

$\text{Pr } L_{\alpha}$ ✗ \Rightarrow $\text{Pr } L_{\beta}$ ✓

(doc. J-L Longuet – CEA)

Cartographie EDS et WDS

Exemple : Granite de Fermanville (50)

Granite rose



Viaduc de Fermanville

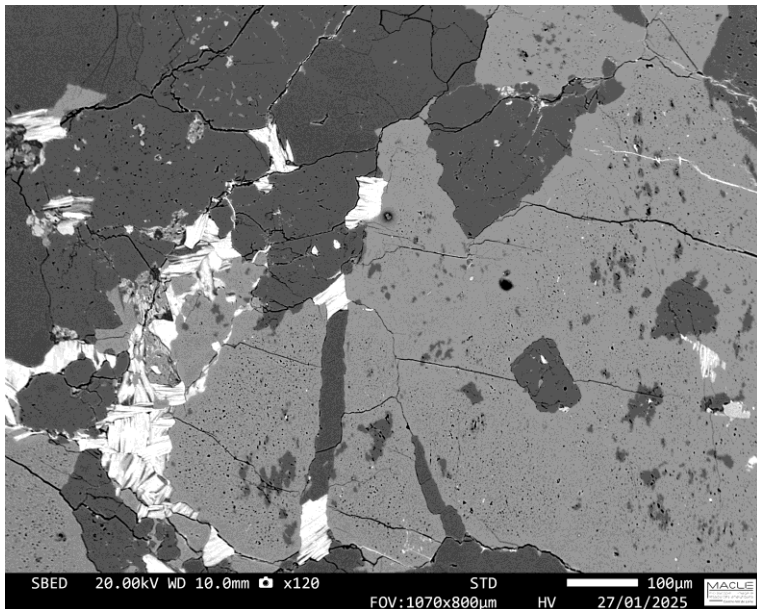


Granite varisque de Fermanville Cap Lévi – Fermanville (Manche)

Le Cap Lévi (du normand *Capellewic*, littéralement anse de la chapelle) est un cap situé à une vingtaine de km à l'est de Cherbourg.

Le granite de Fermanville est un granite calco-alcalin, rose, homogène et à gros grain. Il a été activement exploité (carrière de Port Pignot) pour le bâti traditionnel local puis au XIXe siècle par la Marine pour la construction de la rade de Cherbourg ou le viaduc de Fermanville (20 arches, longueur de 242 mètres) sur l'ancienne ligne de train Cherbourg – Barfleur, surnommée le « tue-vaques ».

Le granite est une roche plutonique à texture grenue



Cartographie spectrale EDS

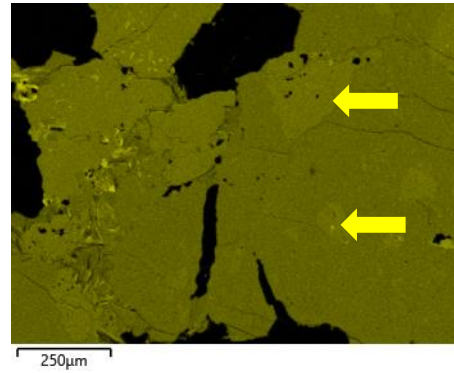
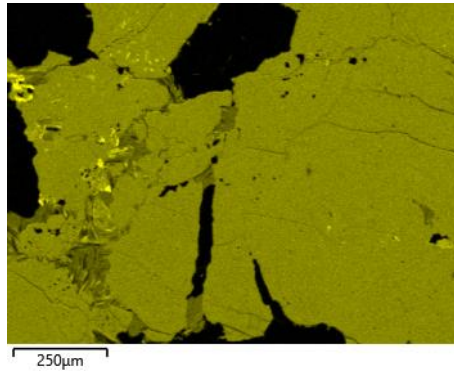
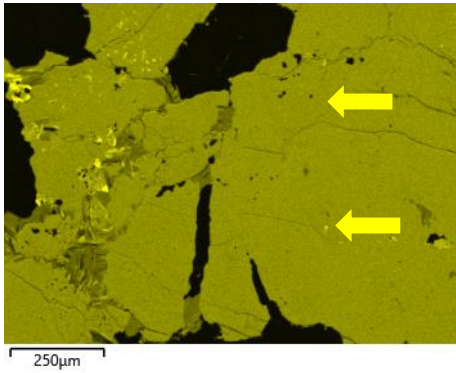
La cartographie spectrale EDS - Exemple : Granite de Fermanville (50)

ROI

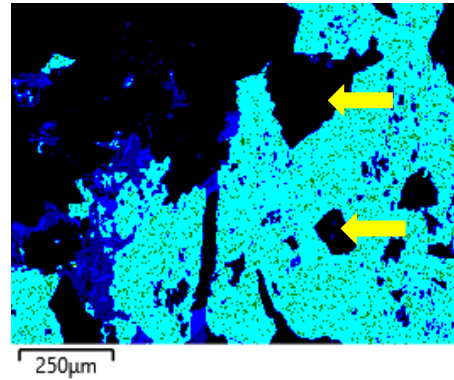
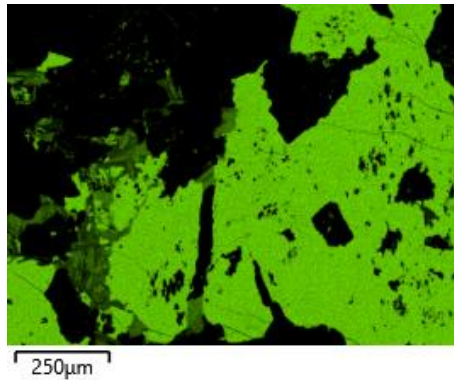
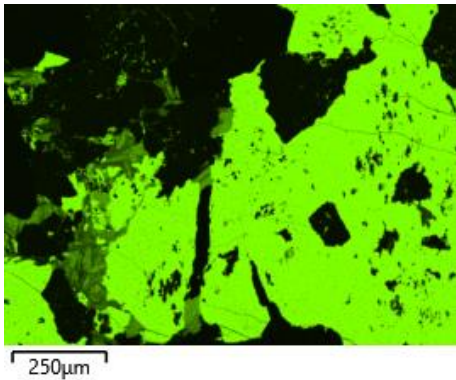
Intensité nette

Quantifiée

Al

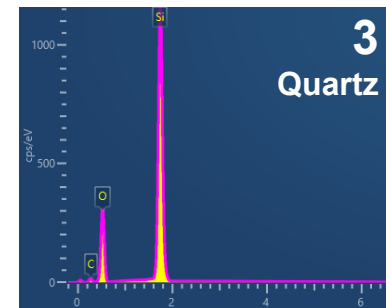
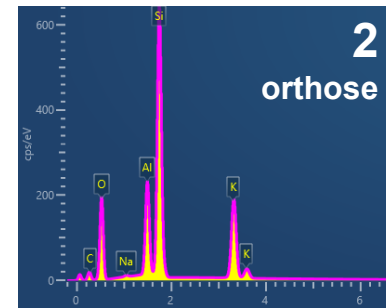
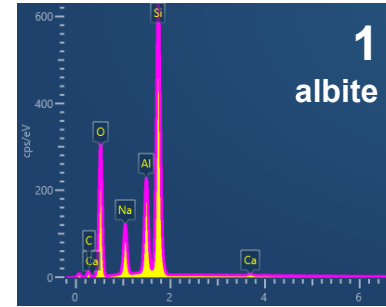


K

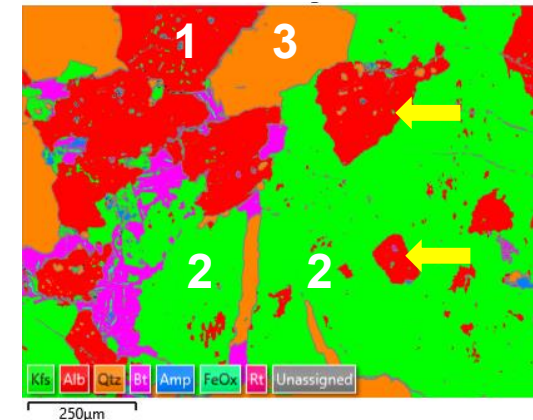


Traitement des cartographies élémentaires

Extraction de spectres



Phases



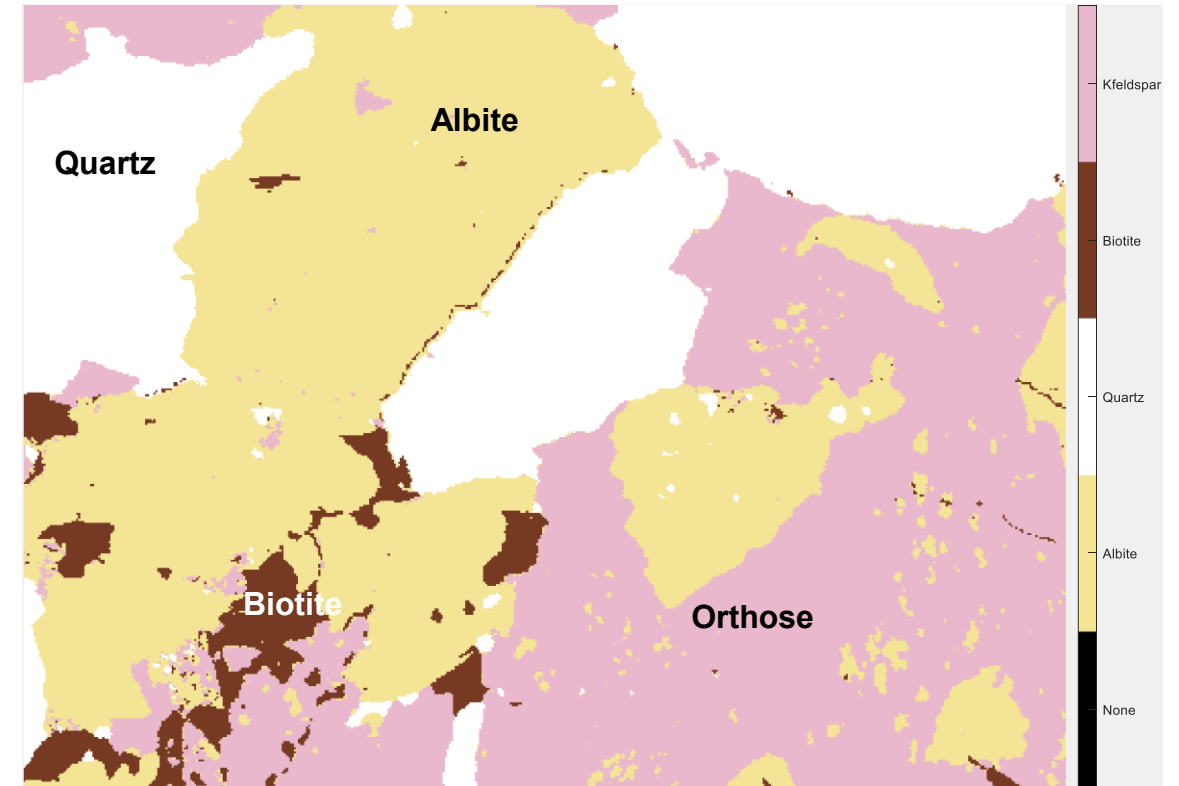
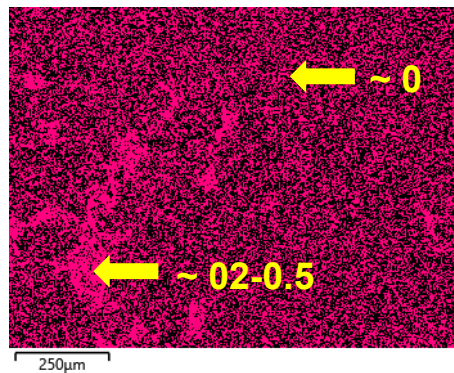
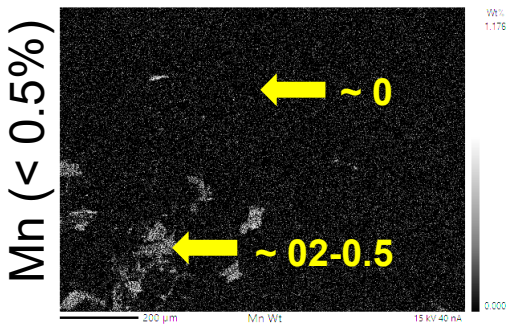
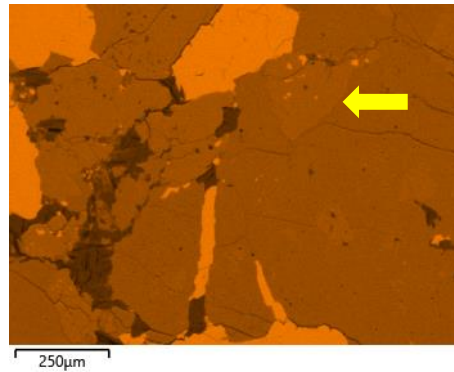
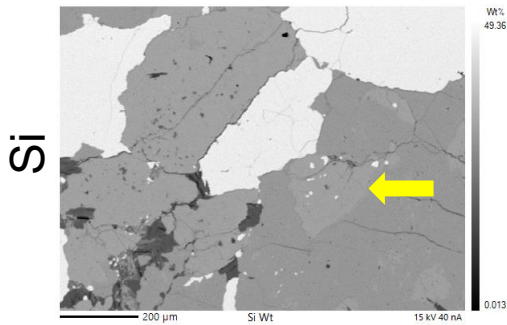
Cartographie de phases

Cartographie WDS

La cartographie WDS et traitements - Exemple : Granite de Fermanville (50)

WDS quant

EDS



Cartographie minéralogique avec XMAPTOOLS

<https://xmaptools.ch/>



#06

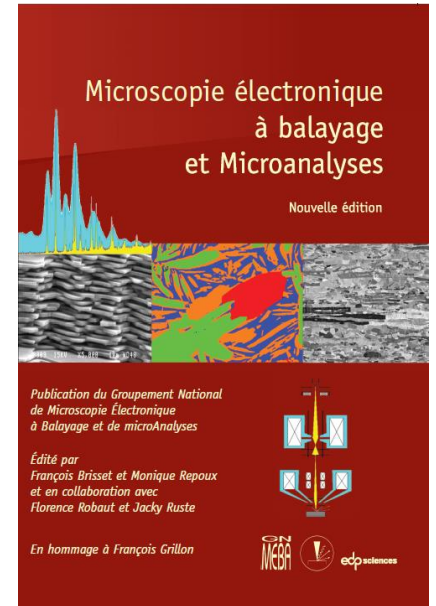
CONCLUSION

CARTOGRAPHIES EN EDS / WDS

Conclusion

Résolution spectrale, interférences, sensibilité, rapidité...

- En EDS,
 - Rapidité d'acquisition
 - multi-éléments sans limite (autre que logicielle)
 - Simple d'utilisation
 - Cartographie spectrale
- En WDS,
 - Très bonne résolution spectrale, permet de résoudre la quasi-totalité des interférences observées en EDS
 - Meilleure sensibilité et reproductibilité analytique
 - Idéal pour les éléments mineurs / traces, et les basses énergies
 - Temps d'acquisition plus long, courant de faisceau plus élevé
- Couplage EDS / WDS
 - Au MEB: Utilité du WDS pour majeurs / traces, éléments légers, interférences
 - A la microsonde : utile pour limiter le nombre de « tours » de spectromètres





Merci pour votre attention

Remerciements



Géosciences pour une Terre durable

brgm

41