

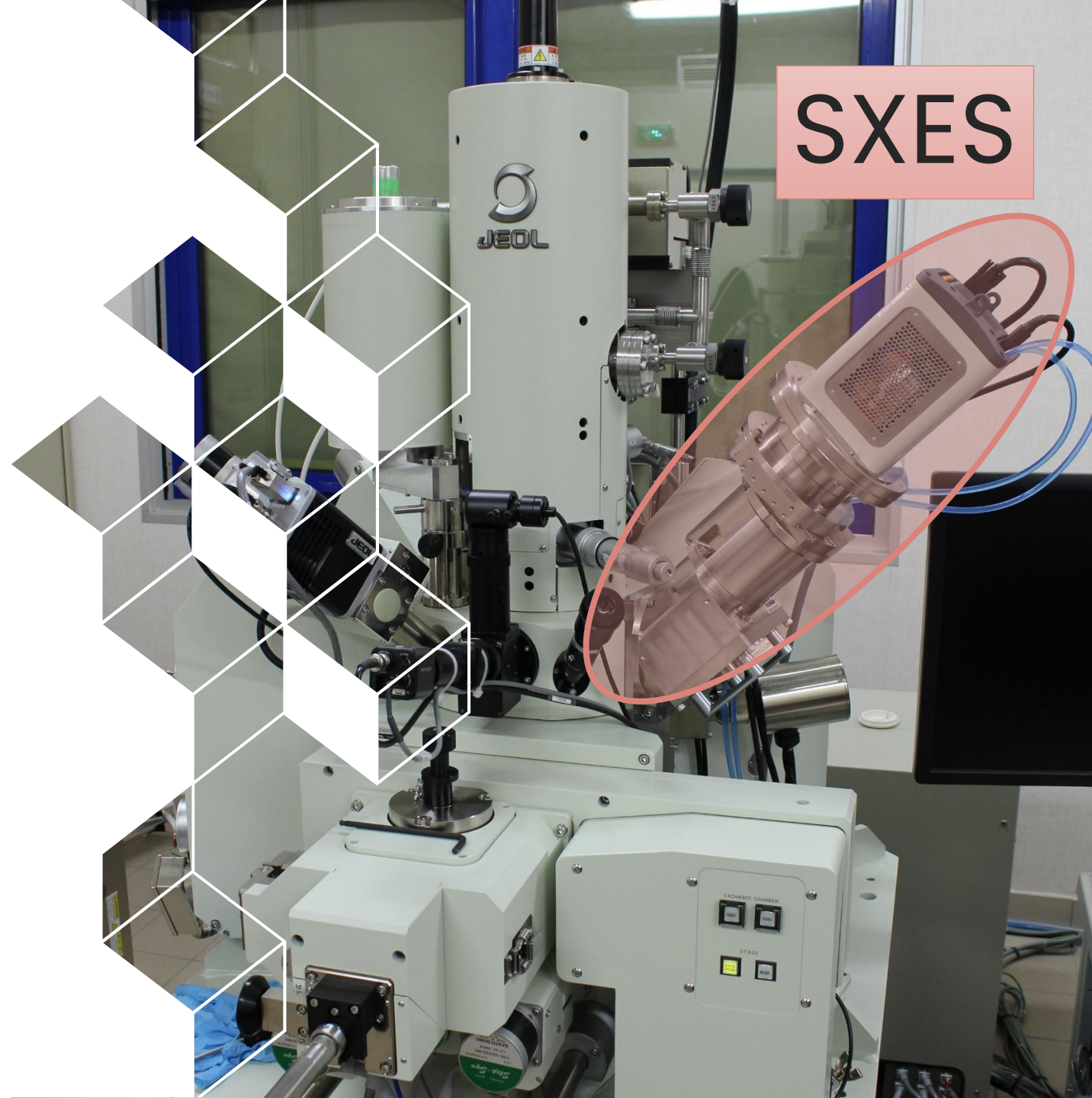


Cartographies X par Spectrométrie SXES

J.L. Longuet – CEA/Le Ripault

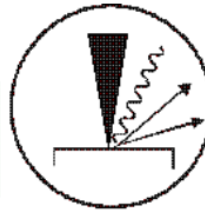
Journées Pédagogiques GN-MEBA 2025

04/12/2025





GN
MEBA



GROUPEMENT NATIONAL DE
MICROSCOPIE ELECTRONIQUE A BALAYAGE
ET DE MICROANALYSES



édité le 26/10/2021

En convention de coopération avec la Société Française de Physique

"Etat de l'art en Spectrométrie EDS et WDS : Fondamentaux et développements"

Vendredi 3 décembre 2021

09h30 - 10h00 Technologie WDS + SXES et développement des détecteurs à réseaux - Jean-Louis LONGUET,
CEA Le Ripault

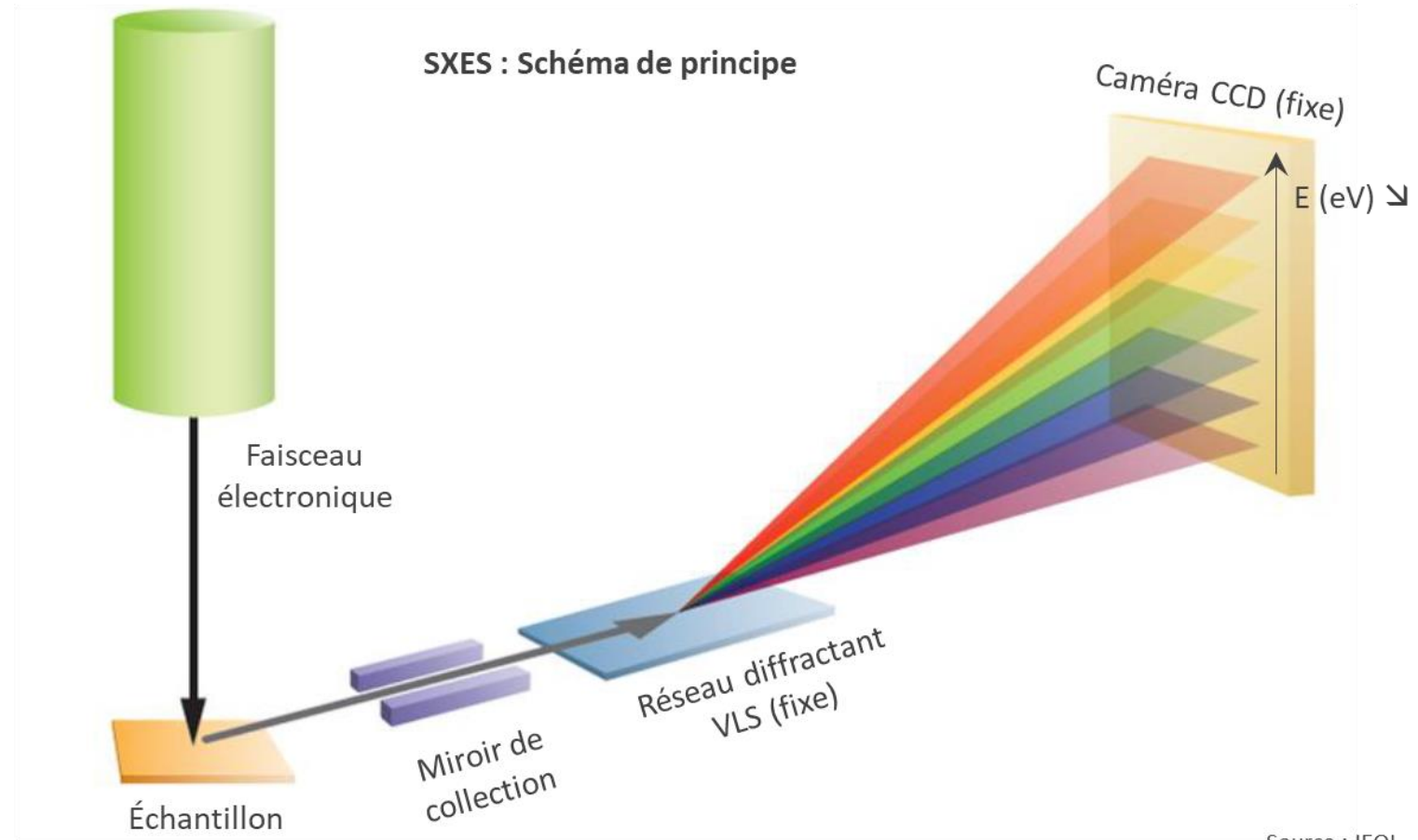


Spectromètre WD-SXES

Soft X-ray Emission Spectrometer



Ce détecteur n'est disponible que sur MET, MEB et Microsonde JEOL

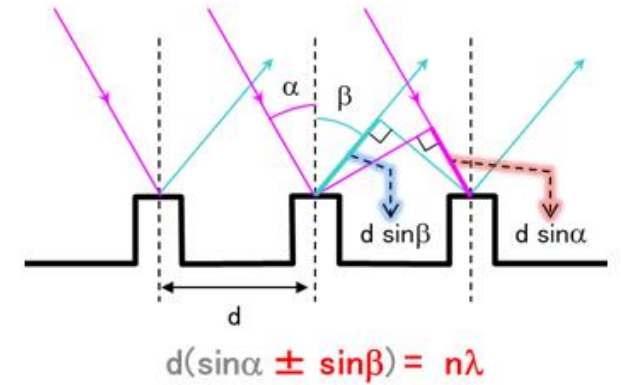
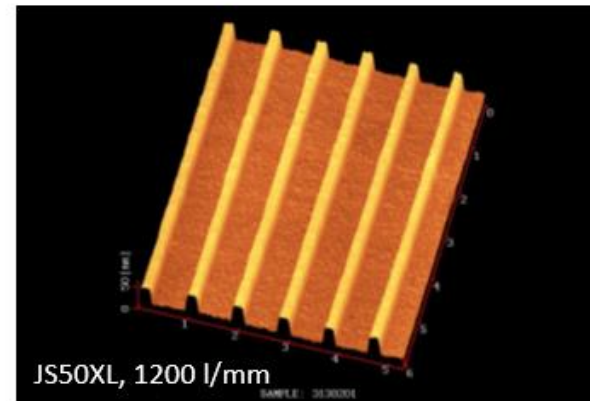
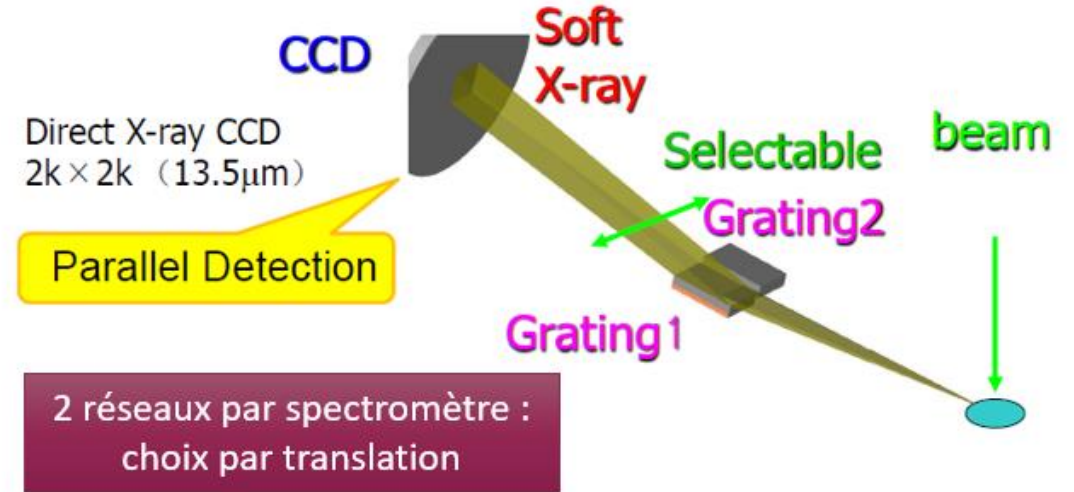
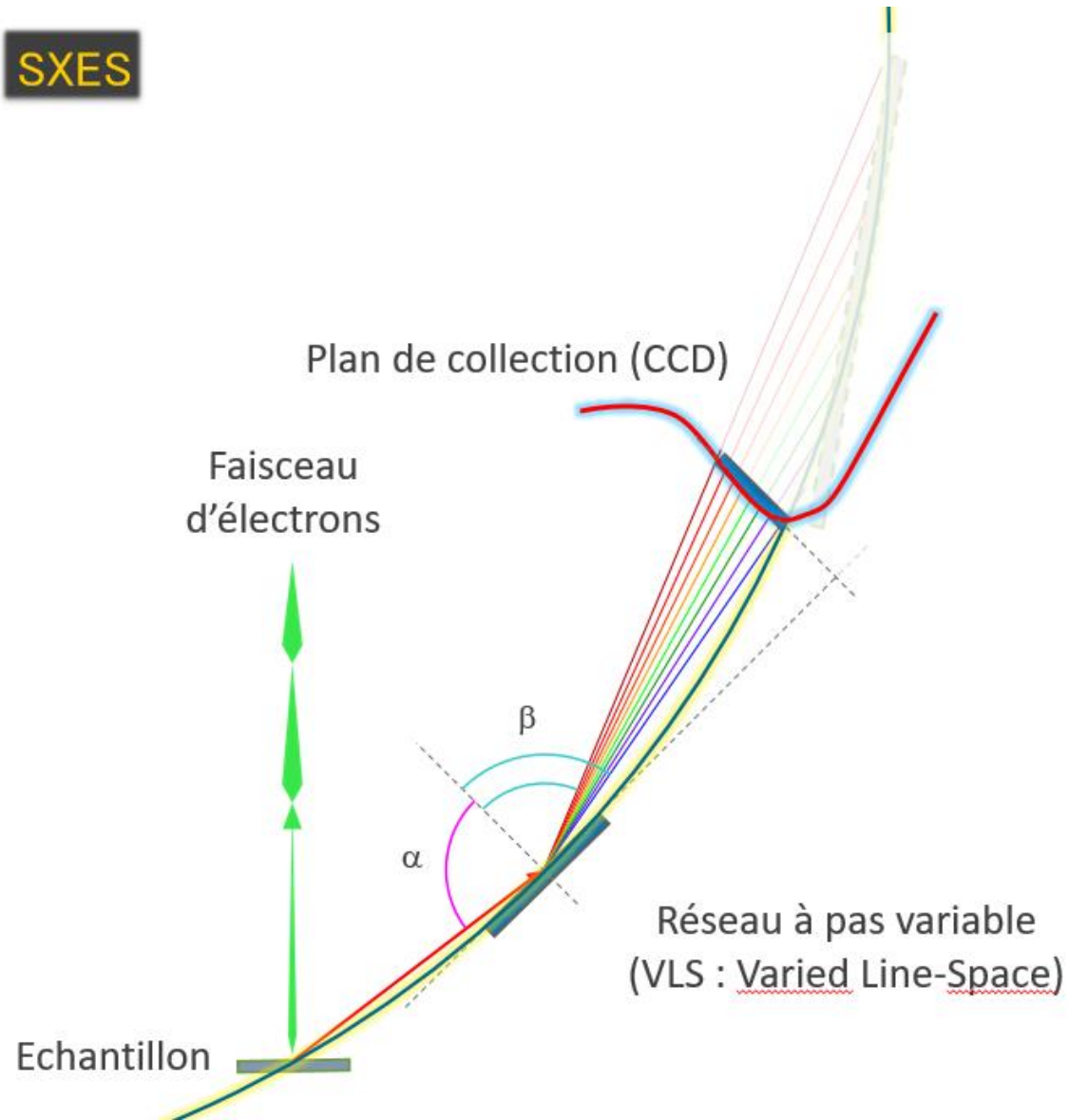


Source : JEOL

- Spectromètre à dispersion de longueur (WD-SXES)
- Sans parties mobiles
- À détection parallèle (simultanée)

Spectromètre WD-SXES

SXES



Source : JEOL



- *Développements à partir de 2005 sur MET et à partir de 2008 sur MEB et Microsonde*
- *Commercialisations à partir de fin 2013 (SXES-LR) et fin 2017 (SXES-ER) (*)*
- *Plus de 120 installés dans le monde : > 70 au Japon et ~ 30 en Europe dont 3 en France*

Source © JEOL, Nov. 2025

() : cette présentation est réalisée avec un spectromètre SXES de type LR (Low-Range) / réseaux JS50XL et JS200N*

1 avantage de la spectrométrie SXES : la résolution en énergie

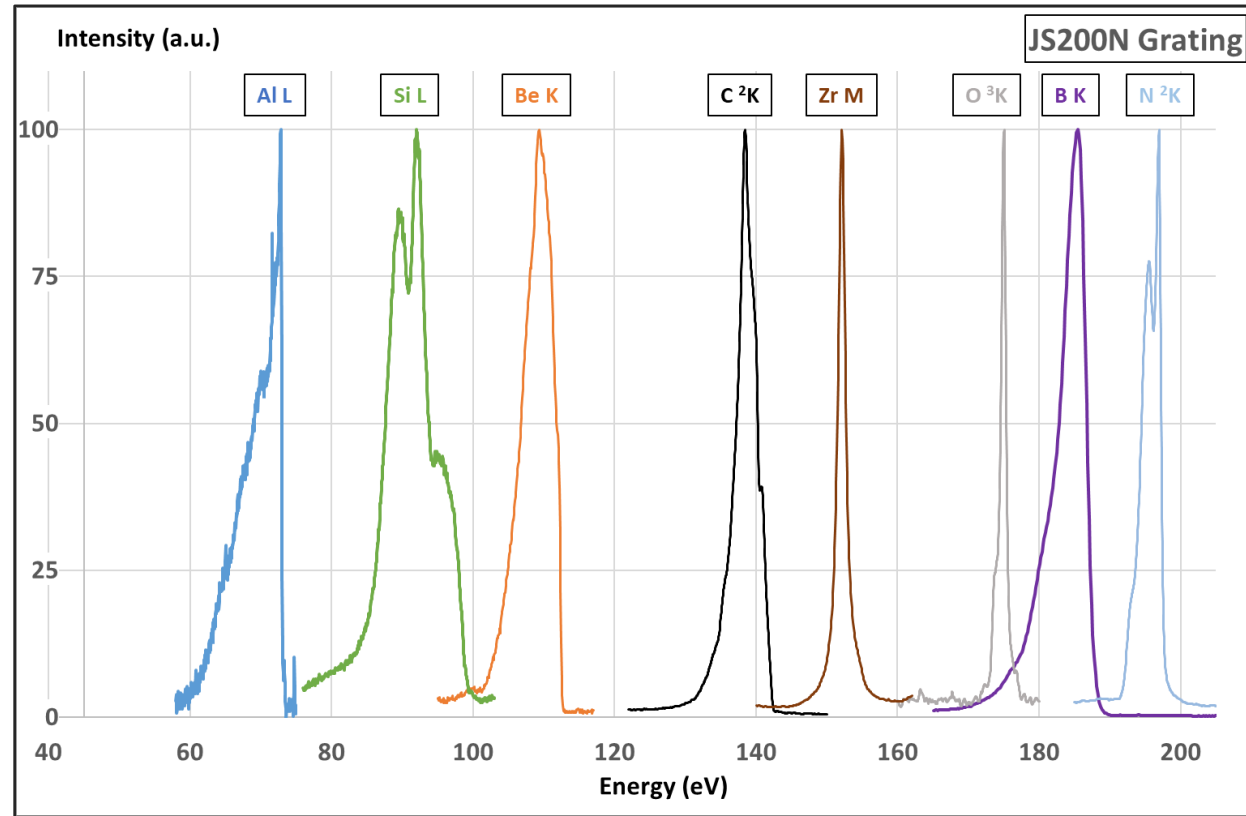
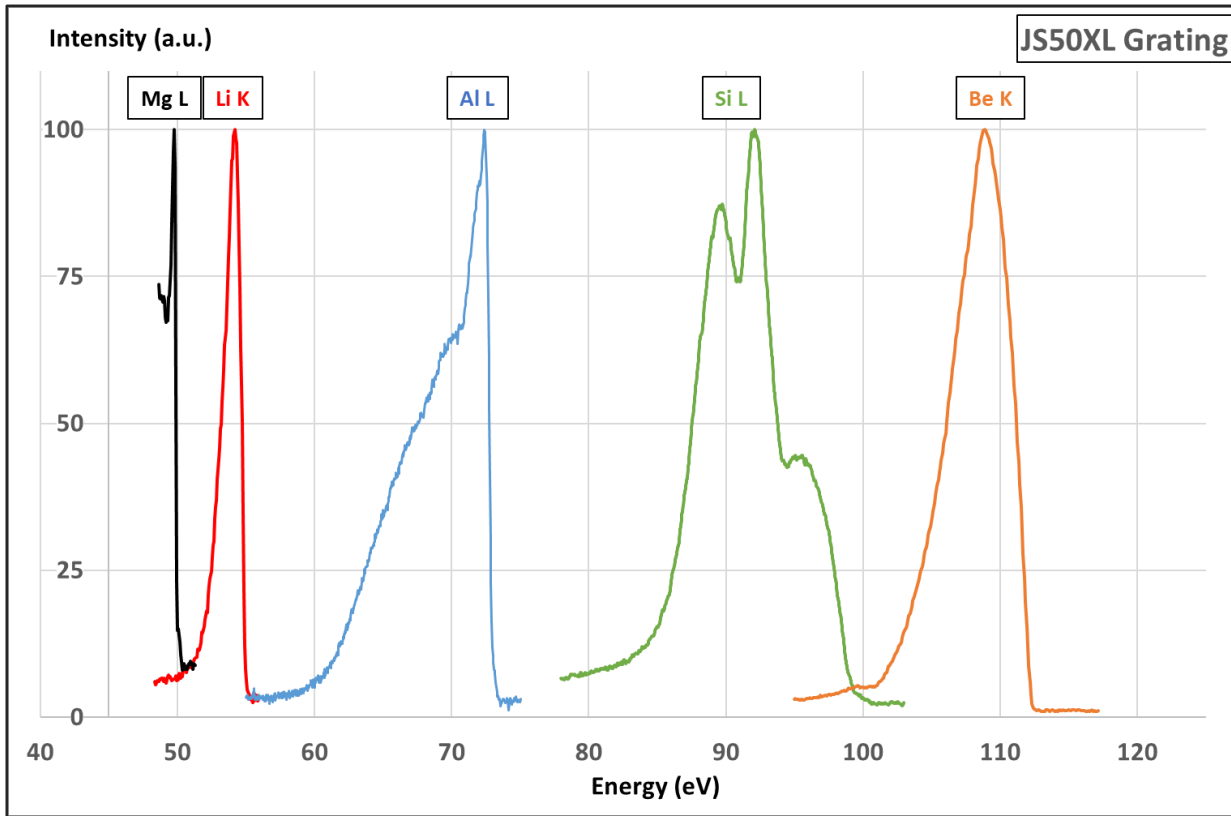
$$d(\sin \alpha \pm \sin \beta) = n \lambda$$

$$E = \frac{hc}{\lambda}$$

Gamme d'énergie accessible [49 – 217 eV] pour $n=1$

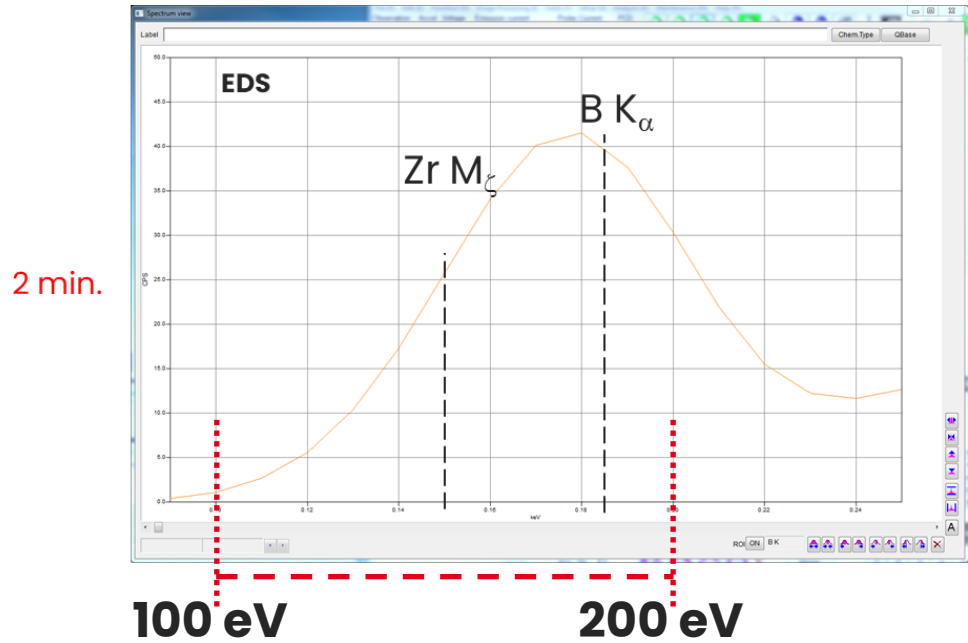
Jusqu'à ~ 800 eV pour $n>1$ (ordres multiples)

Ex. sur SXES-LR

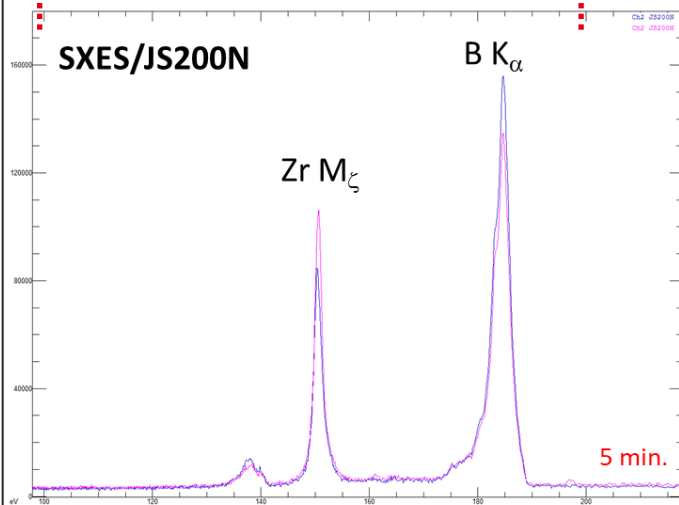
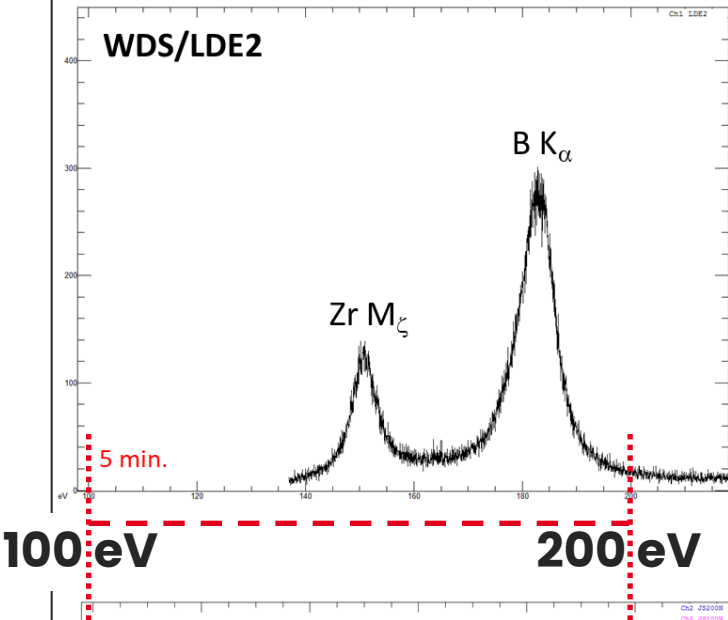


Résolution en énergie EDS vs WDS vs SXES

Ex. : Matériau type ZrB_2

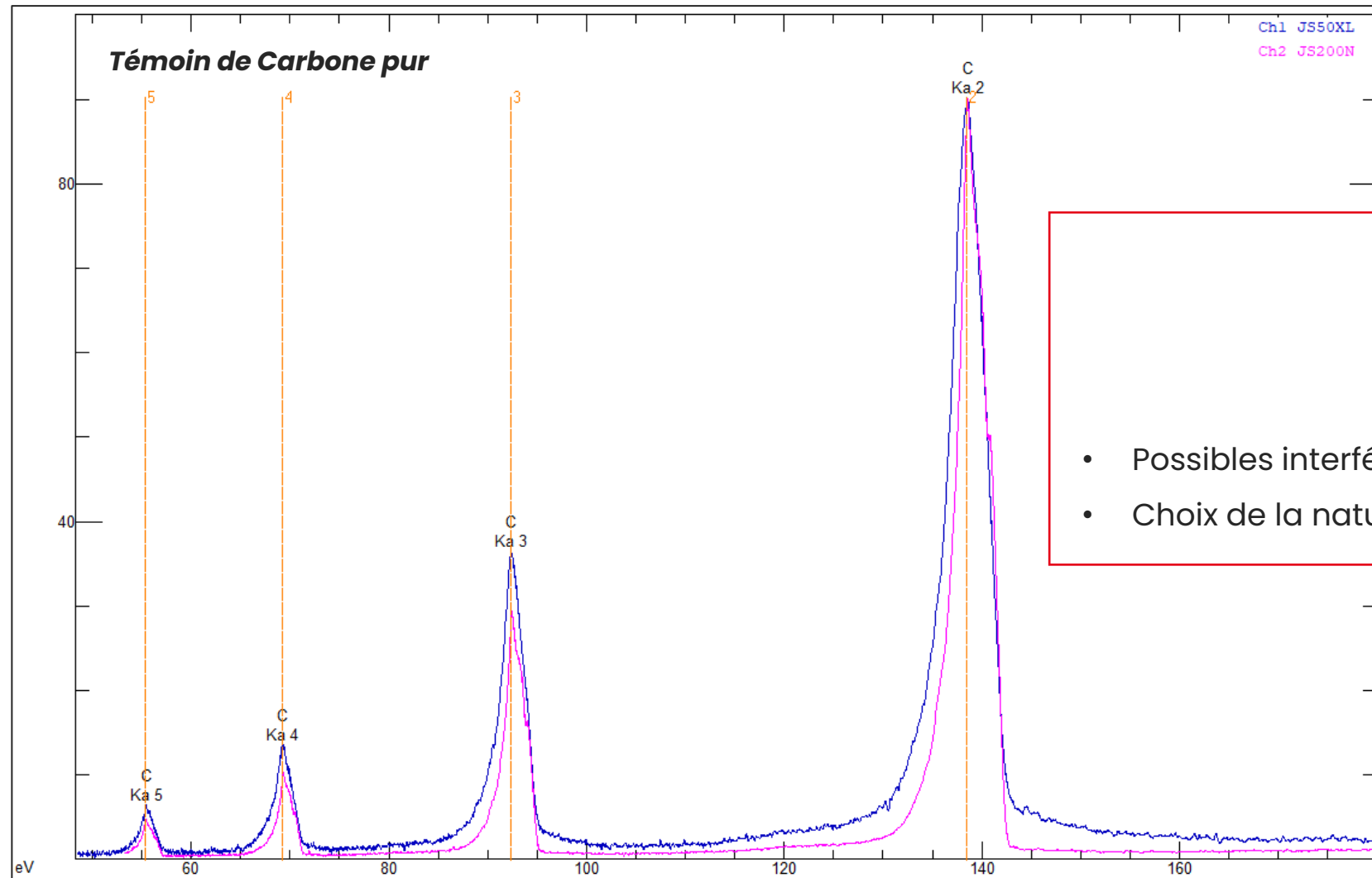


Comparison of EDS, WDS and SXES
on Zr M_ζ (151 eV) and B K_α (185 eV)



Selectivity and Sensitivity of SXES

1 point d'attention : la présence d'ordres multiples $n\lambda$



- Possibles interférences entre éléments
- Choix de la nature de la couche de métallisation

C⁵K_α : 55,4 eV

C⁴K_α : 69,2 eV

C³K_α : 92,3 eV

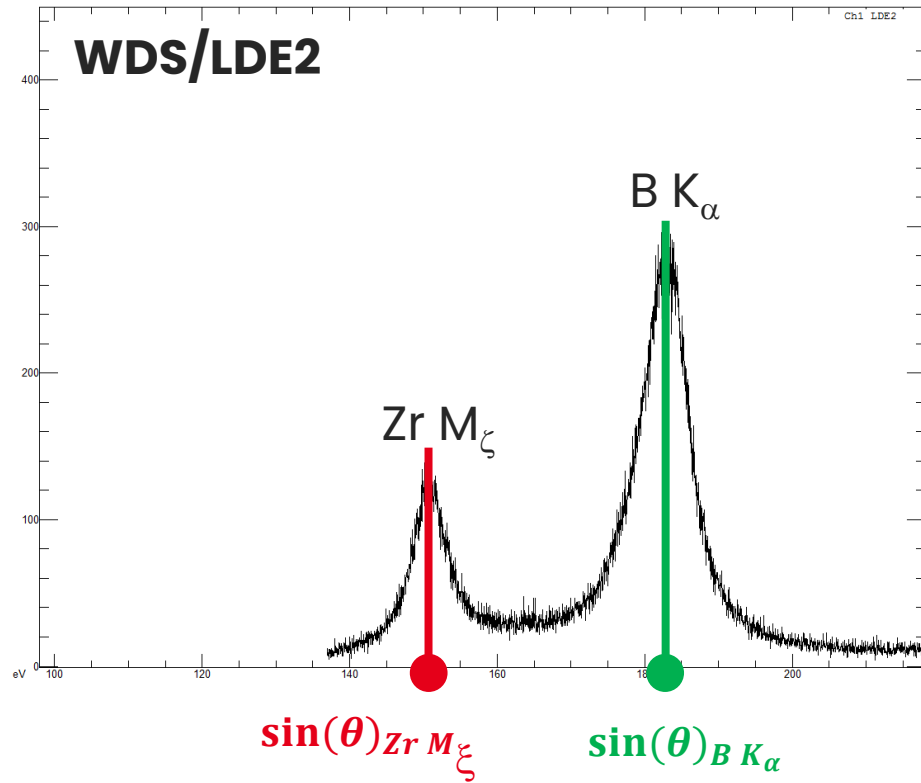
C²K_α : 138,5 eV

C K_α : 277 eV
(hors gamme SXES-LR)

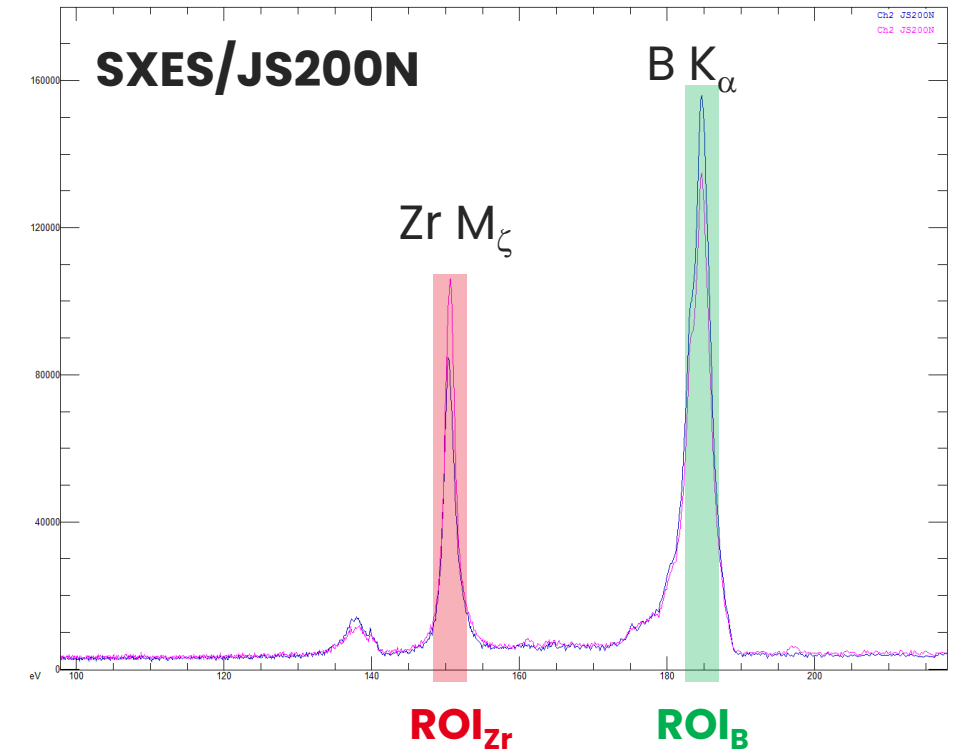
Cartographies X par SXES vs WDS : Principe

Matériau de type ZrB_2

En WDS : 1 position en $\sin(\theta)$ (Pic)



En EDS et SXES : 1 région d'intérêt (ROI)



Cartographies X par SXES vs WDS (et EDS) : durée d'acquisition



石の上にも三年 — *Ishi no ue ni mo sannan*

« Même sur une pierre froide, si l'on reste assis trois ans, elle finit par devenir chaude. »

→ Signifie que la patience et la persévérance mènent au succès.

Cartographies X par SXES vs WDS : durée d'acquisition



Exemple 1: en mode déplacement de faisceau (Mode BEAM)

Exemple 2: en mode déplacement de platine (Mode STAGE)

Exemple 1: Contexte

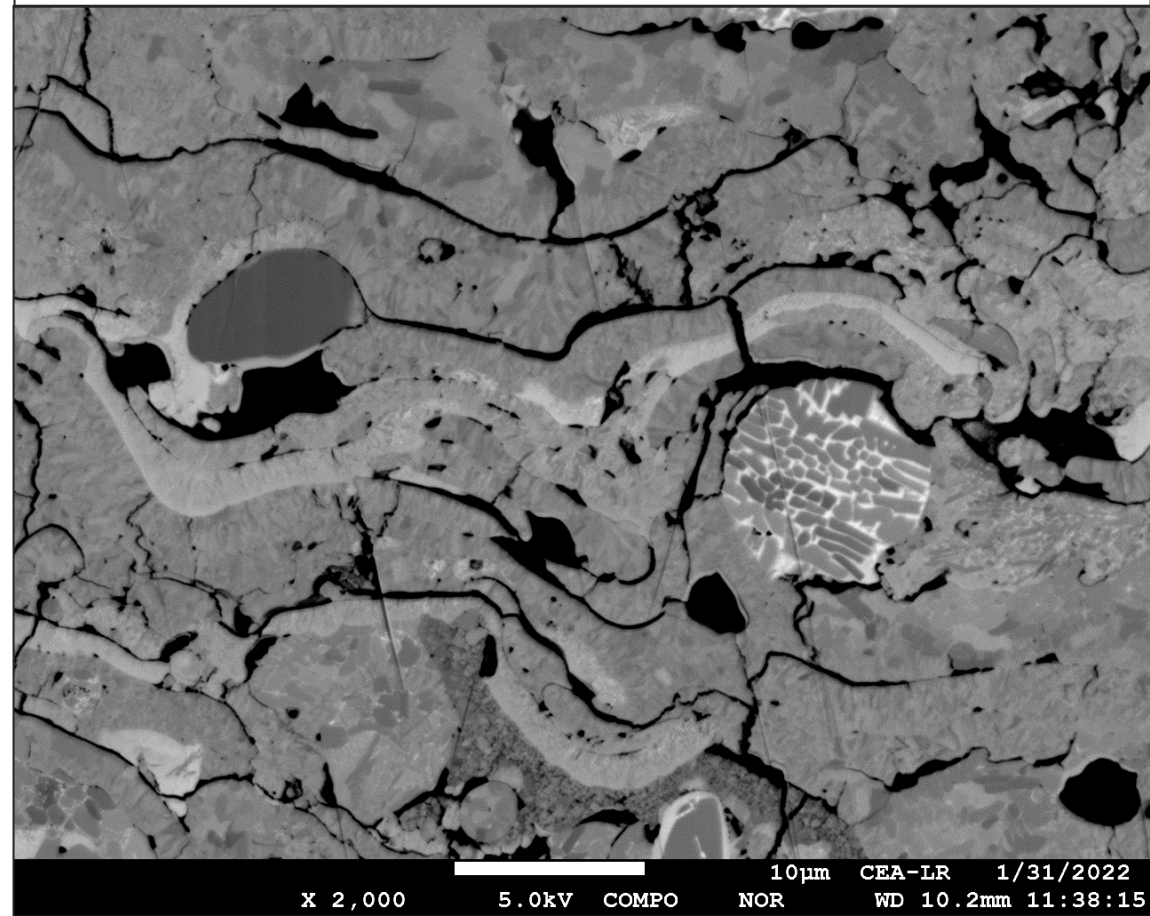
Développement de protections thermiques sur des composites thermostrostructuraux pour des applications spatiales

(© A. Charrue, PhD, CEA/Le Ripault)



Projection plasma de ZrB_2 et SiC

Microstructure typique d'un dépôt plasma ZrB_2 -SiC



Q? : Que deviennent ZrB_2 et SiC lors de la projection plasma ?

Cartographies « BEAM »

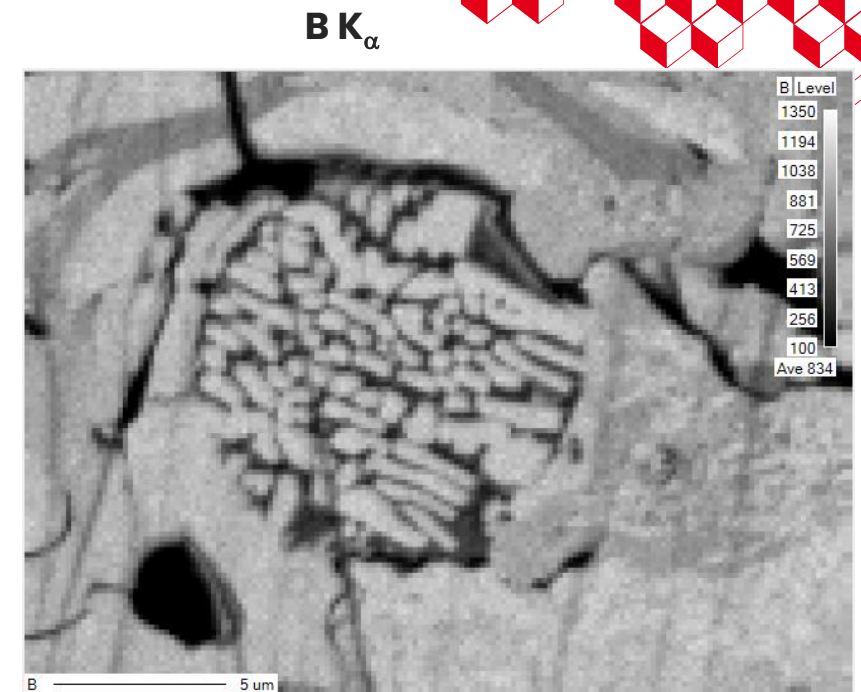
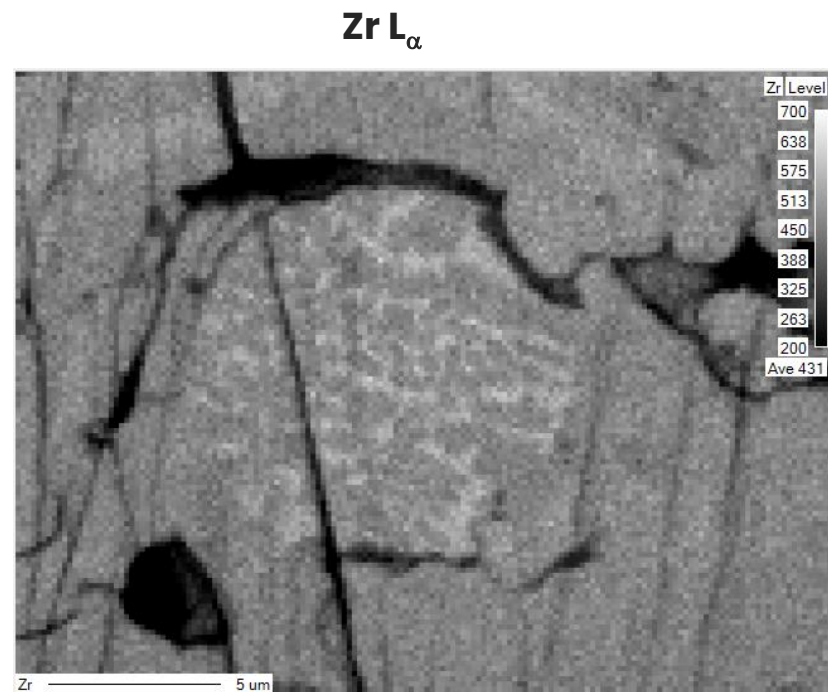
WDS

5kV 30nA

24 x 18 μm^2 @ 1 pt / 0,15 μm (160x120)

Tps Comptage : 0,6 s /pt

Durée totale : 3h 15min



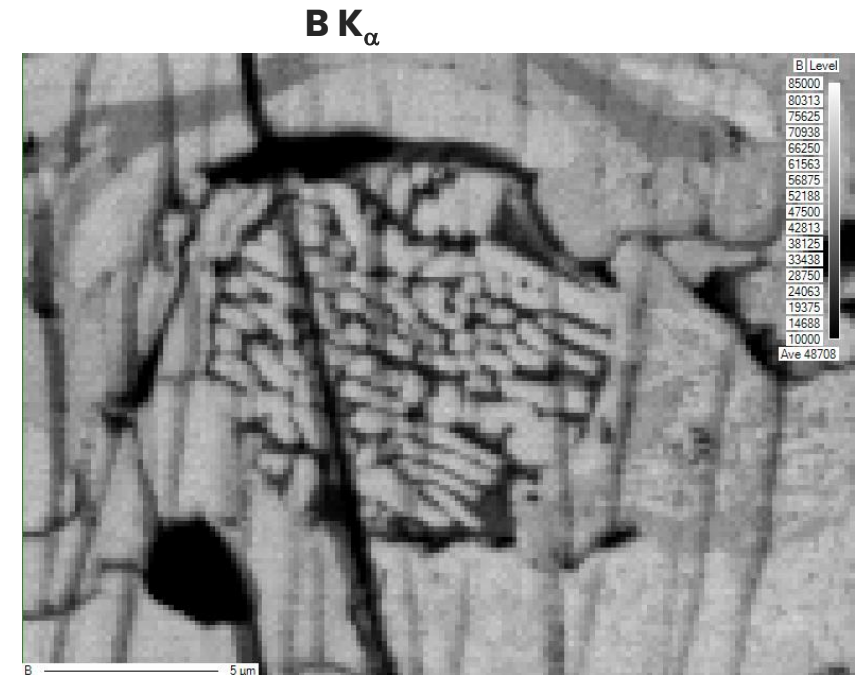
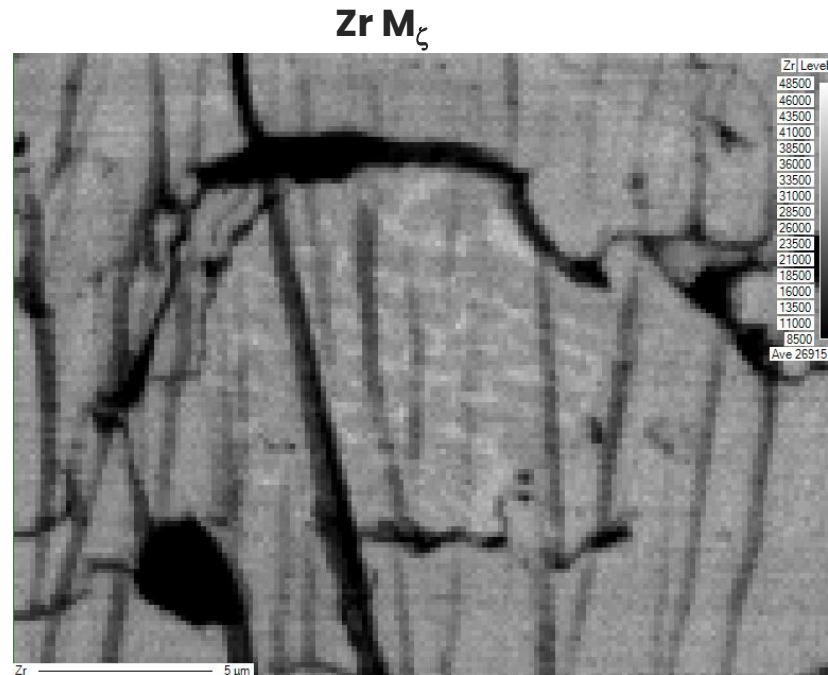
SXES

5kV 30 nA

24 x 18 μm^2 @ 1 pt / 0,15 μm (160x120)

Tps Comptage : 0,6 s (+1 s) /pt

Durée totale : 8h 30 min

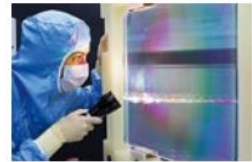


Exemple 2 : Contexte

Développement de films minces à haute tenue au flux pour des applications laser hautes puissances
(O. Aubard (PhD), G. Bedoui (Master), C. Marcel, CEA/Le Ripault)



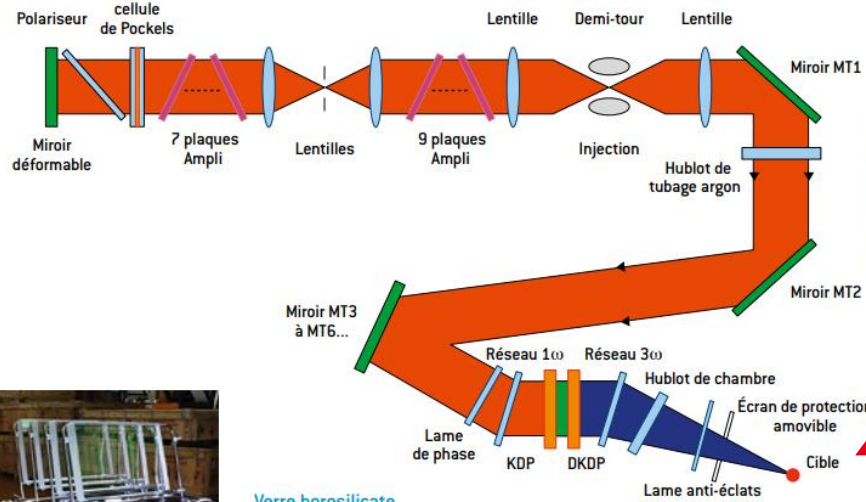
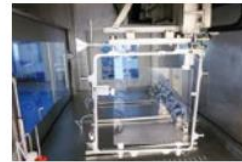
Silice
Hublots, réseaux,
polariseurs, lames de phase,
lame anti-éclat, lentilles



Verre laser
Plaques phosphate
dopé néodyme

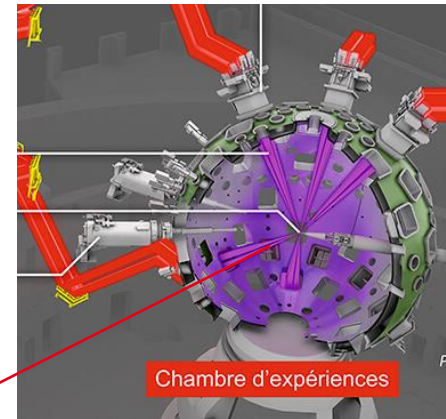


Cristaux de KDP/DKDP
Cellule de Pockels,
KDP/DKDP doubleurs
et tripleurs



Verre borosilicate
Miroirs de transport,
écran de protection
amovible

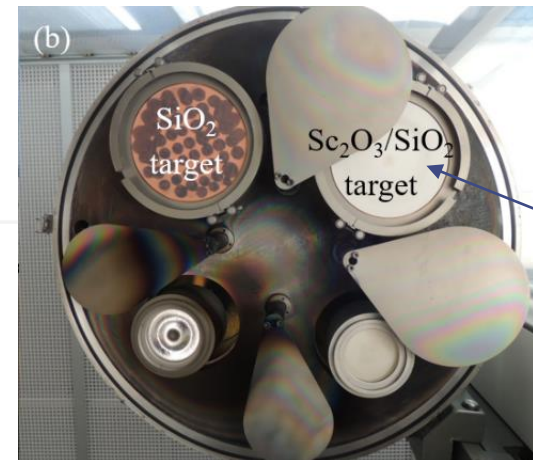
LMJ/PETAL Facility



Chambre d'expériences



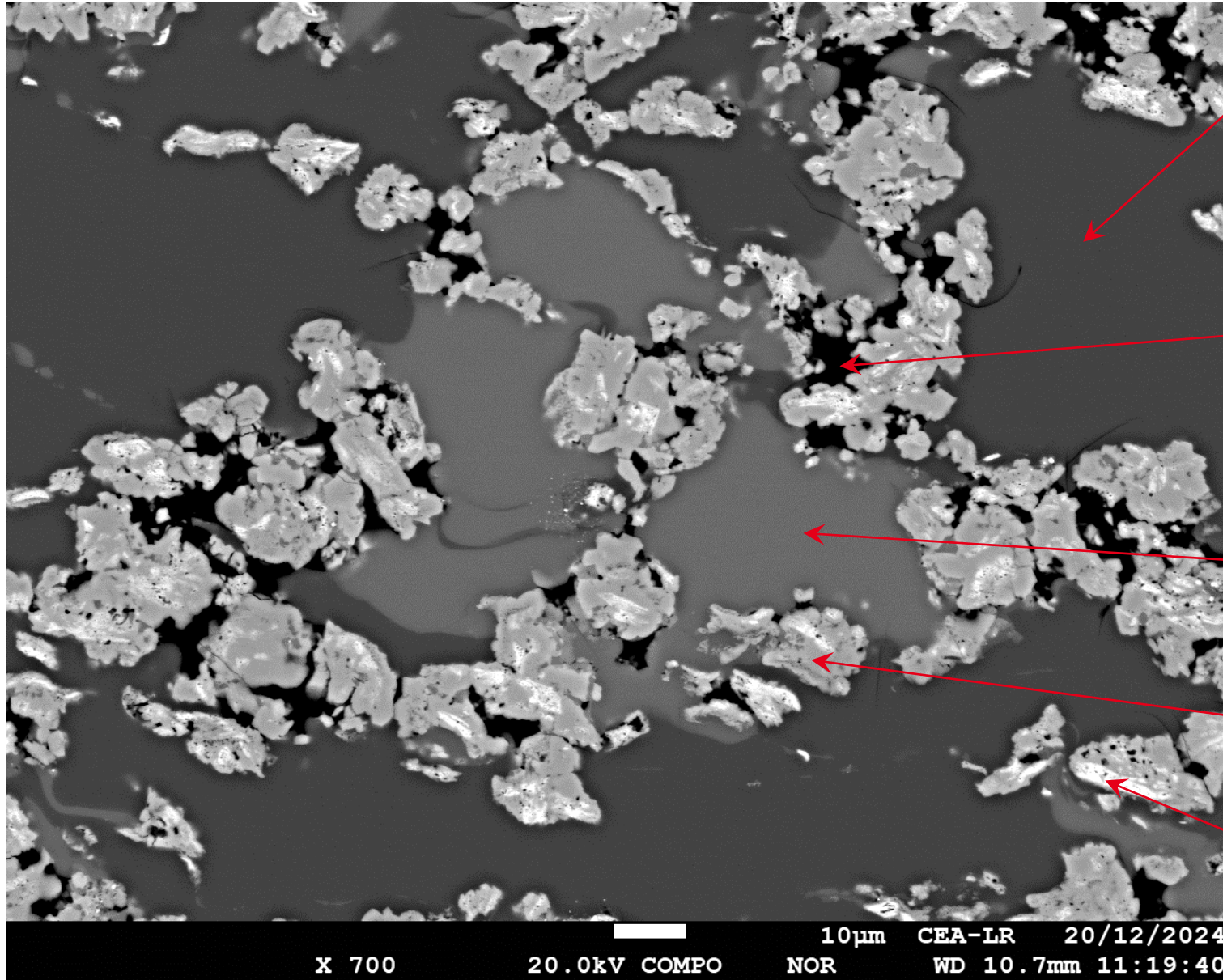
DP 650 magnetron
sputtering facility (PVD)



**Q? : Etudier la microstructure
d'une cible commerciale de
 $\text{Sc}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$**

→ **Besoin de films minces hautes performance
sur les miroirs de transport**

Exemple 2 : Contexte



Phase 1

4 phases de contrastes variables :
- 3 phases principales de contrastes gris
- 1 phase (n°4) de contraste très clair

+ porosités (très sombres)

Phase 2

Phase 3

Phase 4

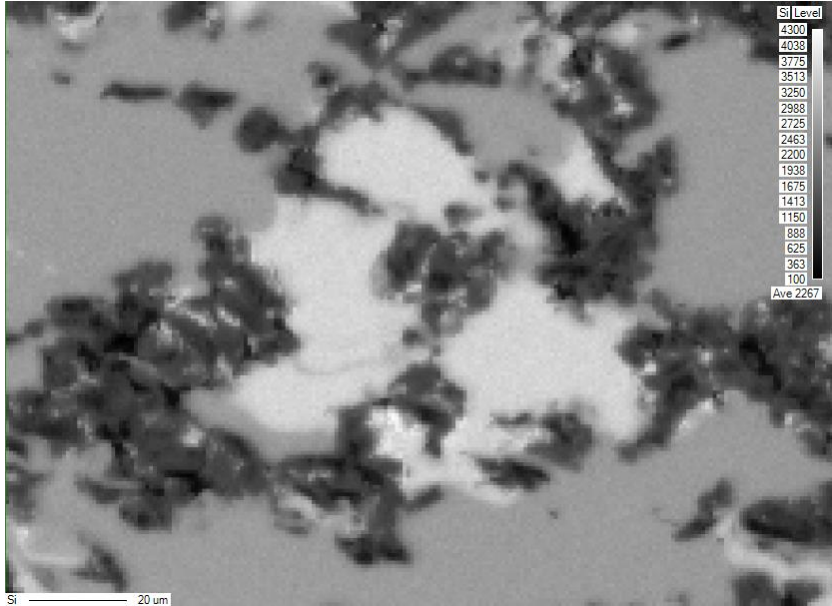
Cartographies « STAGE »



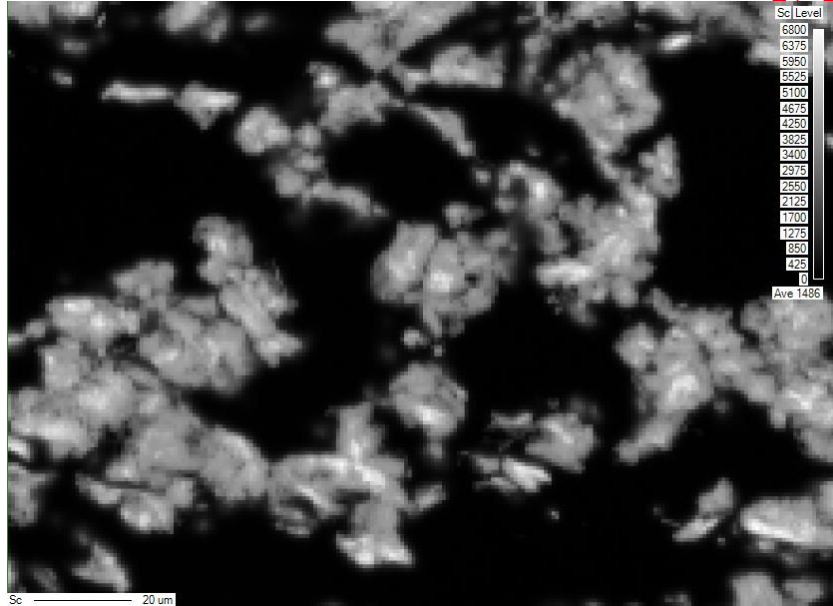
WDS

20kV 20nA
172 x 125 μm^2 @ 1 pt / 0,78 μm (220x160)
Tps Comptage : 0,1 s /pt
Durée totale : 1h

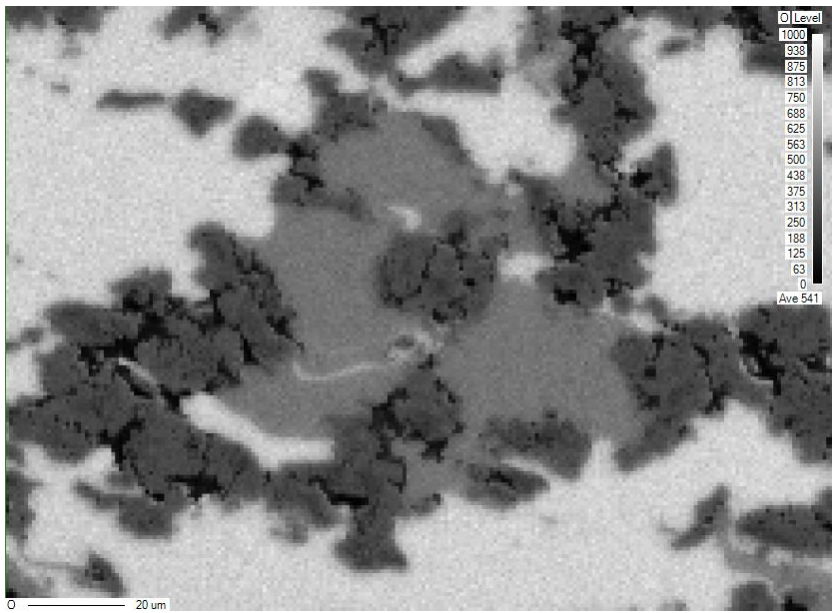
Si K_α



Sc L_α

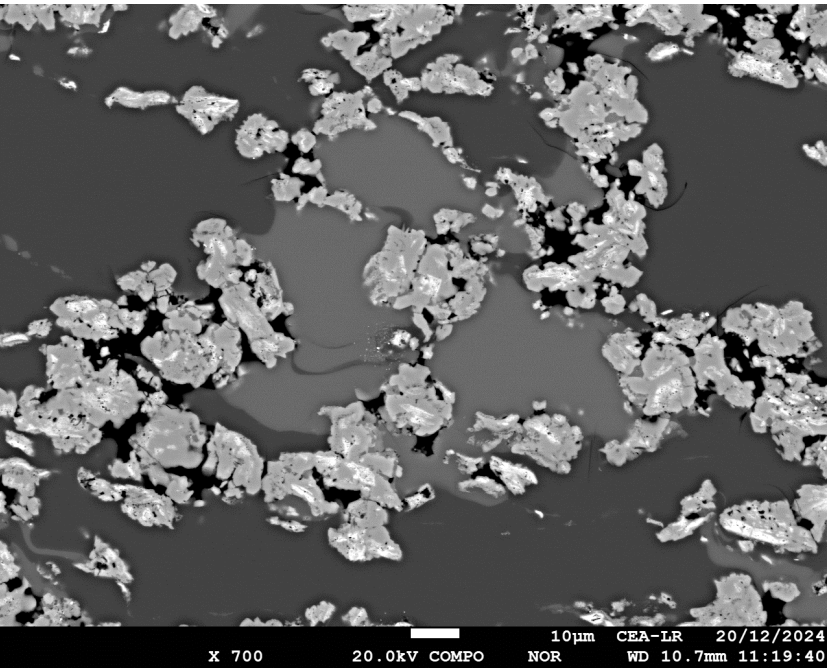
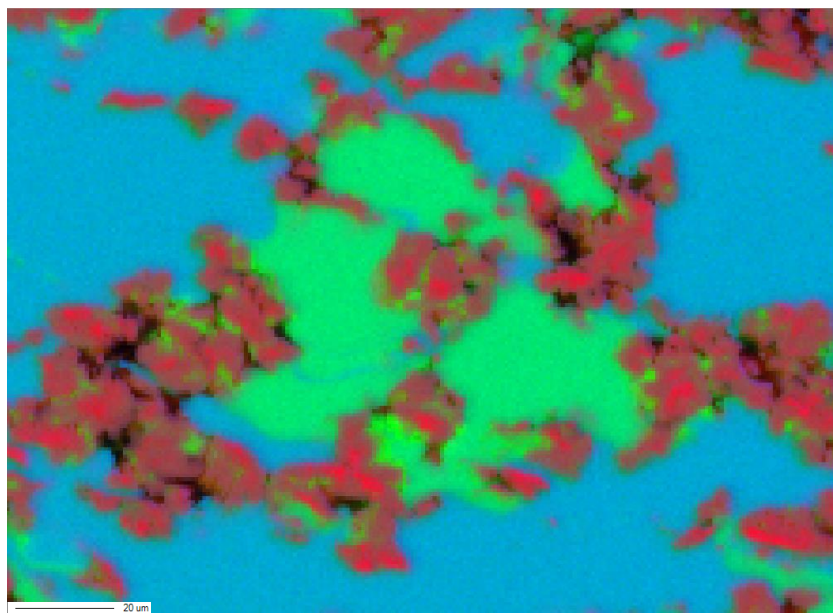


O K_α



Sc - Si - O

16



Cartographies « STAGE »

WDS

20kV 20nA

172 x 125 μm^2 @ 1 pt / 0,78 μm (220x160)

Tps Comptage : 0,1 s /pt

Durée totale : 1h

SXES

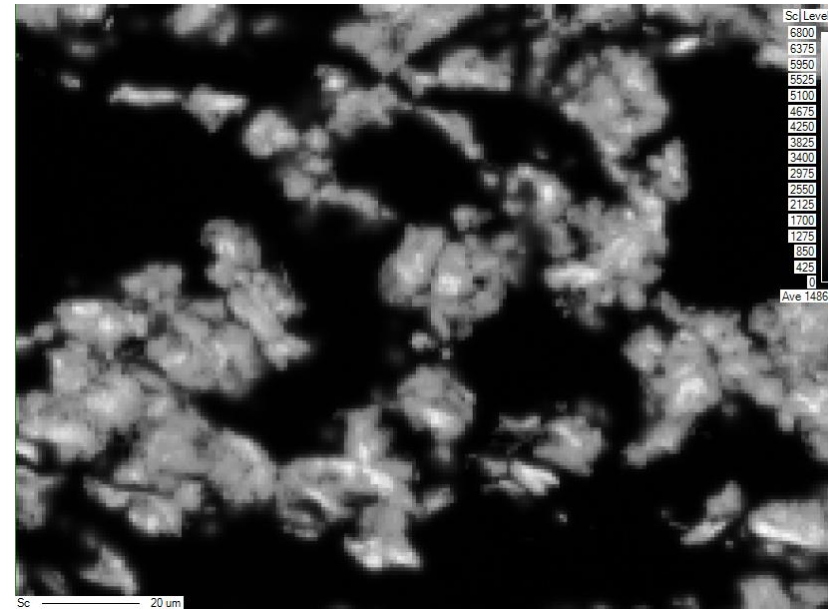
5kV 300nA

172 x 125 μm^2 @ 1 pt / 1,5 μm (115x90)

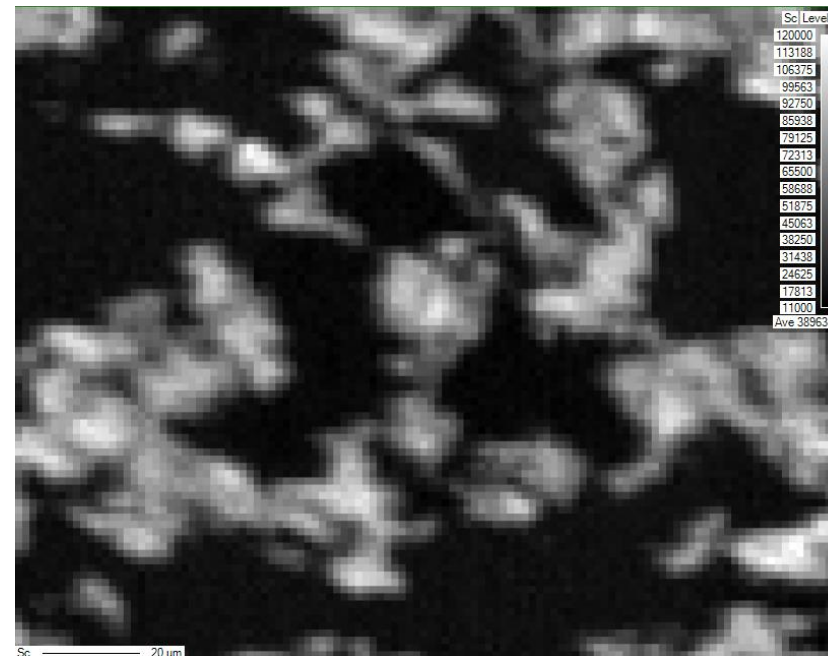
Tps Comptage : 1 s (+3 s) /pt

Durée totale : 11h 30 min

Sc L_{α}



Sc $2L_{\alpha}$



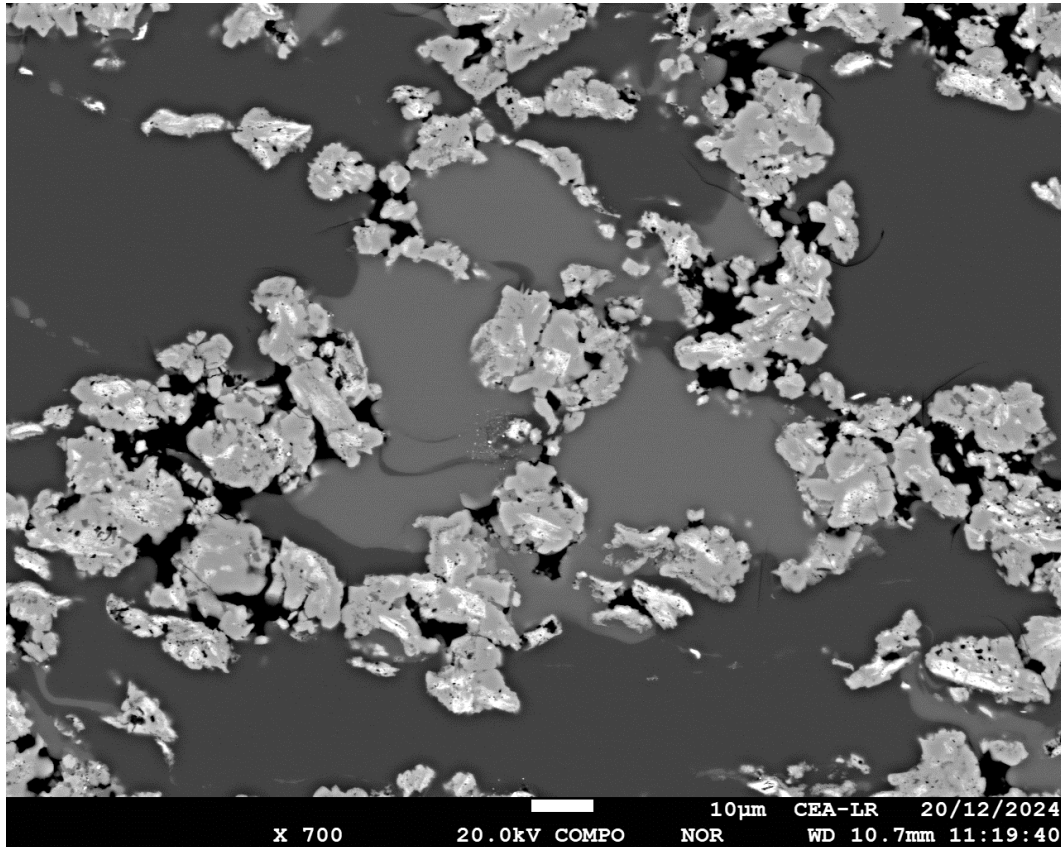
Les cartographies X par SXES sont des cartographies hyperspectrales

⇒ Possibilité d'extraire des spectres depuis les cartographies

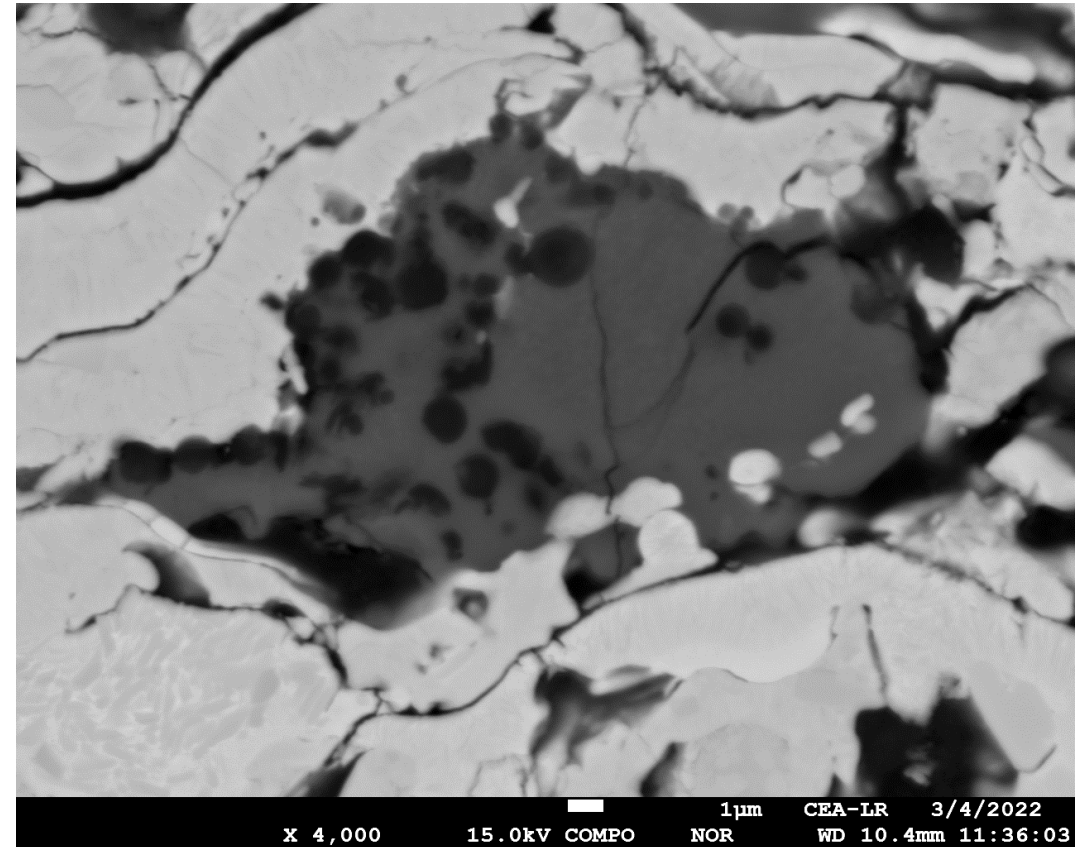
- Retraitement de cartographies X (levée d'interférences, sstr bdf)
- Etude de l'environnement chimique local (nature des liaisons)

Exemple 2: Mélange Sc_2O_3 / SiO_2

Exemple 1: Mélange ZrB_2 / SiC



Exemple 2: Mélange Sc_2O_3 / SiO_2

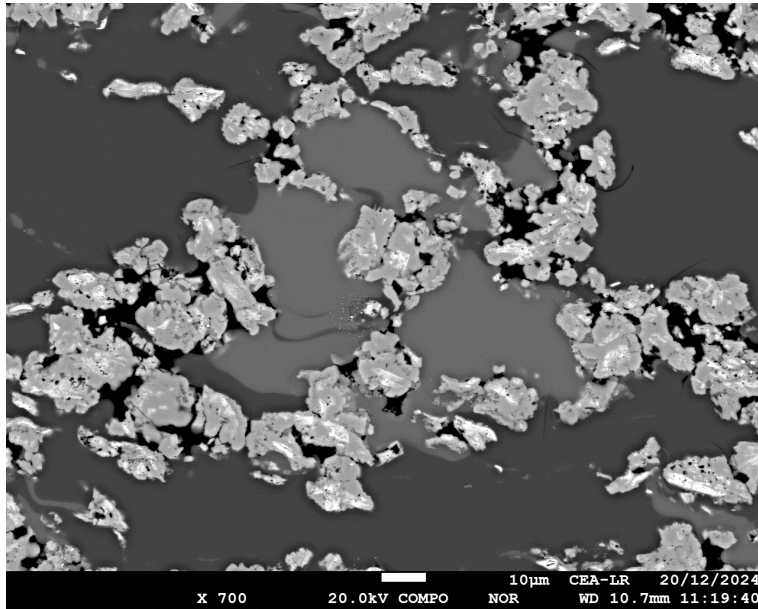


Exemple 1: Mélange ZrB_2 / SiC

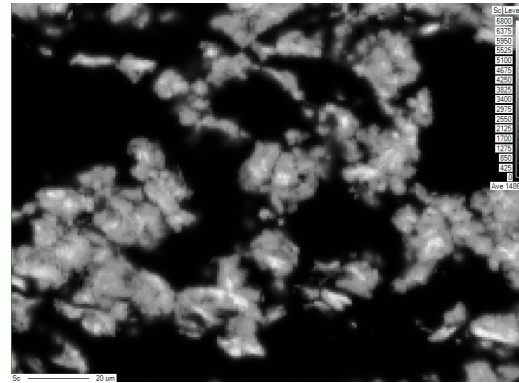
A/ Levée d'interférences en SXES par post-traitement



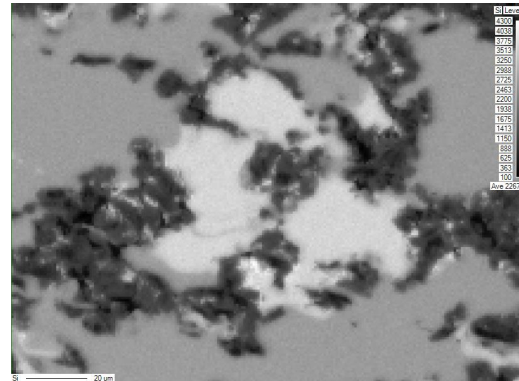
Mélange Sc_2O_3 / SiO_2



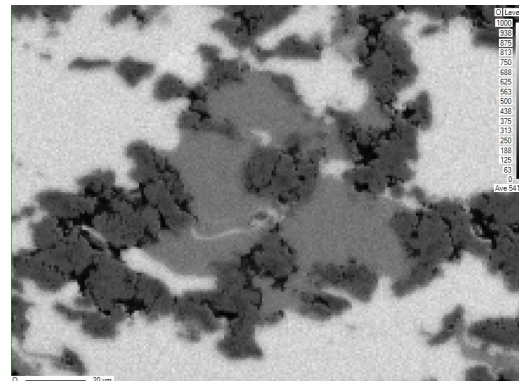
Sc L_α



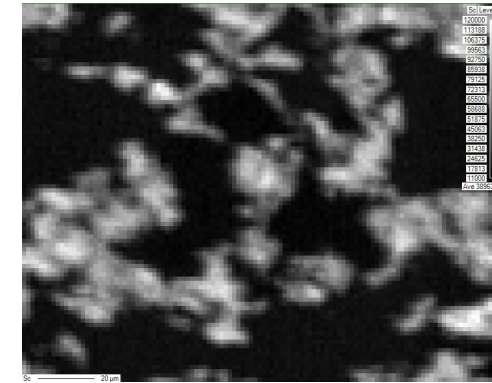
Si K_α



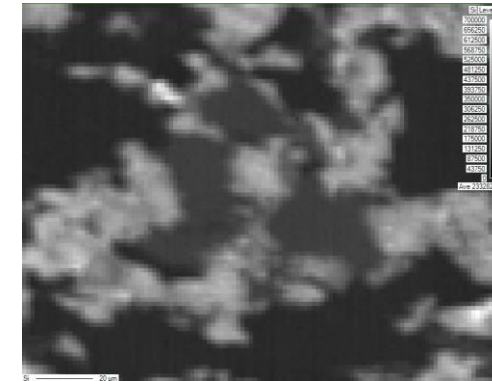
O K_α



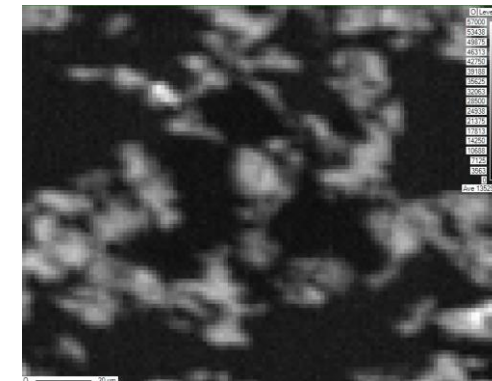
SXES



$\text{Sc } ^2\text{L}_\alpha$



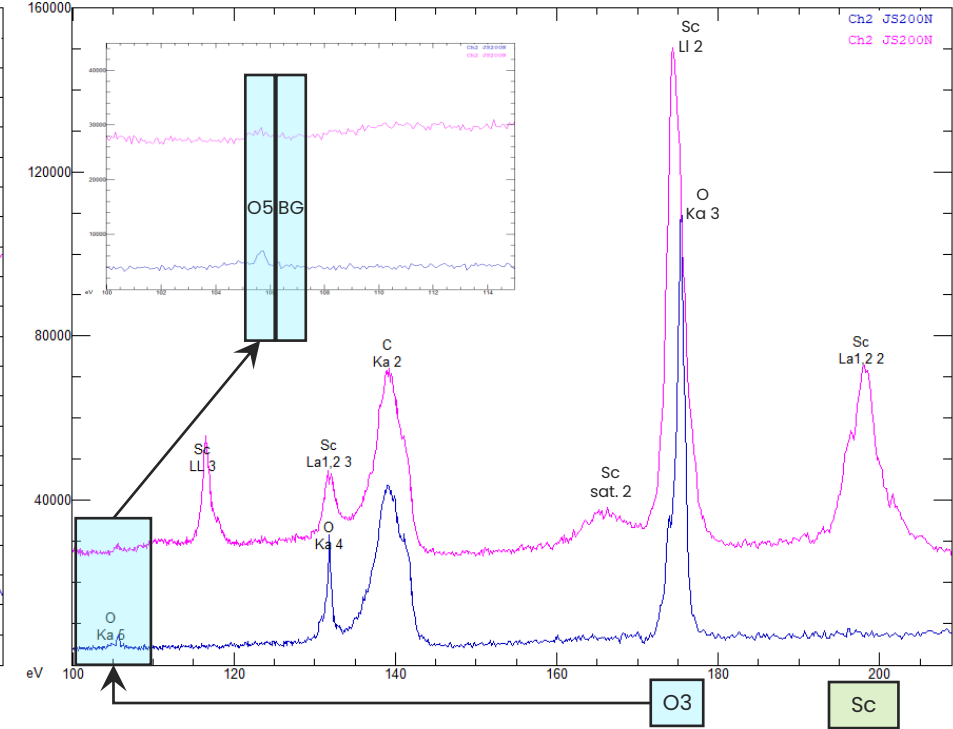
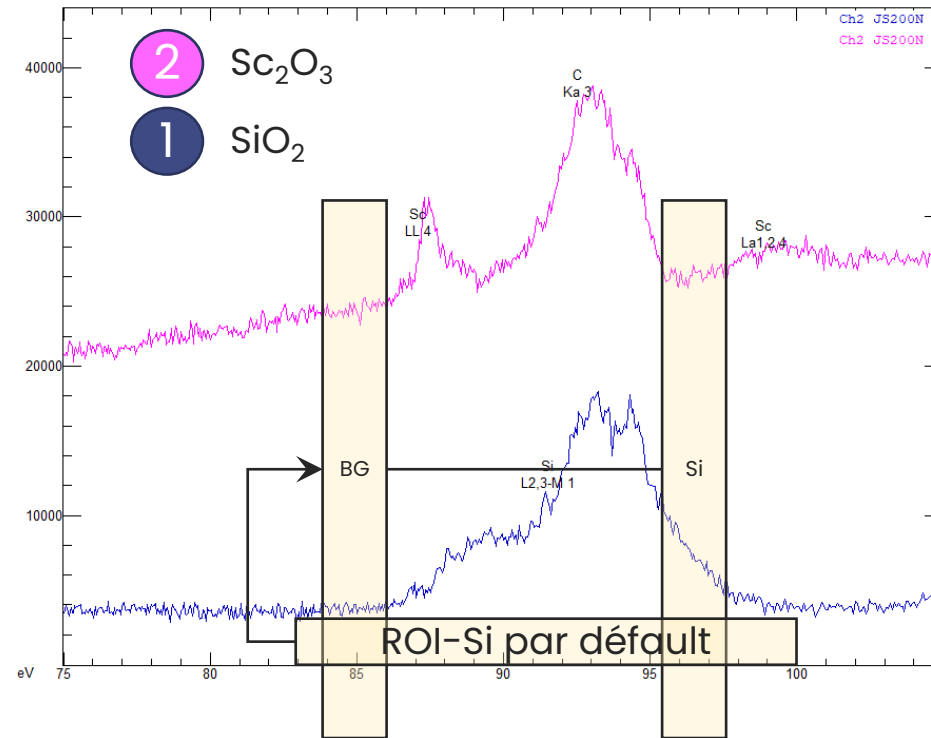
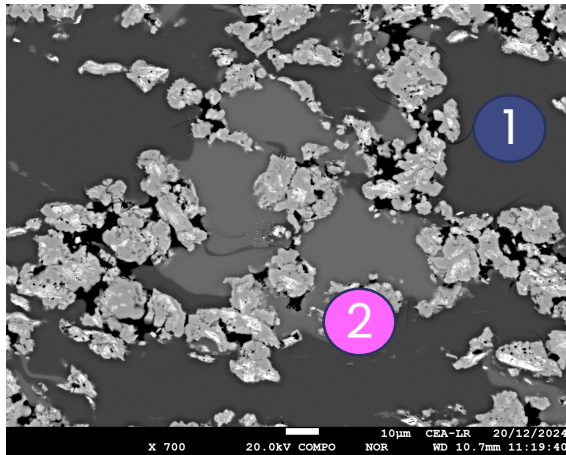
Si L_α



$\text{O } ^3\text{K}_\alpha$



Spectres extraits des cartos SXES [5x5 pixels]



Difficultés

Interférences : **Si L** / C ³K_α / Sc ⁴L_i et **O ³K_α** / Sc ²L_i
 Niveau BdF : Augmenté sur ② (sc₂O₃)

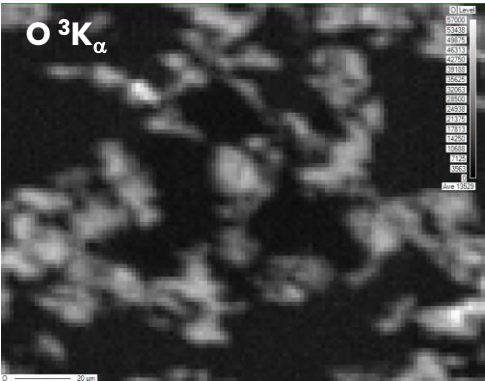
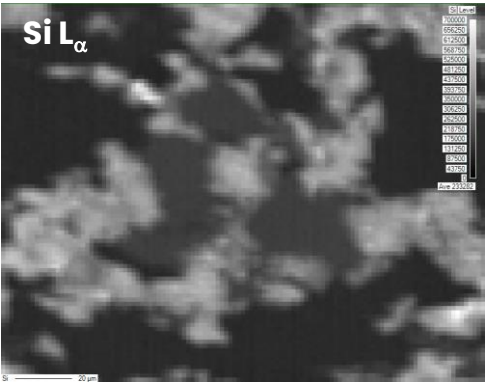
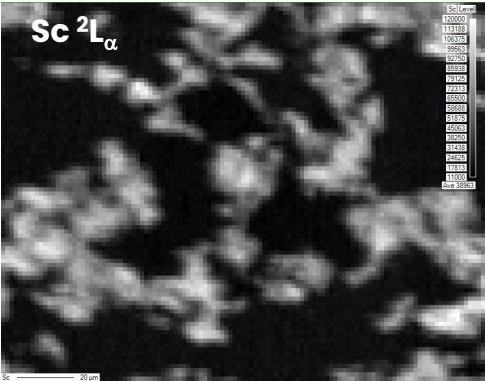
Solutions :

- ✓ Adapter les ROI pour O et Si
- ✓ Soustraire des ROI-bdf

A/ Levée d'interférences en SXES par post-traitement



SXES



Solutions :

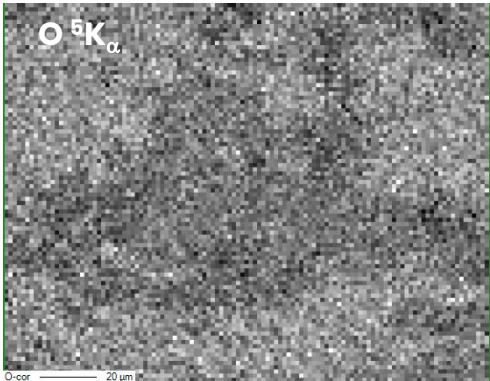
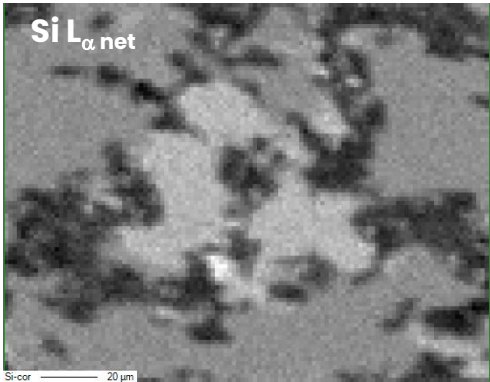
- ✓ Adapter les ROI pour O et Si
- ✓ Soustraire des ROI-bdf

Si_MAP2 (ROI restreint) – Si_MAP3 (Bdf)

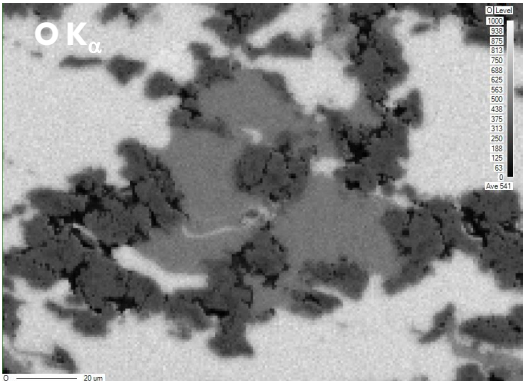
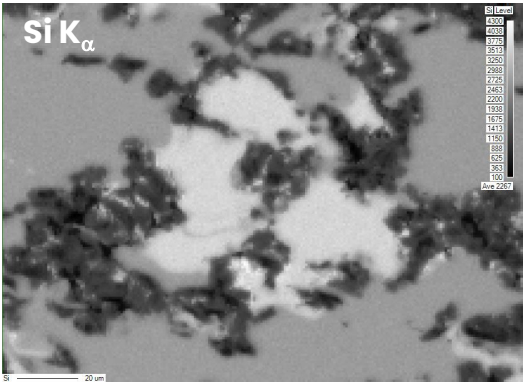
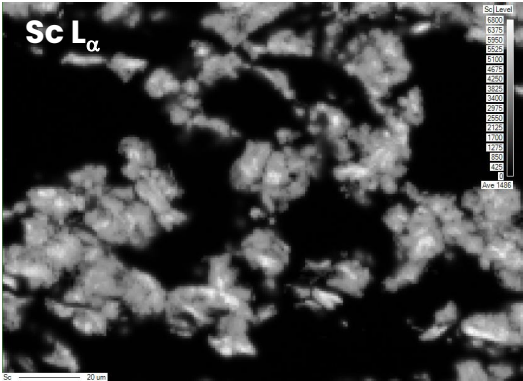
	MAP_1	MAP_2	MAP3
X-Ray Line	Default ROI	Adapted ROI	Background ROI
Si La	[83 -100 eV]	[95,5 - 97,6 eV]	[83,9 - 86,0 eV]
O Ka	[174 - 177 eV] ³ K _α	[105,3 - 106,1 eV] ⁵ K _α	[106,4 - 107,2 eV]

O_MAP2 (5-ième ordre O K_α) – O_MAP3 (BdF)

SXES



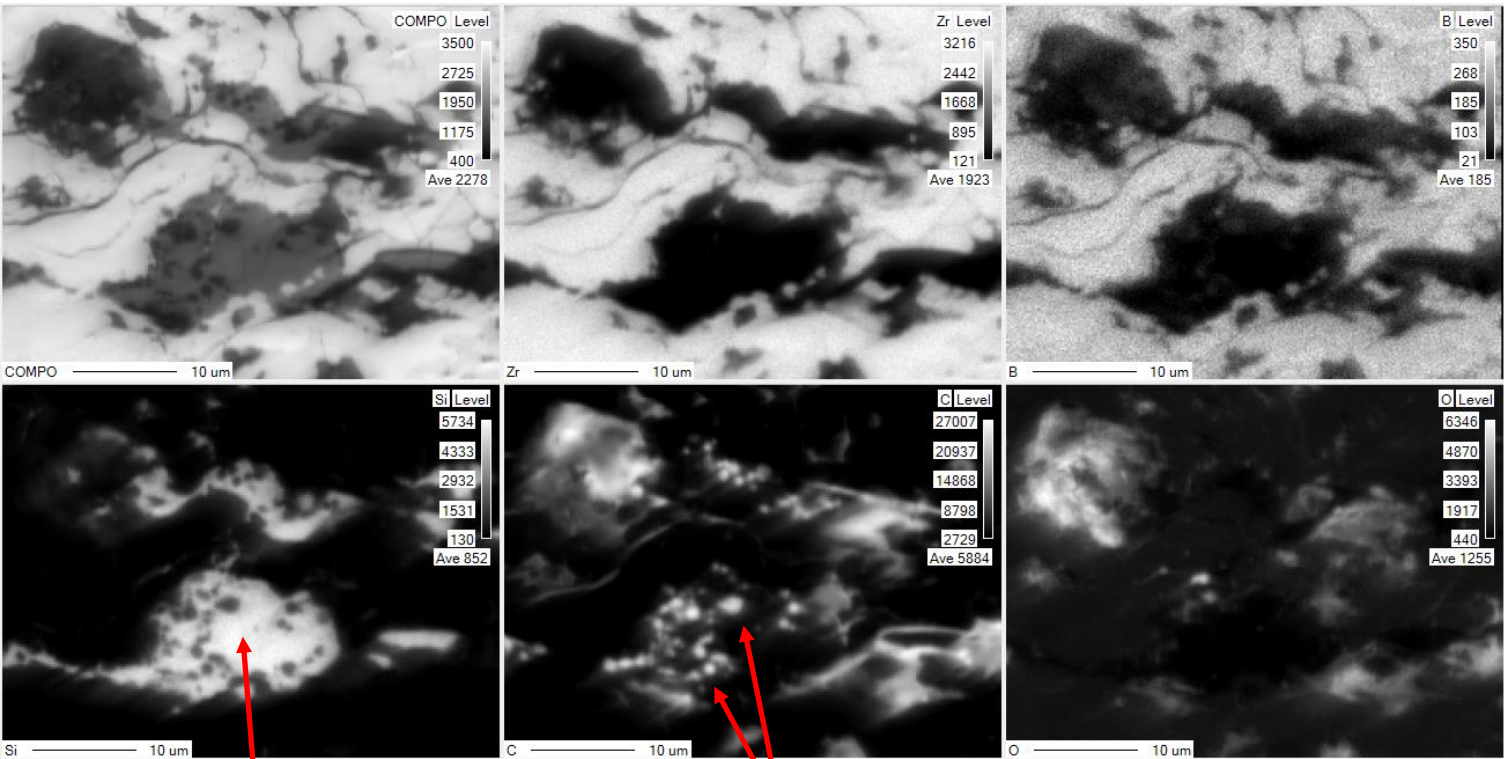
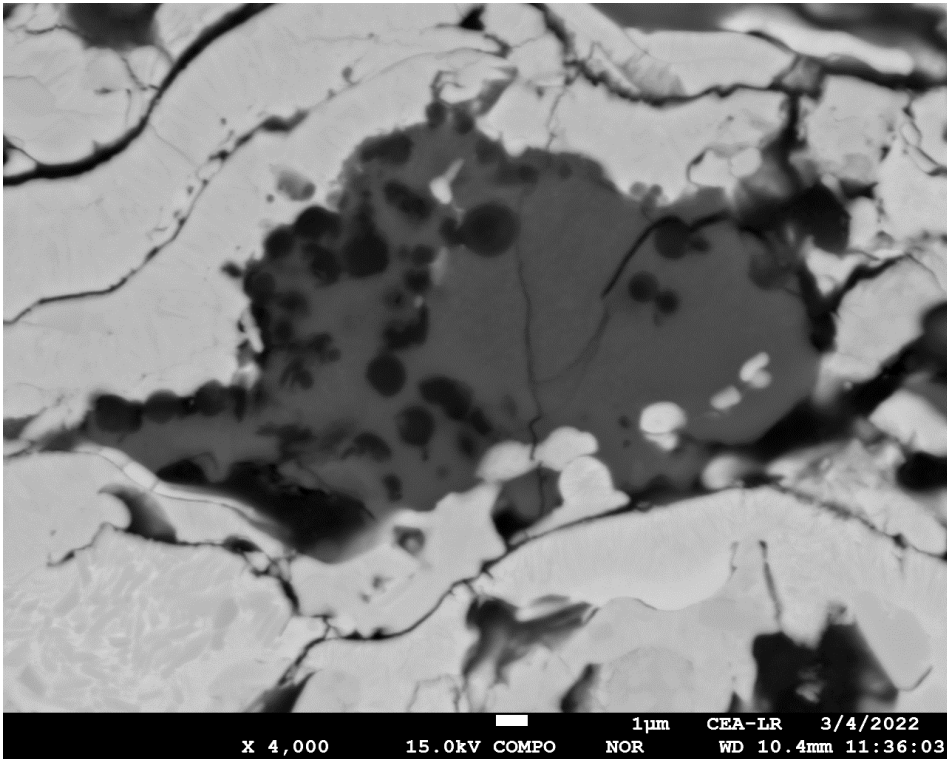
WDS





Mélange ZrB_2 / SiC

Cartographies WDS

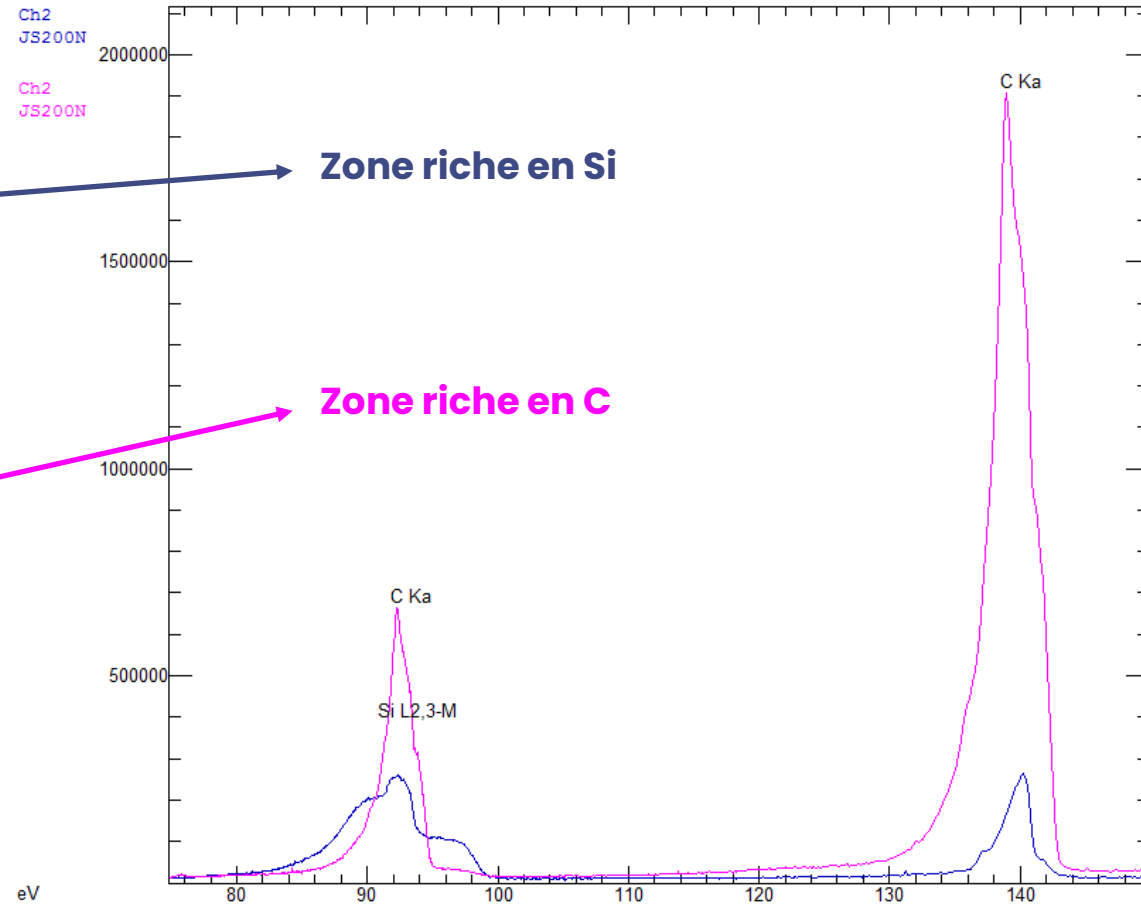
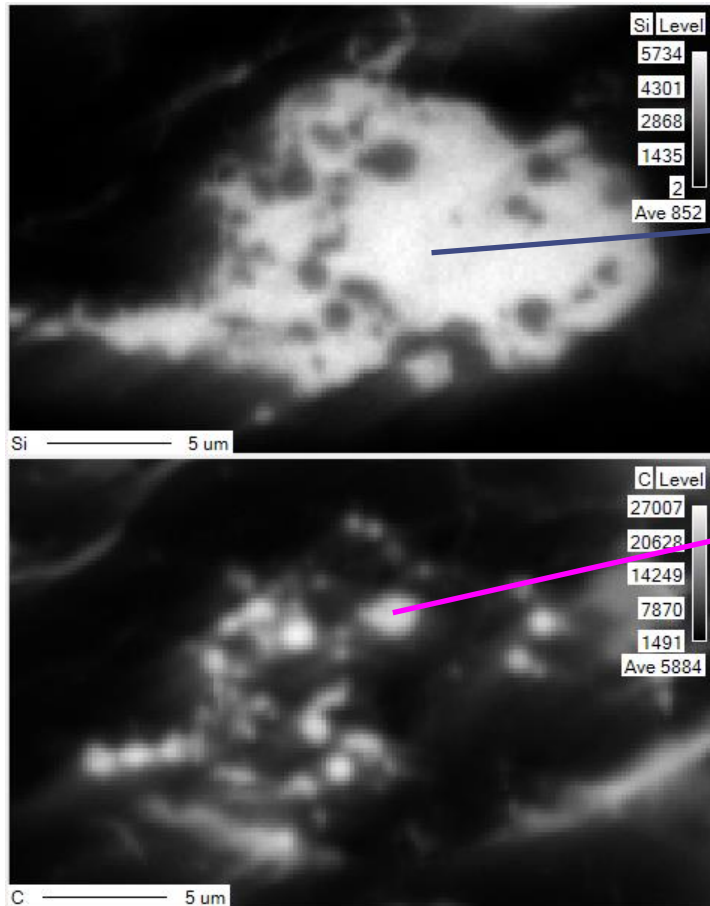


Zone riche en Si

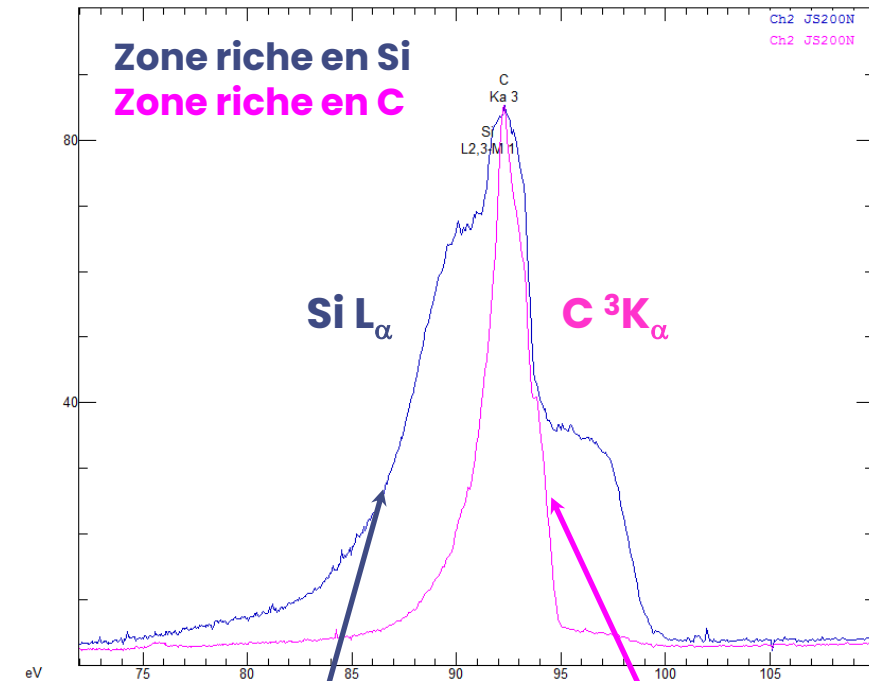
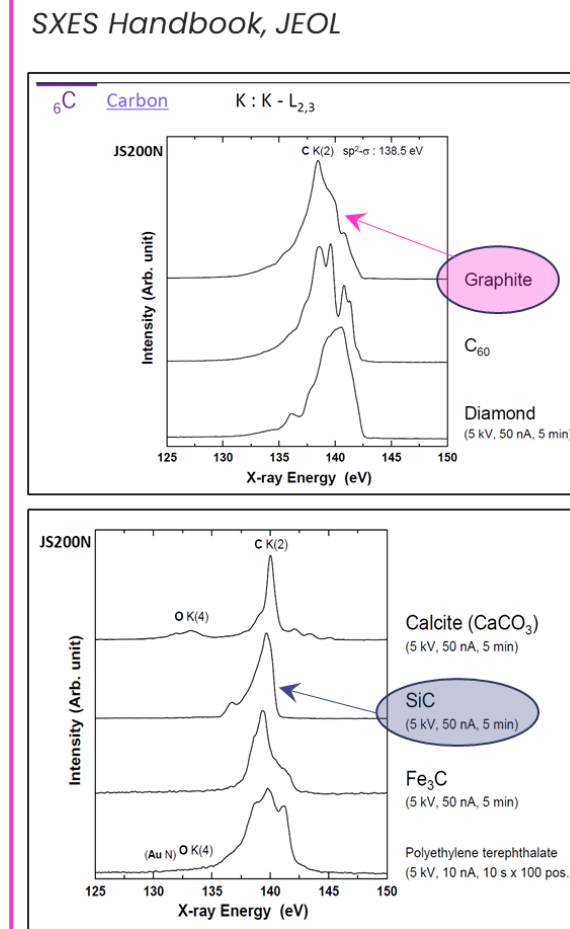
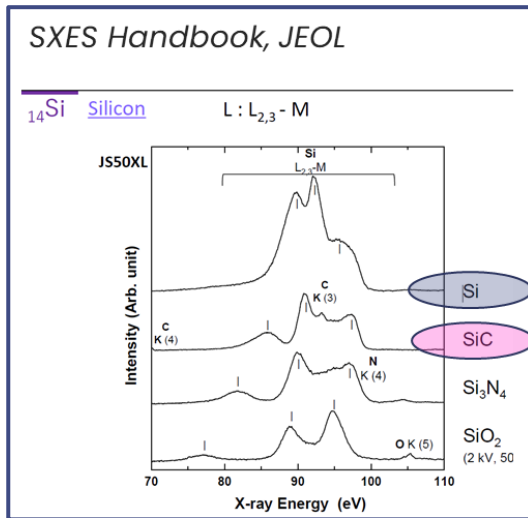
Zones riche en C



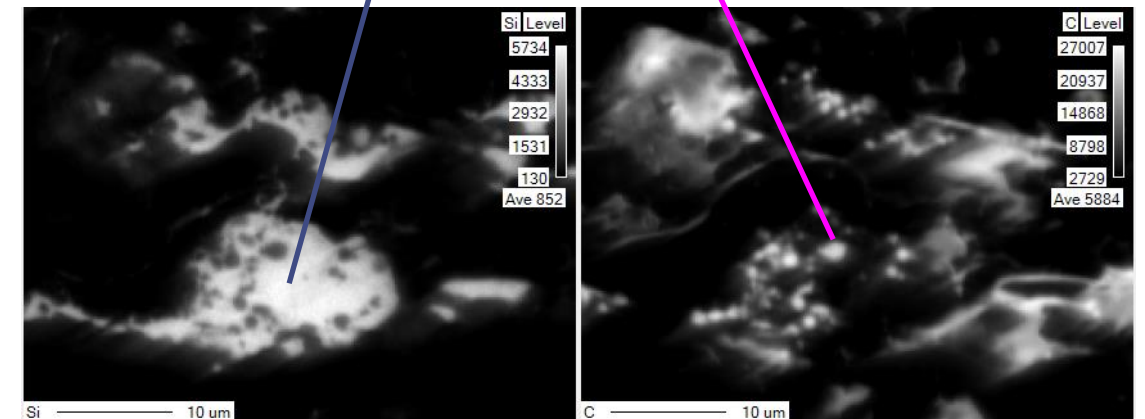
Spectres ponctuels par SXES



B/ Etude de l'environnement chimique



10 μm



Zone riche en Si : Si métallique

Zone riche en C : C avec structure graphite

« Preuve » de la décomposition du SiC en Si_{métal.} + C_g
à l'échelle micro lors du dépôt plasma



Electronic Probe MicroAnalyser



ArcelorMittal

Global Research and Development

Blandine Remy

$$\frac{\partial f_{i,j}(\vec{x}, \vec{c})}{\partial x_i} = \sum_{k \neq i} c_{k,j}$$

R&D
STEEL

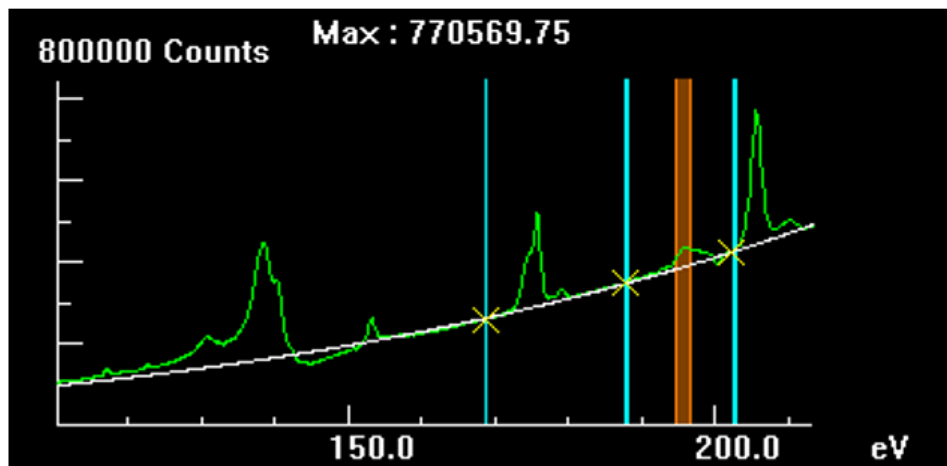
Images quantitatives : SXES

Acquisition d'une droite de calibration

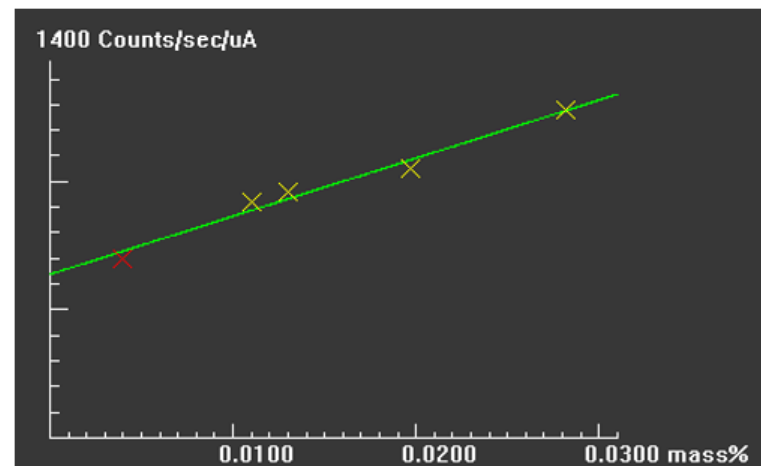
Les témoins utilisés pour la droite de calibration doivent être de la même nuance et homogène

- Droite de calibration (x points / témoins)

Détermination du bruit de fond et choix de la fenêtre pour le pic analysé



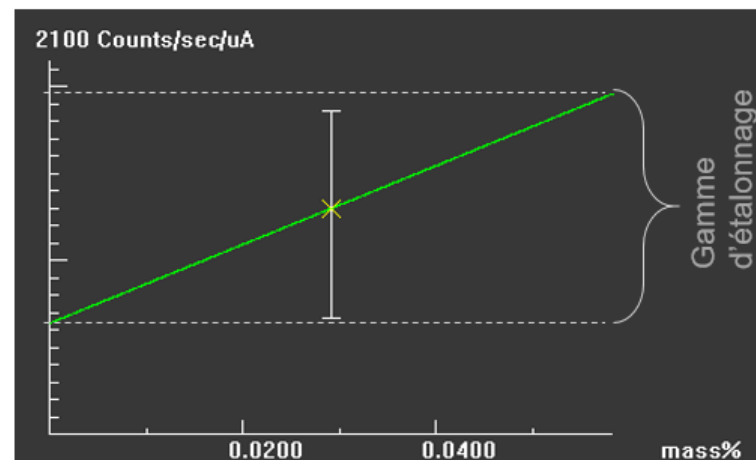
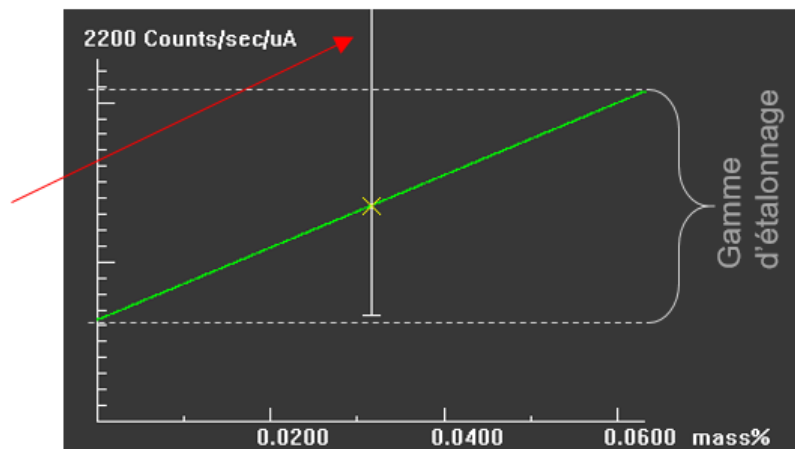
Réalisation de la droite de calibration



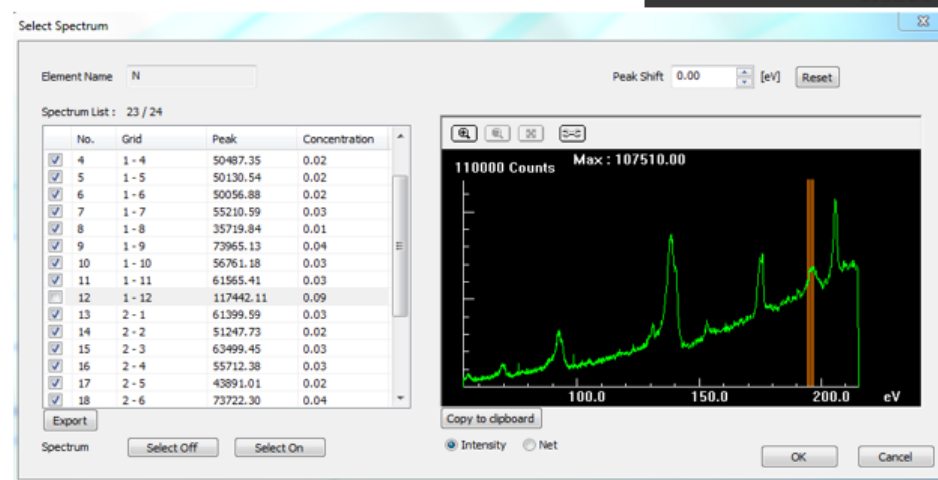
Images quantitatives : SXES

Application de la droite d'étalonnage à l'image

1 ou plusieurs points en dehors de la gamme d'étalonnage



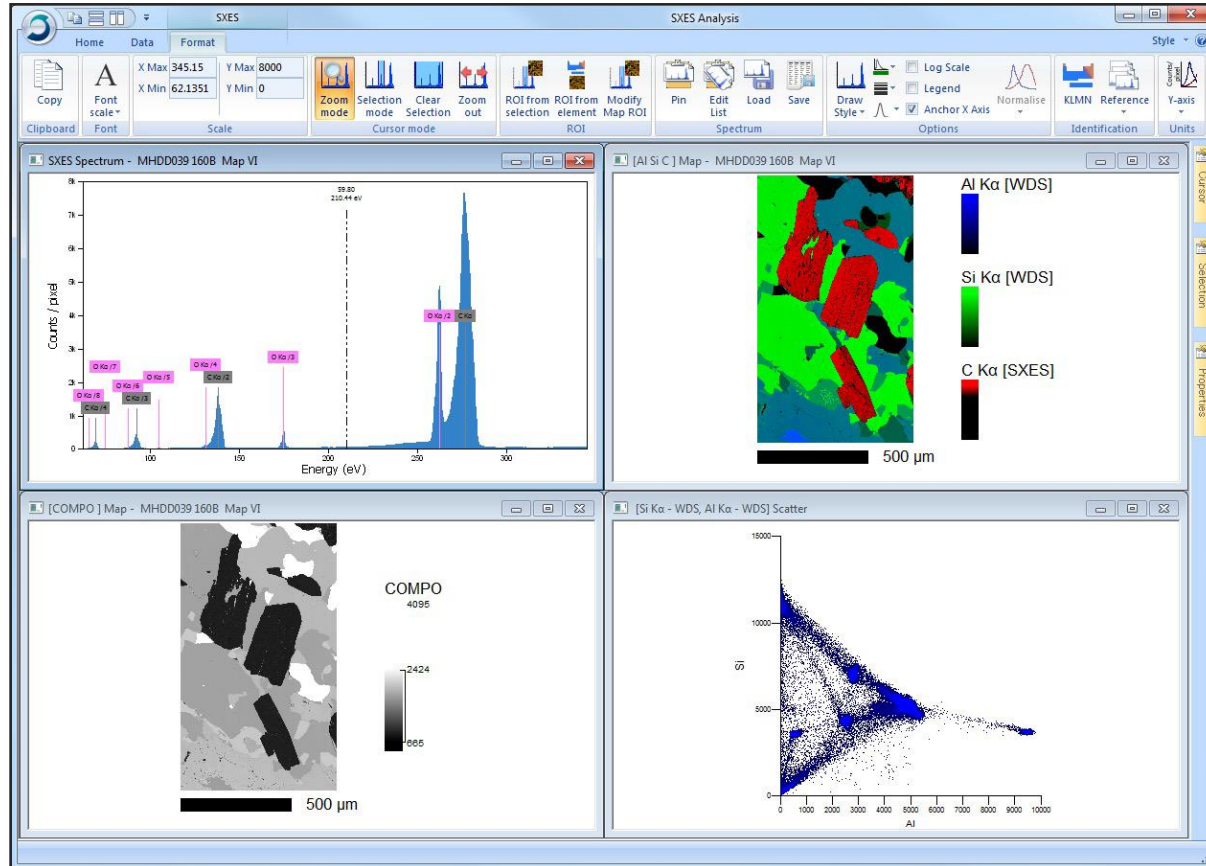
Possibilité de visualiser tous les spectres avec leurs teneurs correspondantes



Les teneurs obtenues se situent dans la gamme d'étalonnage

Il existe des solution de couplage EDS – WDS – SXES

⇒ acquisition simultanée e⁻ / EDS / WDS / SXES



75 Anniversary

JEOL

Introduction of a soft X-ray emission spectroscopy (SXES) and recent topics on analysis of lithium compounds

Mar 28, 2024
JEOL Ltd.
SA business unit Masaru Takakura, assisted with AI voice

Introduction of SXES-SEM Center Integration.

Live Demo

Merci de votre attention

