

# ECOLE D'ETE GN-MEBA

## Microscopie Electronique à Balayage et Microanalyses



### CONTRÔLE ET MAINTENANCE DU MEB ET DU SYSTEME EDS Christine Gendarme Université de Lorraine – Institut Jean Lamour

Organisation :



GEOSYSTEMES

Supports techniques :



SYNERGIE<sup>4</sup>



Autres supports :



# Quelques définitions....

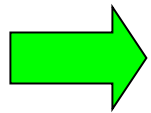
\* le contrôle : c'est une action de vérification, d'inspection

↳ **donc action essentiellement préventive**

\* la maintenance : c'est le maintien d'un matériel technique en état de fonctionnement

↳ **donc action essentiellement curative**

Il faut donc : - contrôler les appareils lors de leur réception  
- puis les vérifier régulièrement



Si anomalie détectée : mener les actions nécessaires au rétablissement du bon fonctionnement

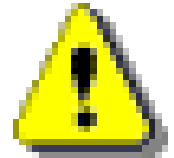
# Pourquoi contrôler et maintenir dans leur meilleur état de fonctionnement les MEB et les systèmes EDS ?

\* suivi régulier indispensable pour :

- pouvoir bénéficier des meilleures performances des appareillages
- garantir la qualité des résultats obtenus

\* signaux d'alerte :

<b>MEB</b>	<b>EDS</b>
réglage astigmatisme	perte de résolution
mauvais alignement colonne	déformation des pics
mesures fausses	bruit électronique
mauvais fonctionnement détecteurs	mauvais fonctionnement de l'identification automatique
dérive des images	résultats quantitatifs faux



# **CONTRÔLE ET MAINTENANCE**

## **DU MEB**

# Contrôle et maintenance du MEB

- 1 - Entretien du système de vide
- 2 - Changement du filament
- 3 - Saturation du filament
- 4 - Propreté de la colonne
- 5 - Détecteurs d'électrons
- 6 - Résolution
- 7 - Grandissements
- 8 - Distorsions
- 9 - Stabilité de l'image
- 10 - Courant de sonde



# Contrôle et maintenance du MEB

## 1 - Entretien du système de vide

### \* les pompes :

- changement huile des pompes :
  - à palettes : 1 fois / an
  - à diffusion d'huile : tous les 3 ans**attention à la qualité des huiles**
- changement filtres alumine (rétrodiffusions d'huile dans la colonne)
- étuvage périodique pompes ioniques



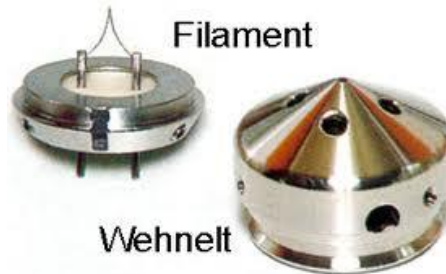
### \* propreté de la chambre :

- entrée d'air : azote gazeux (humidité dans la chambre)
- limiter les temps d'ouverture donc préparer les échantillons au préalable
- laisser le microscope en permanence sous vide

**VIDE MEILLEUR = IMAGES DE MEILLEURE QUALITE + PLUS GRANDE DUREE DE VIE DU FILAMENT**

# Contrôle et maintenance du MEB

## 2 - Changement du filament (MEB W)

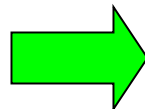


- nettoyage du wehnelt, du porte-filament et de l'anode avec pâte à polir + nettoyage US
- centrage mécanique du filament dans le wehnelt (bon alignement du canon avec la colonne)
- réglage de la hauteur (conditionne la brillance)
- remontage dans le canon



ATTENTION

**toujours porter des gants**

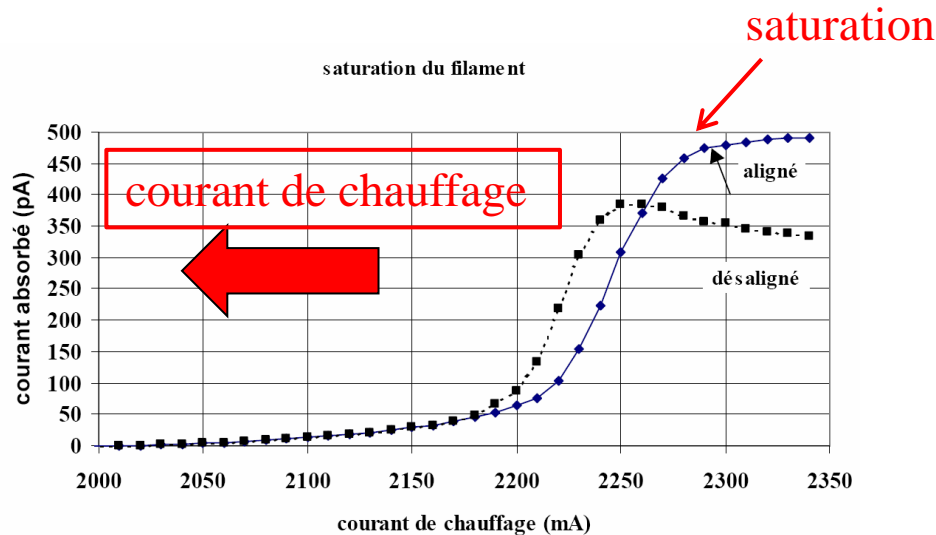


propreté des éléments  
pas de poussière dans la colonne

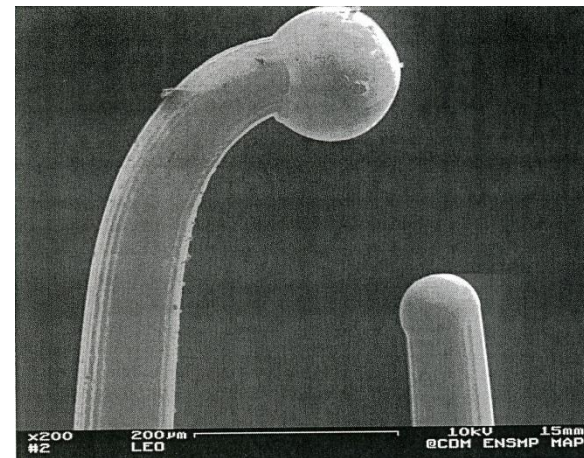
# Contrôle et maintenance du MEB

## 3 - Saturation du filament

- \* procédure :
  - chauffage doux du filament
  - recuit pendant 5 minutes
  - palier de saturation (durée de vie du filament)
  - vérification régulière du point de saturation
- \* au cours du temps :
  - amincissement du filament donc **diminution du courant**
  - sinon sur-saturation et risque de rupture prématurée



doc. TD MEB-Instrument Niveau 1 D.Boivin et F.Beclin



doc. F. Grillon

# Contrôle et maintenance du MEB

## 4 - Propreté de la colonne

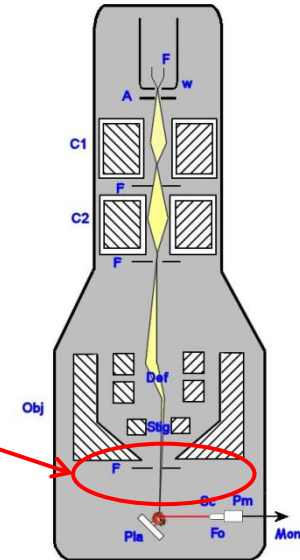
\* colonne en général nettoyée par les constructeurs

\* comment détecter un problème ?

**pb d'astigmatisme** (surtout à G élevé et faible HT)

\* que faire ?

- vérifier l'alignement de la colonne (diaphragme)
- changer ou nettoyer le diaphragme final



\* comment préserver une colonne propre ?

- limiter la pollution par les échantillons (propres et dégazés)
- éviter les résines (préférer une fixation mécanique)
- éviter les laques Ag ou C (sinon bien les laisser sécher)

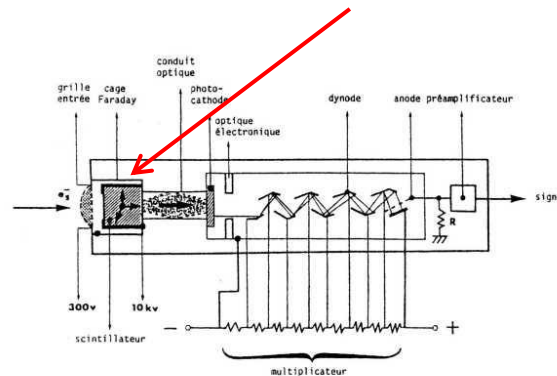
# Contrôle et maintenance du MEB

## 5 - Détecteurs d'électrons

### \* problèmes possibles :

pour le BSE : traces de pollution

pour le SE : vieillissement du scintillateur



### \* que faire ?

- utiliser des échantillons de référence :

Cu poli pour SE

SnPb poli pour BSE

- toujours dans les mêmes conditions de HT, WD, courant, diaphragme

- **noter les valeurs de contraste et brillance**

# Contrôle et maintenance du MEB

## 6 - Résolution

### \* pourquoi ?

- critère le plus important lors de l'achat d'un MEB
- mais critère le plus difficile à vérifier

### \* comment ?

- dépôt d'or sur du carbone
- **mesure entre le bord de 2 détails** (approximation)

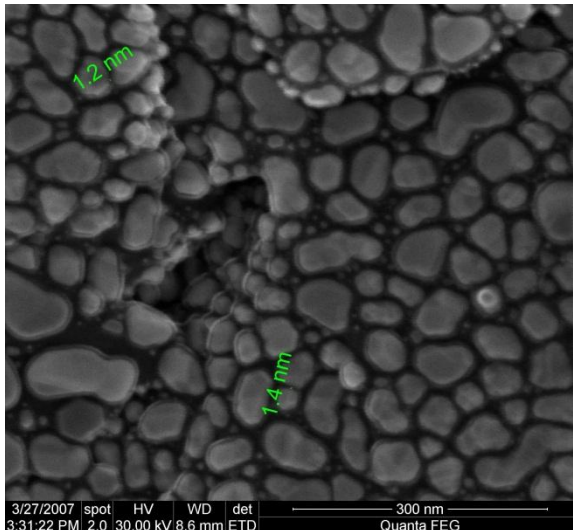


image SE : 1,2 nm à 30 kV

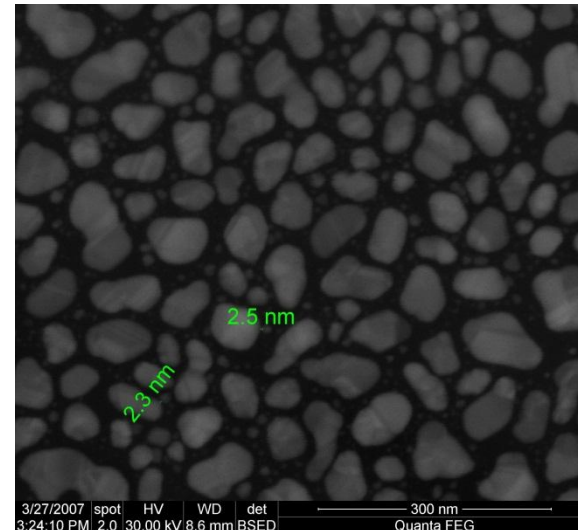


image BSE : 2,5 nm à 30 kV

# Contrôle et maintenance du MEB

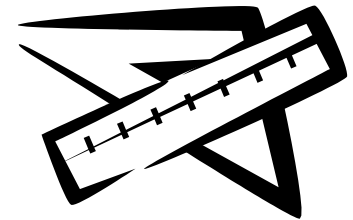
## 7 - Grandissements

**Cf. norme ISO 16700 (2004)** « lignes directrices pour l'étalonnage du grandissement d'images »

\* échantillon utilisé :    pour  $G < 2000$  : grille MET de 40 à 500 mesh  
                                  pour  $2\,000 < G < 50\,000$  : réseau croisé  
                                  étalon certifié (démarche qualité)

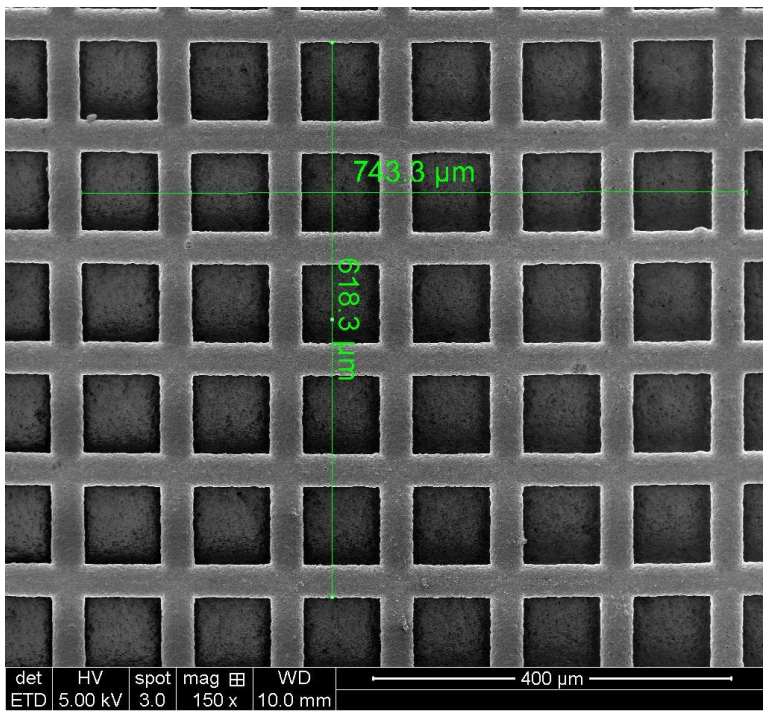
\* vérifications :

- erreurs les plus importantes :    à basse HT  
                                                  à grande WD  
                                                  à faible G
- mesures à faire en X et en Y
- calibration à vérifier pour tous les G, toutes les HT, toutes les WD, avec un échantillon à plat, sans rotation du faisceau (à refaire au besoin)
- à faire aussi sur le système EDS (profil en ligne, mosaïques...)

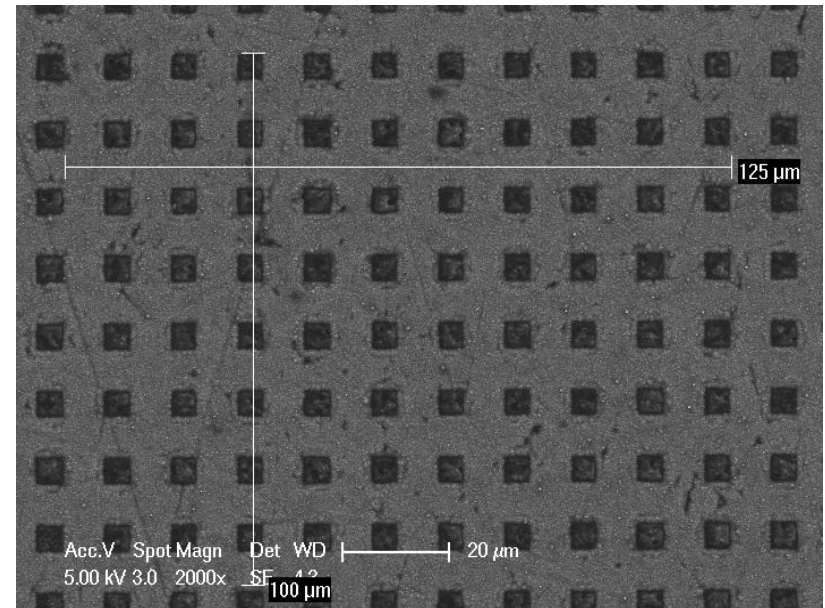


**erreur admissible :  $\pm 10\%$**

**MEB  $\neq$  UN APPAREIL DE METROLOGIE**



grille MET à  $G = 150$   
(pas de  $123,7 \mu\text{m}$ )

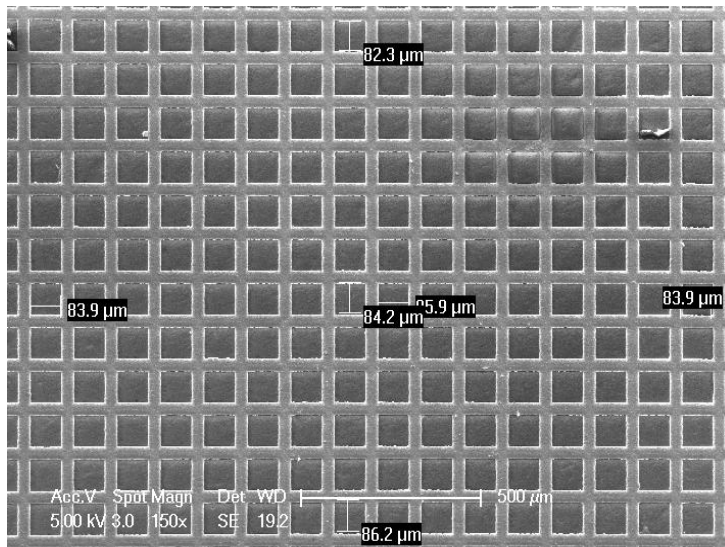


réseau croisé à  $G = 3\,500$   
(pas de  $12,5 \mu\text{m}$ )

# Contrôle et maintenance du MEB

## 8 - Distorsions

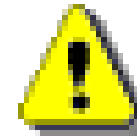
- \* les carrés situés au bord doivent avoir les mêmes dimensions que le carré au centre
- \* 2 types de distorsions :
  - au centre de l'écran : transformation du carré en losange
  - sur les bords de l'image : courbure des lignes droites



$D = 0,6 \%$

$$D = 100 \times [b - 0,5(b+c)] / 0,5(b+c)$$

b : mesure sur les bords  
c : mesure au centre



**la distorsion doit rester < à 3%**

# Contrôle et maintenance du MEB

## 9 - Stabilité de l'image

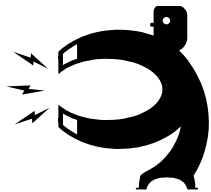
### \* pourquoi ?

- éviter des images floues à cause de la dérive (mécanique, électronique...)
- important pour la  $\mu$ analyse

### \* comment ?

- échantillon conducteur
- image à fort G ( $> 20\ 000$ )
- **prendre une image à  $t = 0$  puis  $t = 5$  min puis  $t = 15$  min**
- mesurer la dérive dans les deux directions (sans rien modifier entre les mesures)

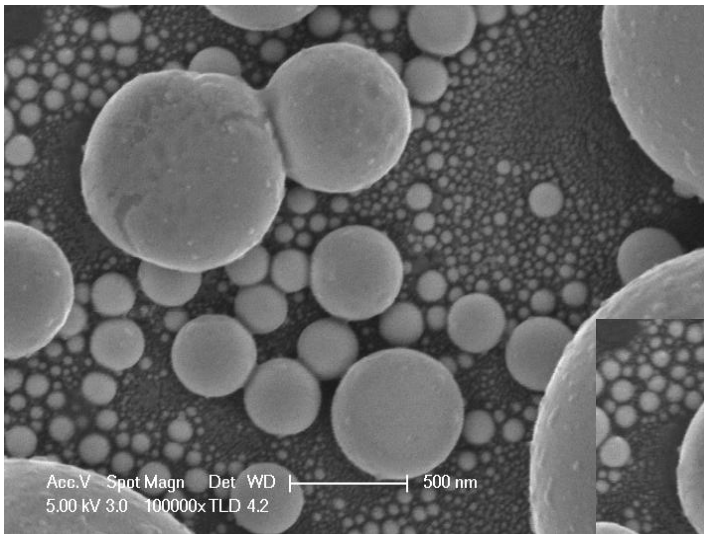
### \* causes d'une dérive :



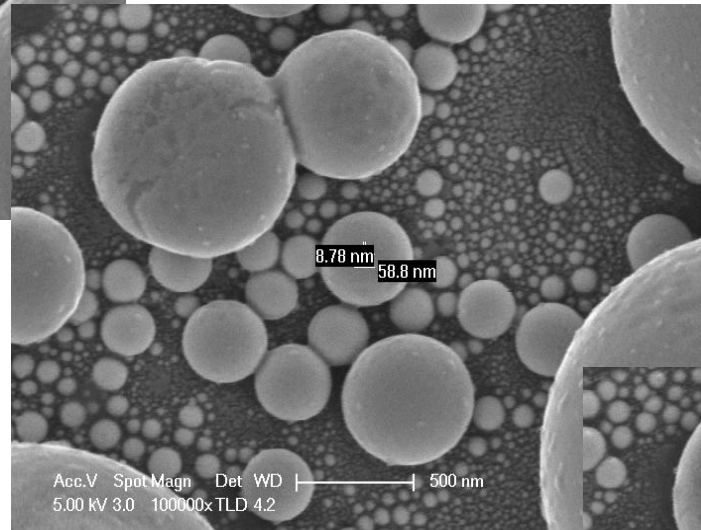
- environnement du  $\mu$ scope (variation  $t^\circ$  eau de refroidissement, climatisation de la salle...)
- défaut de mise à la masse de la platine
- instabilité des composants électroniques
- champs électromagnétiques extérieurs
- échantillon non conducteur ou pas à la masse
- perturbations mécaniques extérieures

## test de dérive

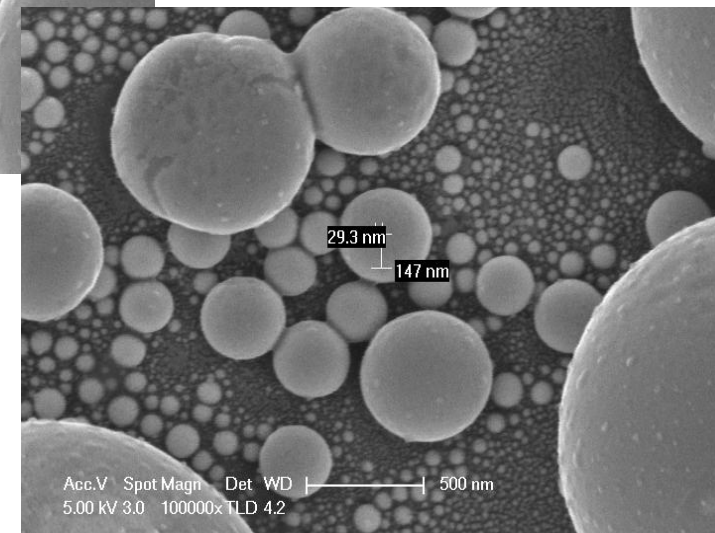
(mesure à faire en X et en Y)



à  $t = 0$



à  $t = 5$  min



à  $t = 15$  min

exemple de spécifications constructeurs :

**10 nm/min (dérive courte)**

**2 nm/min sur 8h (dérive longue)**

**acceptable jusqu'à 250 nm en 15 minutes**

# Contrôle et maintenance du MEB

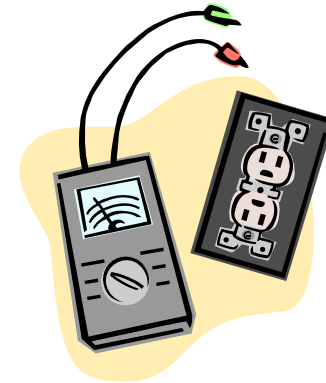
## 10 - Courant de sonde

### \* pourquoi ?

- en image : variation du signal lors de l'acquisition de l'image  
lignes horizontales  
chgt contraste/brillance entre début et fin de l'image
- en EDS : courant stable pour la quantification avec témoins

### \* procédé :

- mesure indirecte : suivi intensité raie  $\text{CuK}\alpha$  (EDS)
- mesure directe : cage de Faraday + pico-ampèremètre



# **CONTRÔLE ET MAINTENANCE**

## **DU SYSTÈME EDS**

# Contrôle et maintenance du système EDS

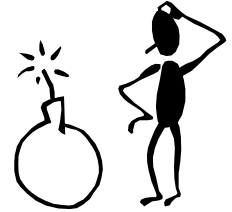
- 1 - Isolation électrique
- 2 - Chaîne de comptage
- 3 - Pollution de la fenêtre
- 4 - Présence de glace
- 5 - Résolution
- 6 - Forme des pics
- 7 - Consommation en azote liquide
- 8 - Température du détecteur
- 9 - Calibration en énergie



# Contrôle et maintenance du système EDS

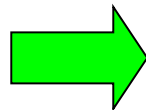
## 1 - Isolation électrique du détecteur

- \* symptômes :
- déformation des pics
  - perte importante de résolution
  - augmentation du bruit électronique sur le spectre



- \* vérification : parfaite isolation électrique entre détecteur et colonne du MEB

- \* procédé :
- arrêt de l'électronique
  - débrancher physiquement le détecteur
  - faire une mesure de l'impédance entre la masse du détecteur et la masse du MEB



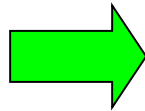
**impédance > 20 MΩ**

# Contrôle et maintenance du système EDS

## 2 - Chaîne de comptage

\* but : faire apparaître tous les défauts de la chaîne de comptage

\* procédé :  
- constante de temps la plus grande  
- augmenter le courant pour  $DT > 70\%$



**déformations du spectre**

→ mauvaise séparation des raies (vitesse de réponse)

→ élargissement pic zéro (bruit électronique)

→ pic somme (rejet d'empilement)

→ traînée basse énergie (défaut de collection de charge )

**réglages à ajuster avec les fournisseurs**

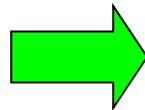
# Contrôle et maintenance du système EDS

## 3 - Pollution de la fenêtre

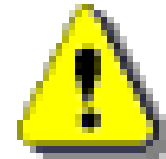
\* procédé : calcul de l'efficacité du détecteur

- échantillon plan, poli et propre de cuivre (ou Ni ou Ti)
- suivi de l'évolution du rapport raie  $L_{\alpha}$  / raie  $K_{\alpha}$  à 15 kV
- à l'installation de l'appareil + après chaque intervention + très régulièrement

\* signal d'alerte :

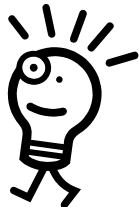


**diminution du rapport L/K**



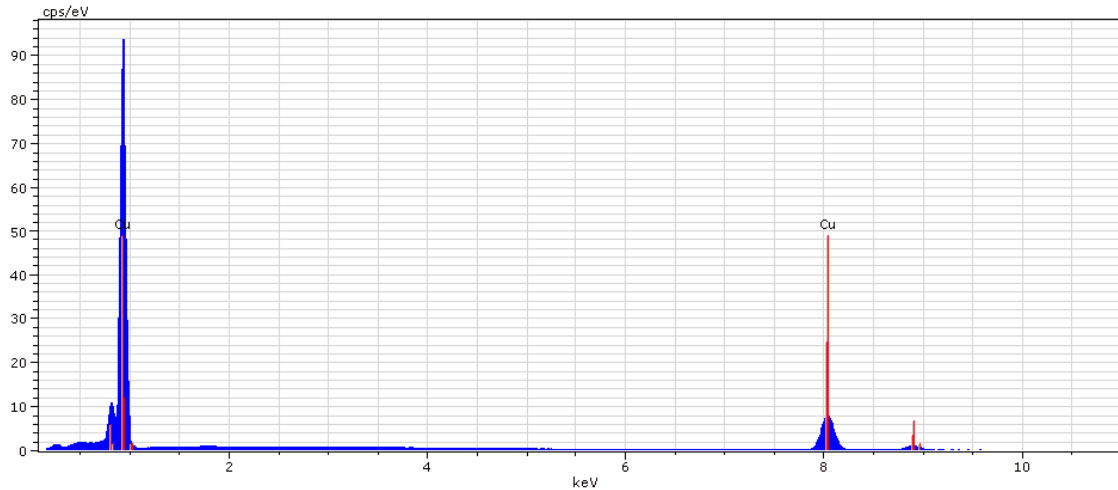
**contamination de la fenêtre** (absorption des rayonnements de faible énergie)

\* remède : nettoyage avec éthanol ou isopropanol (fenêtre polymère)



## fenêtre non polluée

- après maintenance sur le détecteur

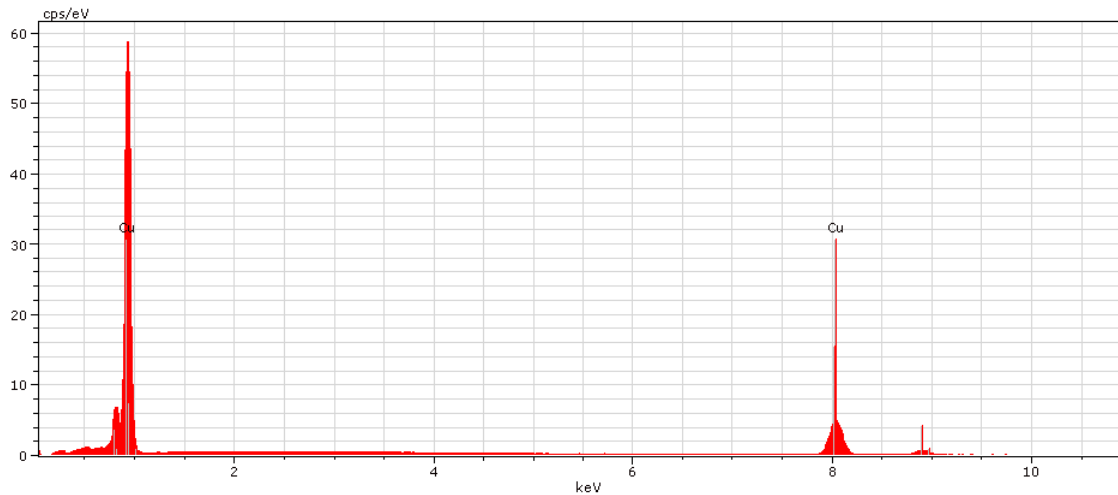


raie K = 148 025

raie L = 734 514

**L/K = 4,96**

- après 6 mois d'utilisation



raie K = 90 024

raie L = 447 872

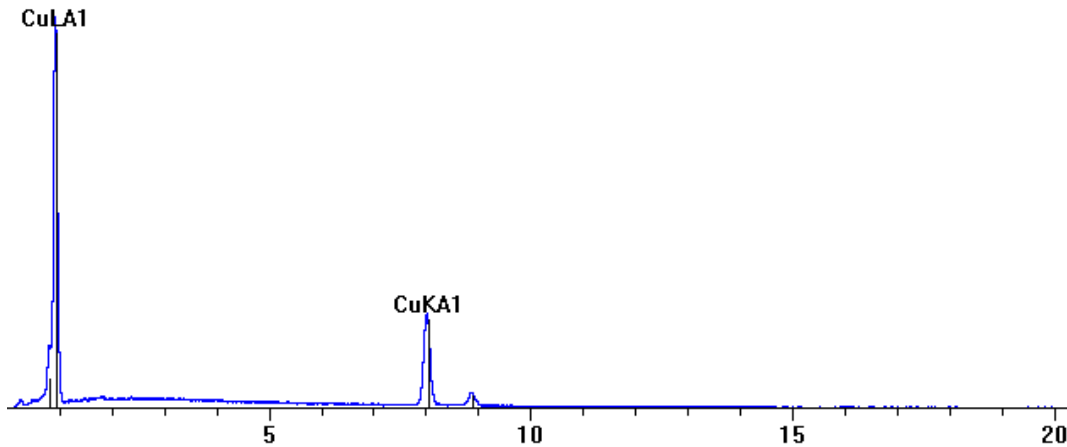
**L/K = 4,97**

## fenêtre polluée

- après maintenance sur le détecteur

■ \_S001.pgt

FS: 8000



raie K = 358,1

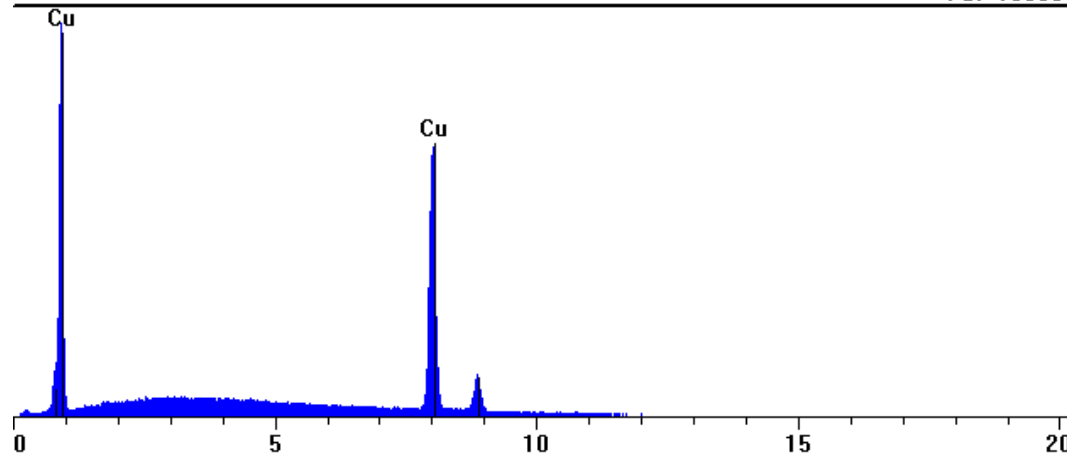
raie L = 911,1

**L/K = 2,54**

- après 7 mois d'utilisation

■ Cu\_300409\_diaphragme1-.pgt

FS: 10000



raie K = 683,8

raie L = 589,2

**L/K = 0,86**

# Contrôle et maintenance du système EDS

## 4 - Présence de glace

\* dans quelle partie du détecteur ?

- **dans le cryostat : pas très grave**

glace = isolant thermique qui augmente le gradient de  $t^{\circ}$  entre l'azote et le détecteur  
moins bon refroidissement du détecteur  
augmentation du bruit électronique

- **sur le cristal : plus grave**

la fenêtre peut être poreuse  
présence d'eau dans la chambre qui vient geler sur le cristal  
absorption des raies de faible énergie due à l'oxygène de la glace

\* problèmes engendrés :

- **perte de résolution**  
- **perte d'efficacité**

\* remèdes :

- réchauffage du détecteur
- repompage du détecteur (canne et parois du cryostat)



\* mise en évidence de glace sur le cristal :

- échantillon de Cr poli
- HT de 15 kV
- mesure du rapport  $L_\alpha / L_1$

O(K $\alpha$ ) = 543 eV

Cr(L $\alpha$ ) = 572 eV

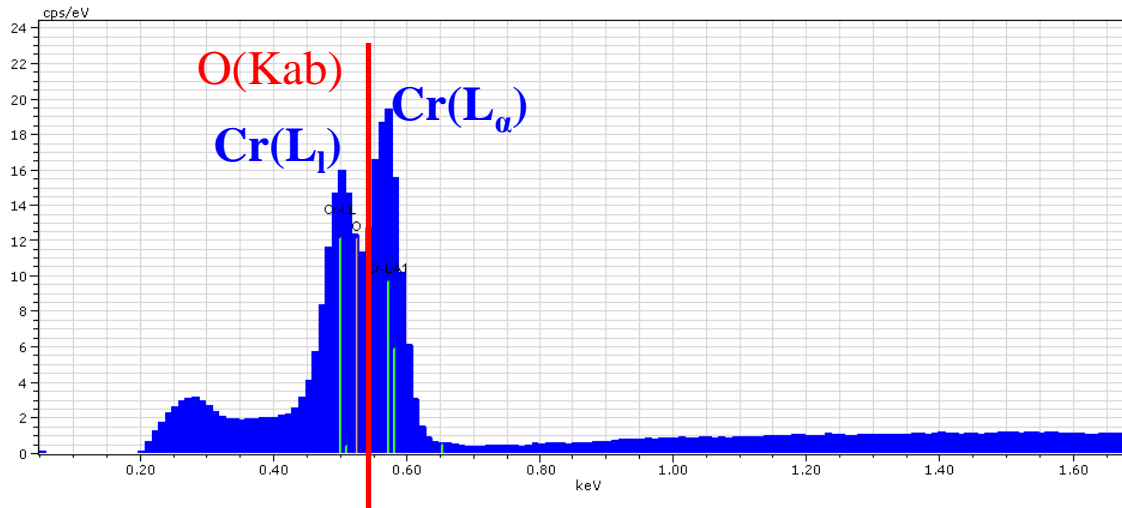
Cr(L $_1$ ) = 500 eV

en présence de glace :

raie L $\alpha$  très absorbée

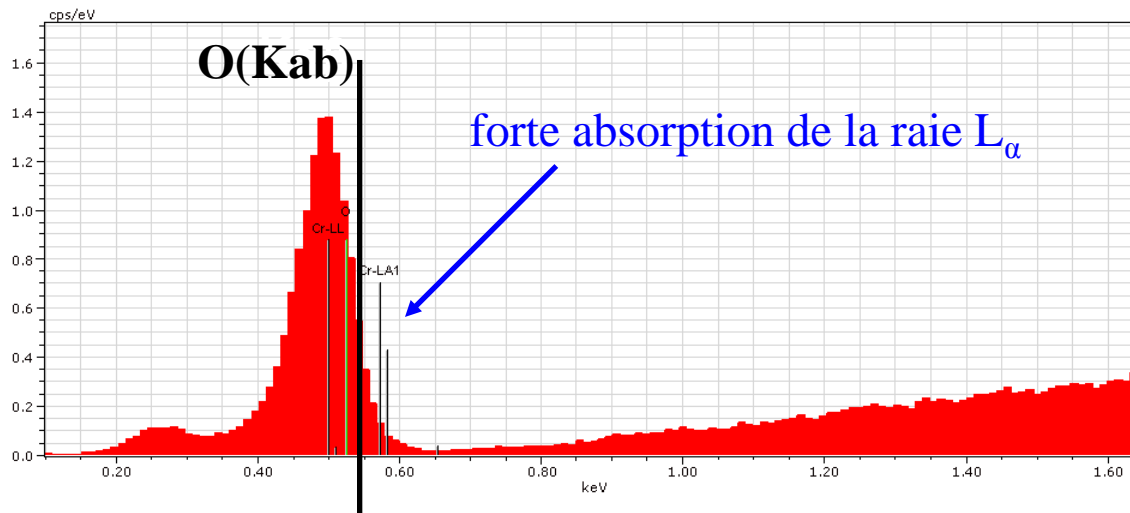
raie L $_1$  pas affectée

\* échantillon sans glace sur le détecteur :



$$L_\alpha / L_1 > 1$$

\* échantillon avec glace sur le détecteur :



$$L_{\alpha} / L_1 < 1$$

Estimation de l'absorption en fonction de l'épaisseur de glace (simulation par le logiciel X-Film)

Épaisseur de glace	100 nm	500 nm	1 $\mu\text{m}$	2 $\mu\text{m}$
$L_{\alpha} / L_1$	85%	50%	26%	6%

doc. D. Galy de Synergie 4

# Contrôle et maintenance du système EDS

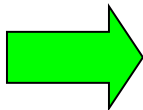
## 5 - Résolution

\* origines d'une détérioration de résolution :

- détérioration du vide dans le détecteur
- dégradation du composant (chocs thermiques, polarisation à chaud du détecteur...)
- présence de glace sur le cristal
- régulation de la température du détecteur
- pb de tension polarisation du détecteur
- interférences (pb de masse, contact entre nez du détecteur et masse du MEB)
- déplacement du pic zéro vers les basses énergies (jusqu'au C)

\* rappel :

**résolution = largeur à mi-hauteur**



valeur à vérifier

\* procédé :

**Cf. norme ISO 15632 (2002)** « Spécifications instrumentales pour spectromètres à sélection d'énergie avec détecteurs semi-conducteurs »

- sur la raie  $K_{\alpha}$  du **Mn** : constante de temps la plus grande

15 keV et 10 eV/canal

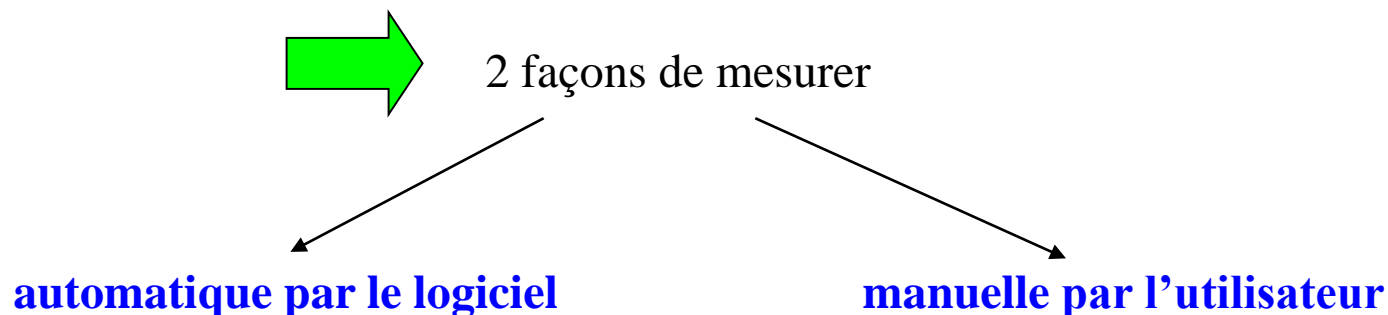
1 000 coups/sec sur le spectre

10 000 coups sur le pic de Mn

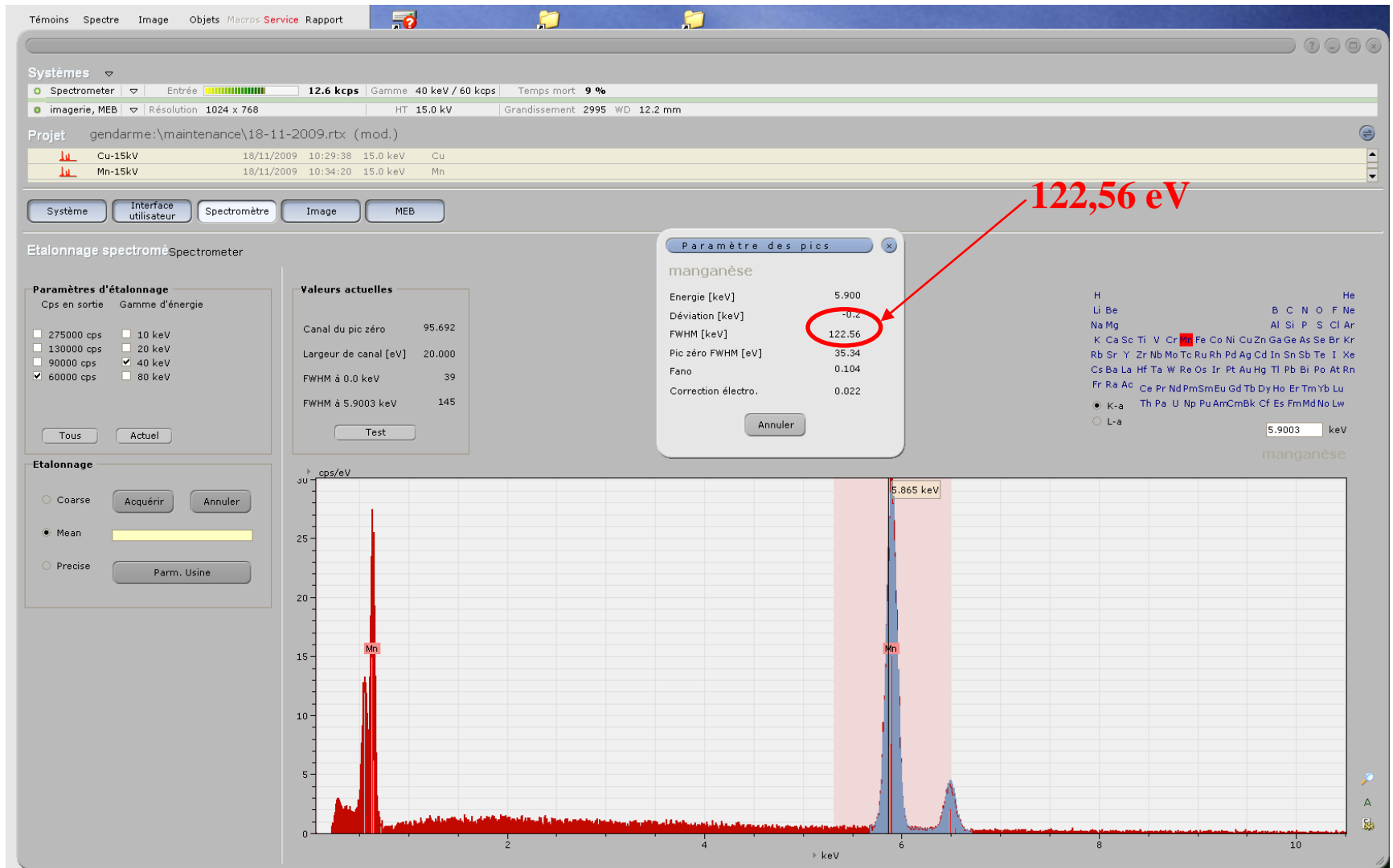
- cas des fenêtres pour rayonnements de faible énergie :

à 10 keV

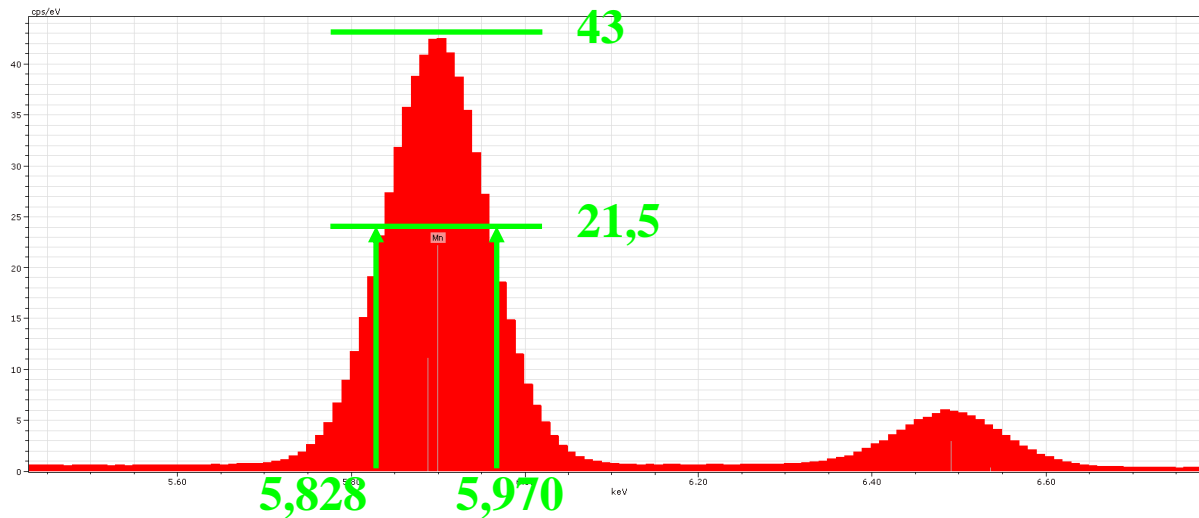
mesure sur **C** ou sur **F** (PTFE métallisé)



# automatique par le logiciel



# mesure par l'utilisateur



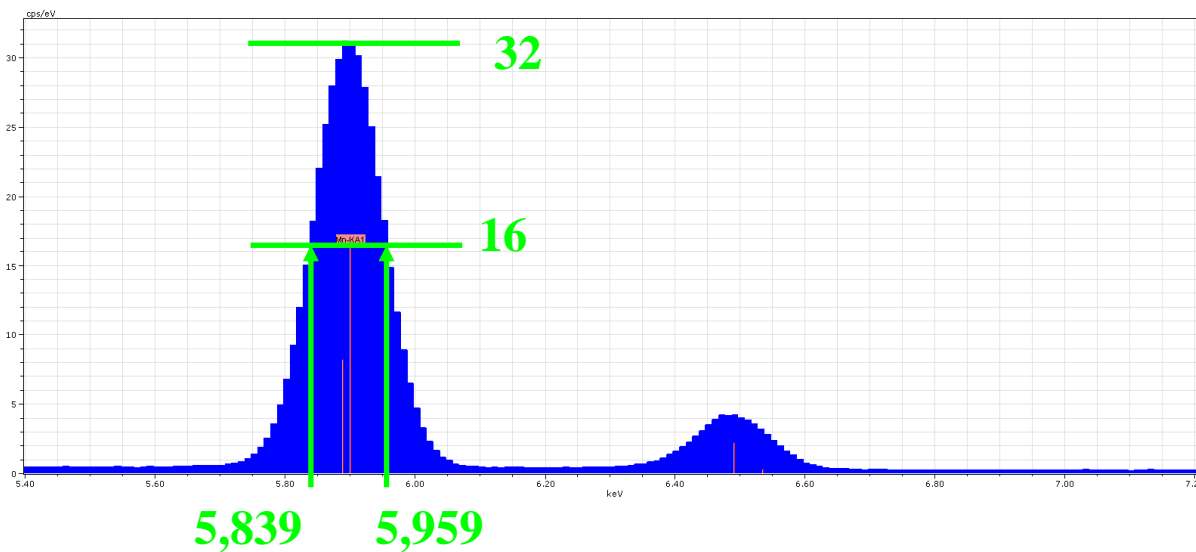
hauteur = 43

mi-hauteur = 21,5

keV gauche = 5,828

keV droite = 5,970

**res = 142 eV**



hauteur = 32

mi-hauteur = 16

keV gauche = 5,839

keV droite = 5,959

**res = 120 eV**

# Contrôle et maintenance du système EDS

## 6 - Forme des pics

raie caractéristique = pic gaussien (caractère statistique de l'ionisation)

\* relation importante :

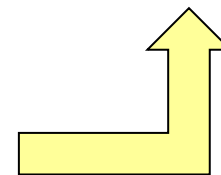
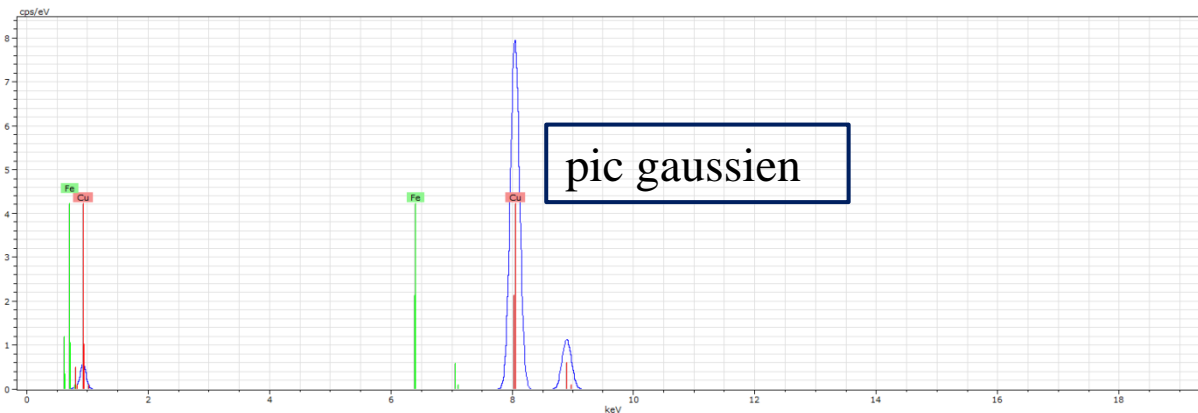
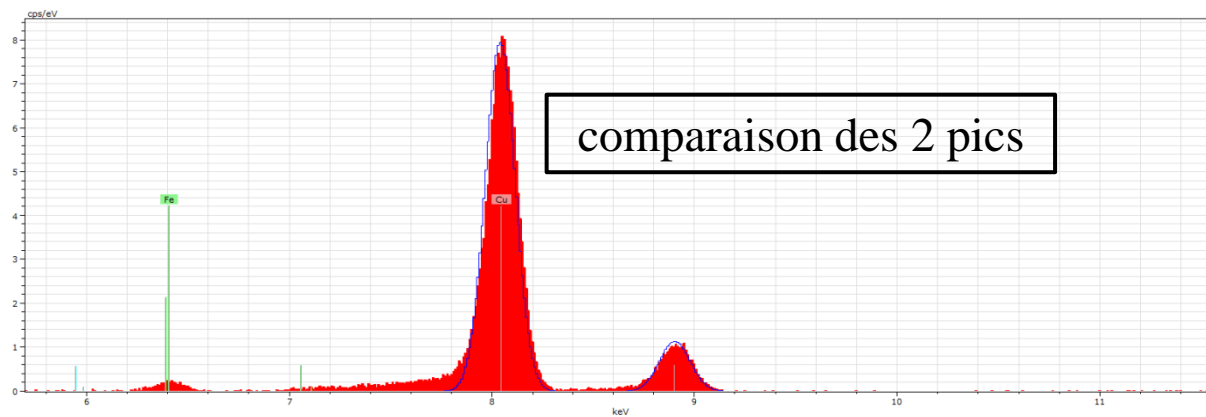
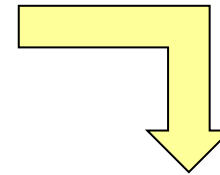
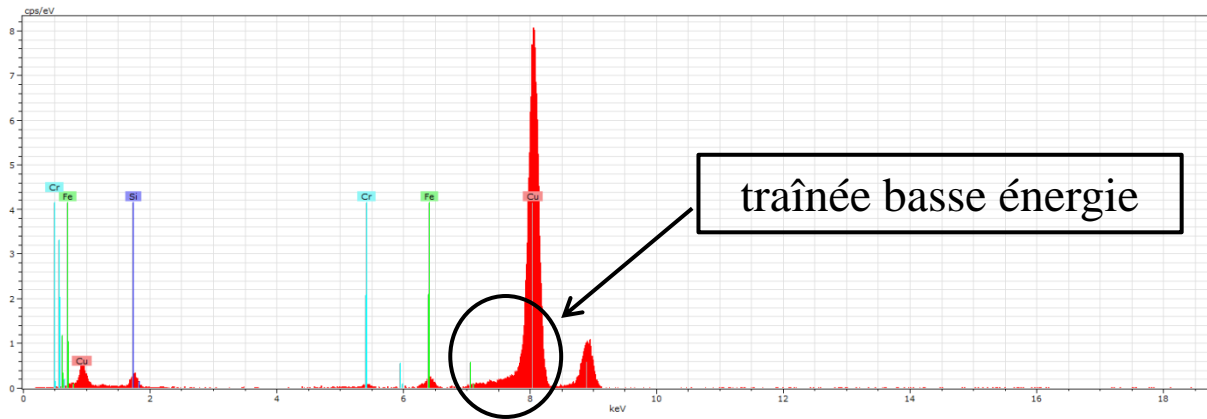
$$\Delta E_{1/10} = 1,855 \Delta E_{1/2}$$

dixième de la hauteur du pic

largeur à mi-hauteur du pic

sur la raie  $K_{\alpha}$  du **Mn** : constante de temps la plus grande  
15 keV et 5 ev/canal  
1 000 coups/sec sur le spectre

\* déformation des pics côté basse énergie = mauvaise collection des charges  
(recombinaison couche morte ; l'absorption du photon se fait en surface du détecteur)



doc. D. Galy de Synergie 4

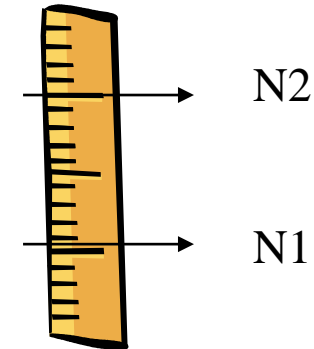
# Contrôle et maintenance du système EDS

## 7 - Consommation en azote liquide (détecteur Si(Li))

\* consommation classique : environ 1 litre/jour (max : 1,5 litre/jour)

\* origines du problème :

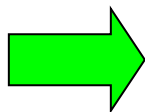
- détérioration du vide dans le cryostat
- saturation des zéolites



\* solution : repompage du détecteur après réchauffage

\* procédé :

- jour 1 heure h : mesure avec une règle du niveau d'azote → N1
- jour n heure h : même chose → N2



$$(N2-N1)/n = \text{consommation sur 1 jour (4 cm = 1 l)}$$

# Contrôle et maintenance du système EDS

## 8 - Température du détecteur

à vérifier en cas d'augmentation du bruit électronique, d'une perte de résolution...

The screenshot displays the 'Configuration système Spectromètre' dialog box. The 'Température détecteur' field is set to  $-20.0\text{ °C}$ . Other settings include 'Max. coups en sortie' (60 kcps), 'Energie Max' (40 keV), and 'Mode' (Utilisation normale). The background shows a spectral plot with 'cps/eV' on the y-axis and 'keV' on the x-axis.

**- 20° C (exemple d'un détecteur SDD)**

# Contrôle et maintenance du système EDS

## 9 - Calibration en énergie

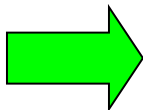
### \* pourquoi c'est important ?

- très important pour les identifications automatiques
- primordiale pour les analyses quantitatives

### \* sources de variation :

- très dépendant des détecteurs
- attention à la température de la pièce :

dérive thermique



éviter d'arrêter l'appareillage

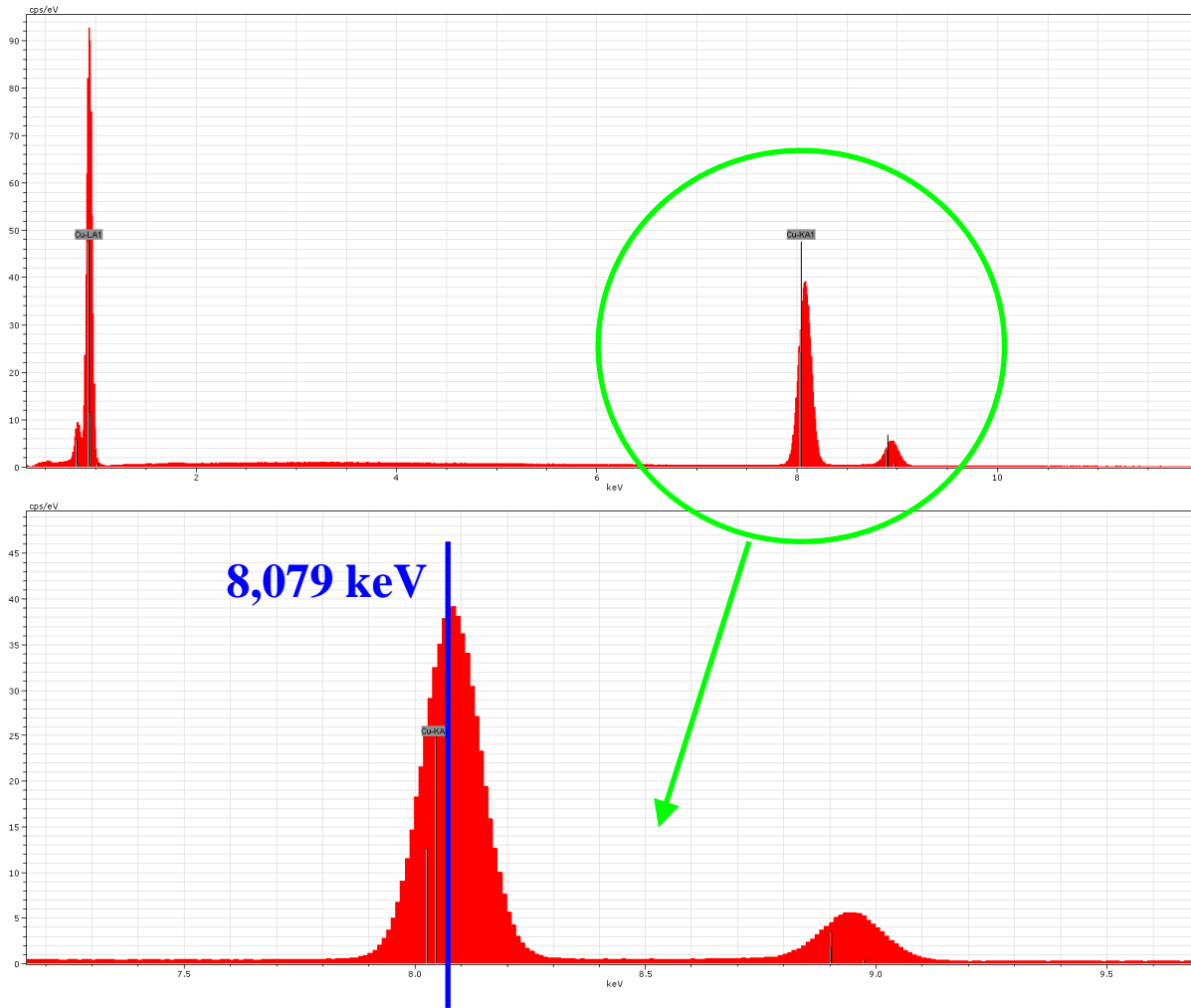
### \* procédé :

- à vérifier régulièrement pour toutes les constantes de temps
- plusieurs heures après remise sous tension
- utiliser 2 pics : basse énergie pour le **zéro** et haute énergie pour le **gain**

1) chaîne récente : pic zéro et raie  $K_{\alpha}$  du Cu à 8,046 keV

2) chaîne ancienne :  $CuK_{\alpha}$  et  $AlK_{\alpha}$  à 1,486 keV (par ex grille Cu sur plot Al)

## avant calibration



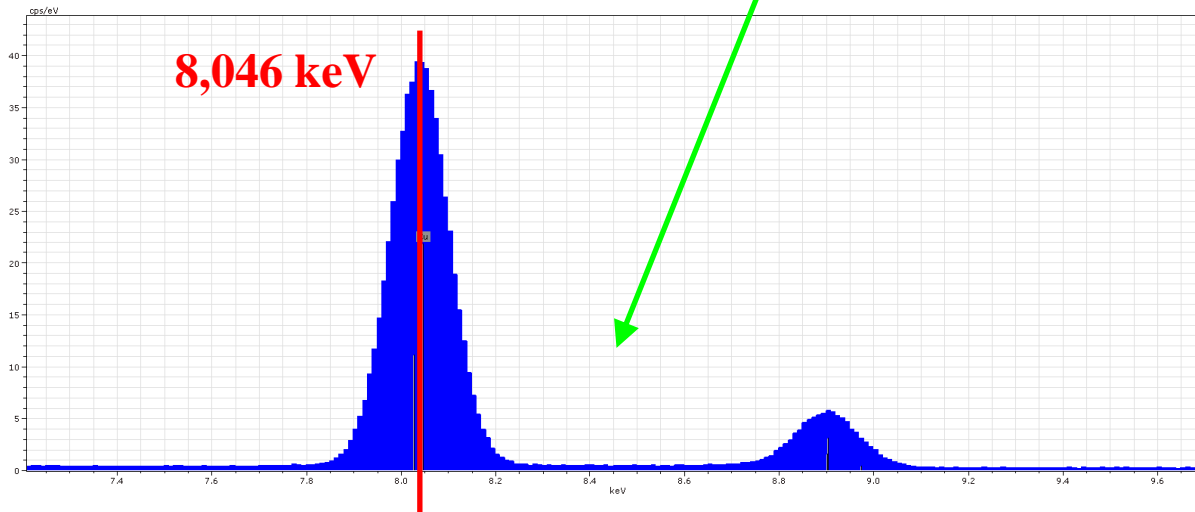
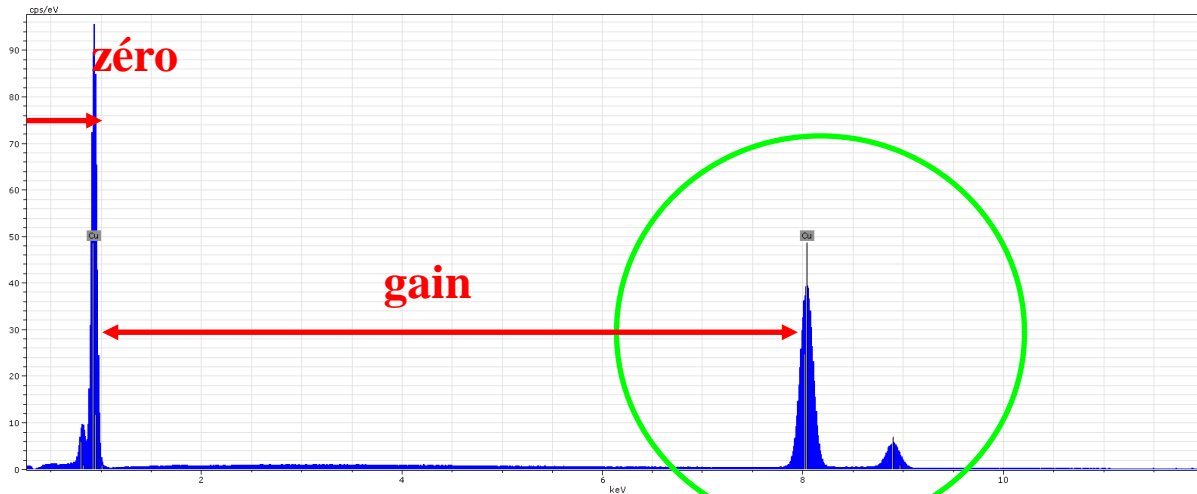
position théorique du pic : 8,046 keV

position réelle du pic : 8,079 keV

**décalage = 33 eV**

**calibration à faire!**

## après calibration



position théorique du pic : 8,046 keV

position réelle du pic : 8,046 keV

décalage = 0 eV

calibration ok

# CONCLUSION

- les techniques d'analyse par MEB et EDS sont **performantes** à condition que tout soit bien réglé et fonctionne correctement
- **contrôles réguliers indispensables** pour obtenir des résultats fiables et les interpréter de façon correcte
- nécessité de faire le point lors de la **réception** de l'appareillage
- **fréquence** de ces contrôles : à adapter à chaque cas (1 fois / mois ?)
- **enregistrements** des spectres et des images comme fichiers de référence

*Je vous remercie pour votre attention*



*Un merci reconnaissant à Daniel pour son aide précieuse*

*Une pensée par delà les nuages pour François*