



**Ecole d'été de microscopie électronique à balayage et de microanalyses
Cité scientifique de Lille, du 2 au 6 juillet 2012**

La microanalyse X dans un Microscope Electronique à Balayage sous environnement gazeux

Christian Mathieu, Lahcen Khouchaf

Univ-Lille Nord de France, Université d'Artois, SP 18 62307 Lens Cedex.
Univ-Lille Nord de France, Ecole des Mines de Douai, 941, rue Charles Bourseul BP.10838 59508
Douai- France.

christian.mathieu@univ-artois.fr, lahcen.khouchaf@mines-douai.fr

En microscopie électronique à balayage conventionnelle (CSEM), l'observation d'un échantillon suppose que ce dernier est conducteur. Dans le cas contraire une opération de métallisation s'impose. En revanche, cette préparation d'échantillon est par exemple inadéquate pour l'observation d'échantillon pulvérulent isolant, humide ou biologique. En effet, des phénomènes de charges apparaissent fréquemment rendant difficile une bonne observation.

L'apparition d'une nouvelle gamme de microscope électronique a permis d'éliminer ou de limiter les problèmes de charges en utilisant le gaz de l'enceinte d'analyse. Lors de l'observation d'échantillon isolant non métallisé, il y a accumulation de charges négatives à la surface de l'échantillon. Lors du passage du faisceau électronique, il y a création d'ions positifs qui proviennent de l'interaction faisceau électronique - gaz qui vont annihiler les charges négatives présentes en surface. Les électrons issus de l'interaction électron-matière sont ensuite collectés pour permettre l'observation de l'échantillon.

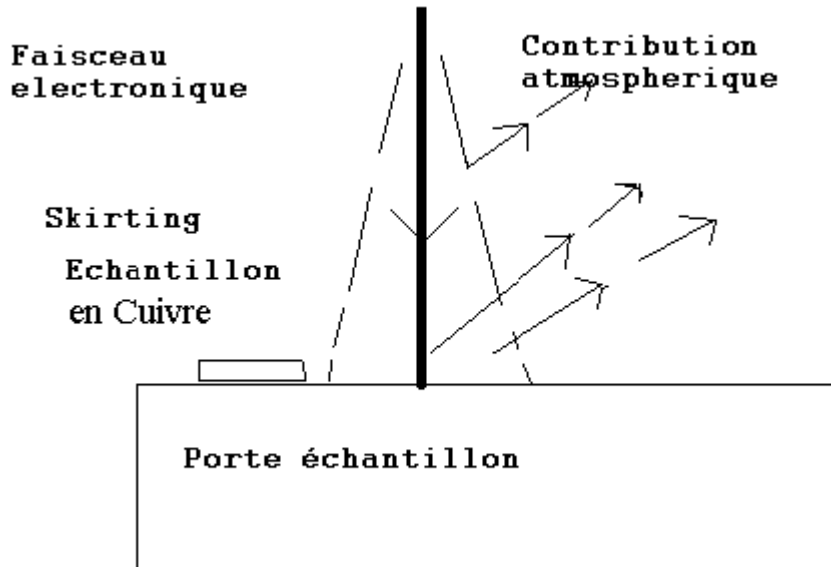
En revanche, l'introduction du gaz affecte la résolution en microanalyse X par l'apparition de signaux parasites issus de la contribution de zones autres que celle qu'on souhaite analyser.

Cette interaction électrons-gaz va se traduire principalement par trois effets qui sont :

- un élargissement du faisceau appelé « beam skirt » qui va induire une perte de résolution spatiale.
- une excitation du gaz qui va générer une émission d'électron et de photons X
- un effet d'absorption des photons émis lors de l'interaction électron gaz du à la présence du gaz.

L'objectif de ce TP est de mettre en évidence les différents effets induits par l'introduction du gaz dans la chambre du microscope en particulier :

1. Etude de la perte de résolution spatiale.
2. Etude de la contribution atmosphérique.
3. Discussion des effets
4. Proposition de solutions



1. Etude de la perte de résolution spatiale.

1.1 Etude de la perte de résolution en fonction de la pression

Un échantillon métallique est déposé sur le porte-échantillon. Vous utiliserez une tension d'accélération de 20 kV.

En se plaçant à 15 micromètres de l'interface dans l'échantillon métallique, enregistrer un spectre sous vide poussé (spectre de référence) puis en mode vide partiel, faites varier la pression entre 1 Pa et le haut de la gamme. Enregistrer les spectres sous différentes pressions en conservant les mêmes conditions d'excitation de faisceau. Conclusions.

1.2 Etude de la perte de résolution en fonction de la tension d'accélération

Sans modifier la position d'analyse, faites la même étude à 5 kV. Conclusion.

1.3 Estimation de l'élargissement

En vous déplaçant de l'interface métallique vers le porte échantillon, à 20 kV, en supposant un élargissement conique, estimer approximativement l'élargissement du faisceau. Faites la même étude à 5 kV.

1.4 Discussion des résultats

Discuter les résultats à l'aide du logiciel de simulation fourni.

Discuter les variations observées à l'aide de la relation suivante :

$$m = \sigma \cdot P \cdot L / k T$$

avec m le nombre moyen de collisions que subit un électron, ce nombre sans dimension est directement relié à la pression $P(\text{Pa})$, à la distance de travail $L(\text{m})$, à la température (K), à la section efficace d'interaction $\sigma(\text{m}^2)$ et à la constante de Boltzmann ($\text{J} \cdot \text{K}^{-1}$).



2. Etude de la contribution atmosphérique.

A l'aide de l'échantillon fourni, faites un spectre à 1 Pa et un autre à 266 Pa sans changer les conditions d'excitation du faisceau.

Etudier la variation du pic oxygène. Conclusion.

Commenter l'évolution du nombre total de coups dans les spectres entre ces deux pressions

3. Discussion

Classer les effets perturbateurs par ordre d'importance.

Proposer des solutions pratiques pour limiter ces effets.