



GROUPEMENT NATIONAL DE
MICROSCOPIE ELECTRONIQUE A BALAYAGE
ET DE MICROANALYSES

En convention de coopération avec la Société Française de Physique



Université Lille Nord de France
Pôle de Recherche
et d'Enseignement Supérieur

Ecole d'été de microscopie électronique à balayage et de microanalyses Cité scientifique de Lille 1, du 2 au 6 juillet 2012

TD au choix - Microfluorescence X en MEB

Coordinateurs : Mathias Procop

INTRODUCTION

La plupart des microscopes électroniques à balayage (MEB) sont équipés aujourd'hui de spectromètres à dispersion d'énergie.

Ces systèmes combinés permettent d'obtenir des informations relatives à la morphologie des surfaces par l'acquisition d'images, ainsi que les compositions chimiques des échantillons. Cette technique d'analyse des rayons X réémis par l'échantillon suite à son interaction avec le faisceau d'électrons est appelée EDS (Energy Dispersive Spectroscopy).

On sait aujourd'hui que la sensibilité de détection d'un EDS est limitée et ceci, en particulier, à cause du bruit de fond (Bremsstrahlung) émis dans le spectre.

Les seuls pics caractéristiques qui pourront être détectés devront avoir une hauteur distincte du fond.

Pour augmenter ce seuil de détection, l'excitation de l'échantillon peut se faire à partir d'une source à rayons X de forte énergie.

Cette méthode appelée X-Rays Fluorescence (XRF) permet un meilleur seuil de détection grâce à un bruit de fond beaucoup plus faible que dans le cas d'une source d'électrons.

A partir de ce constat des recherches ont été effectuées pour essayer de combiner ces deux techniques EDS et XRF rattachées à un MEB.

Des récents développements concernant les tubes X et surtout les optiques polycapillaires rendent aujourd'hui l'ensemble XRF et MEB/EDS très attractif.

Un tube X microfocal (Rh ou Mo) d'une puissance de 30 à 50W est installé sur le MEB. Le spot émis en sortie de tube d'environ 50µm est collecté et concentré vers la surface de l'échantillon via l'optique.

Les X réémis par l'échantillon sont collectés par le détecteur EDS (SDD ou SiLi). Les spectres pourront être analysés qualitativement dans le logiciel EDS en LIVE et quantitativement en OFF LINE via le logiciel XRF adapté.

La limite de détection obtenue à partir de cette combinaison MEB / (EDS et XRF) est de l'ordre de quelques dizaines de ppm à partir des éléments de Z 18.

A cours du TD nous présenterons ce système combiné.

DESCRIPTION

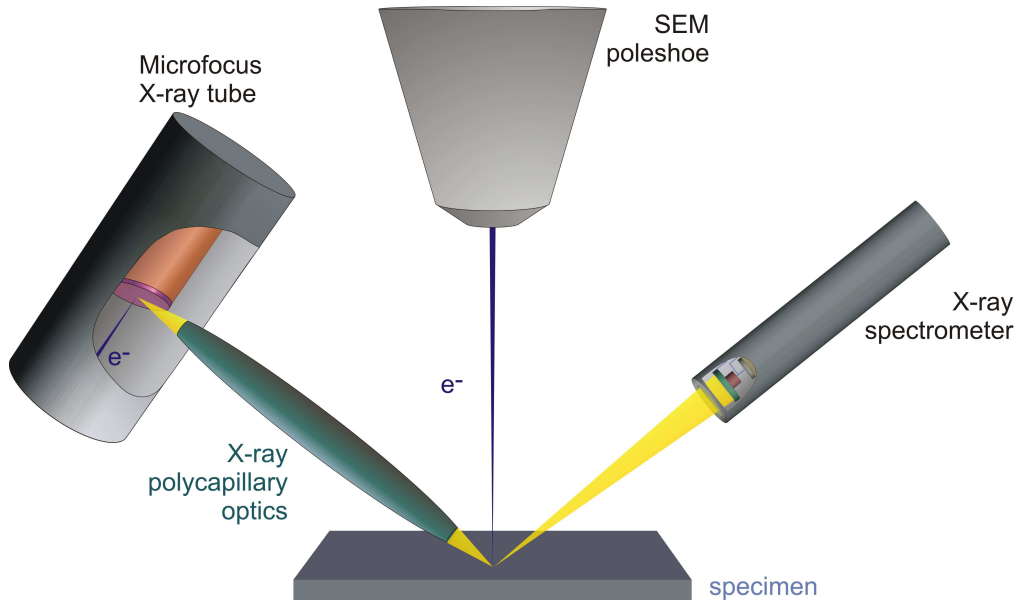


Figure 1 : Schéma de principe du montage.

L'optique par polycapillaires est constituée de milliers de tubes en verre. Leur diamètre est de quelques micromètres (voir figure 2).

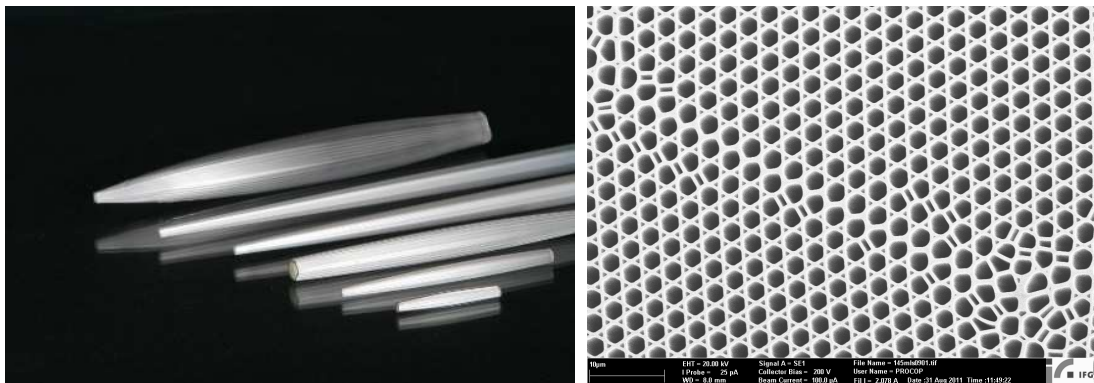


Figure 2 : exemples de polycapillaires avec une image MEB en coupe

Les rayons X qui sont émis par le tube Microfocus passent à l'intérieur de tous ces micros tubes par réflexion pour atteindre l'échantillon.

La longueur de l'optique peut atteindre jusqu'à 40 cm dans le cas de MEB à grande chambre.

Le tube X Microfocus peut être installé sur tous types de MEB sur un port EDS ou WDS disponible.



Figure 3 : ensemble Tube X + électronique de contrôle

Pour aligner l'optique, on utilise une simple feuille de papier isolante. Ce réglage est fait à l'installation. Le tube X étant alimenté, l'effet de charge produit une tache sombre sur la feuille au point de focalisation. Il suffit alors d'ajuster l'ensemble (Tube + Optique) pour centrer cette tache sur l'image en respectant les conditions de distance de travail (WD) du système d'analyse EDS.

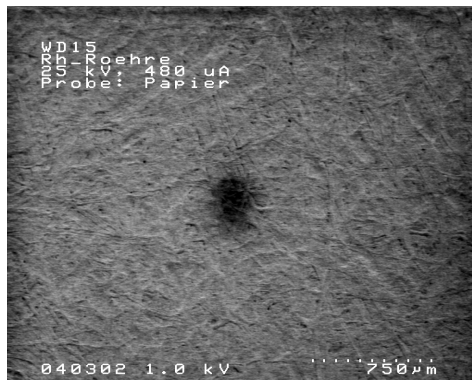


Figure 4 : image d'alignement de l'optique. Le point de focalisation est au centre

A faible tension ≤ 5 kV et courant de sonde ≤ 10 pA, l'échantillon pourra être observé via l'image MEB pendant l'acquisition de spectres XRF pour déterminer les zones à analyser.

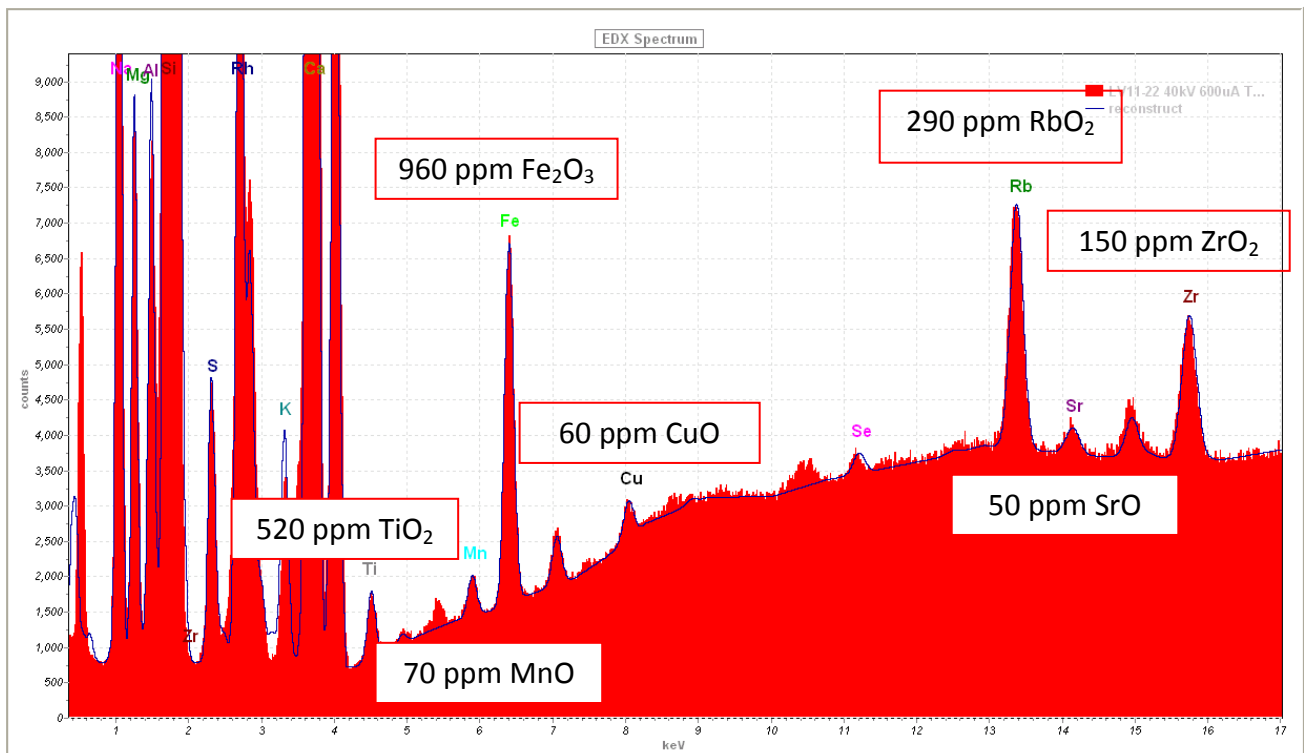
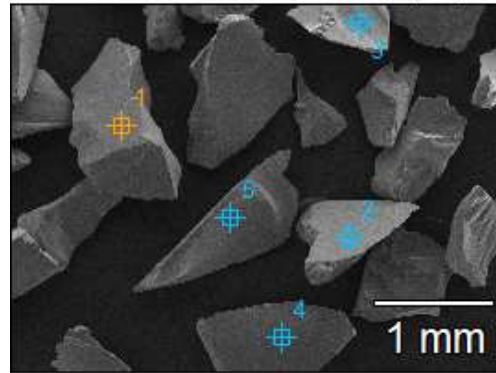
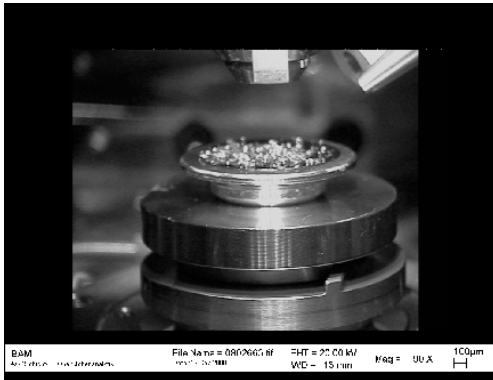
Les taux de comptage XRF sont comparables à ceux obtenus avec le faisceau d'électrons.

EXEMPLES D'APPLICATIONS

- Recherche de traces. Gain jusqu'à 50 comparé à l'EDS
- Analyses combinées EDS / μ XRF
- Recherche de défauts

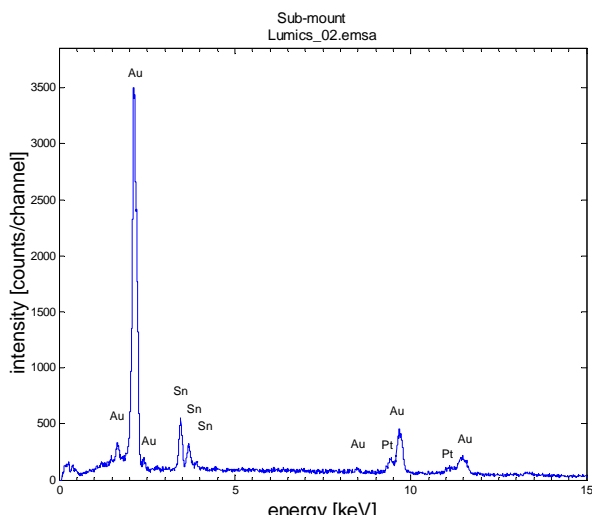
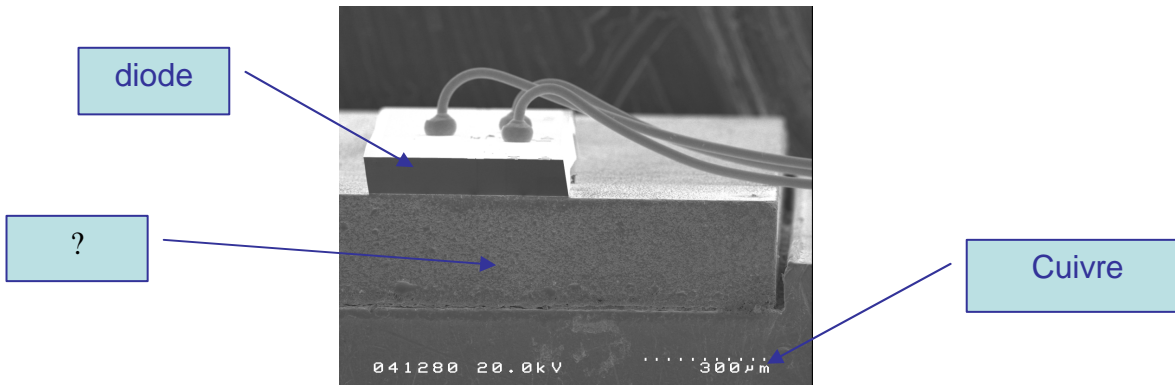
Métaux – Verres – Céramiques – Bois – Applications médicales –
Matériaux complexes – Plastiques – Matériaux multicouches – Poudres

(a) Recherche de traces dans des éclats de verre



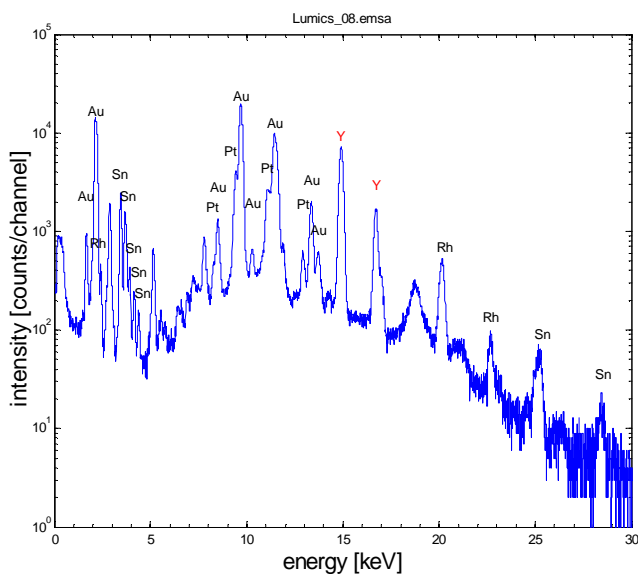
(b) Recherche de défaut sur une diode laser

Question : connaitre la composition du support qui maintient la diode



Element	wt. %
Au-L	66.72
Pt-L	16.78
Sn-L	16.50
Total	100.00

L'analyse EDS montre que le support est recouvert d'une soudure.



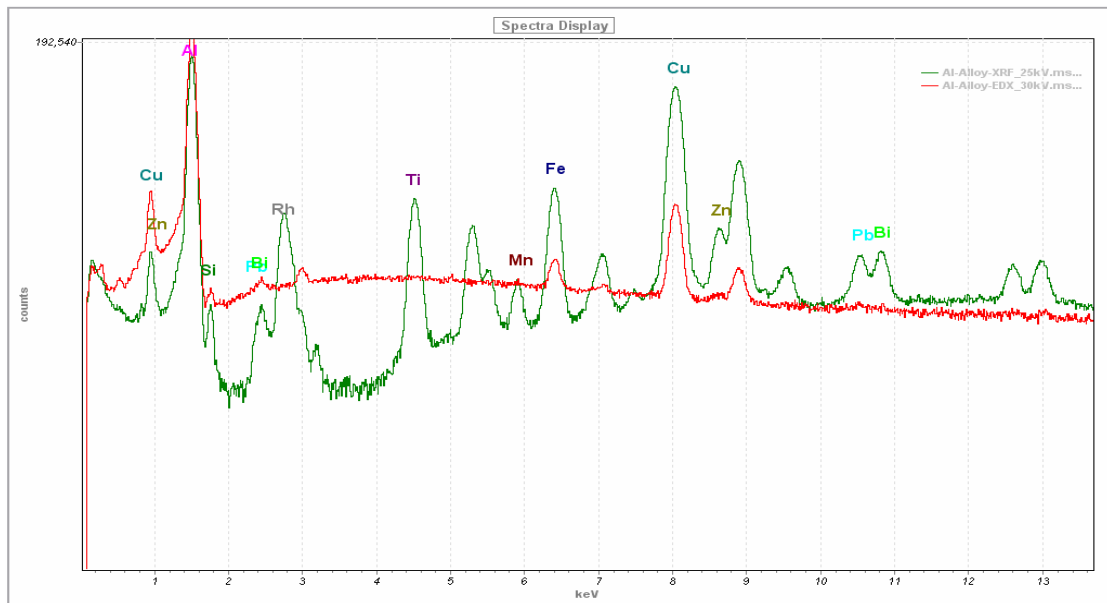
L'analyse XRF montre la présence d'un pic d'Yttrium mais surtout l'absence d'un pic de Zirconium

Conclusion : L'absence de Zr veut dire que le support n'est pas un alliage YZr mais constitué d'une plaque YAG (soudage par faisceau laser) et d'une soudure AuPtSn.

(c) comparaison EDS / XRF

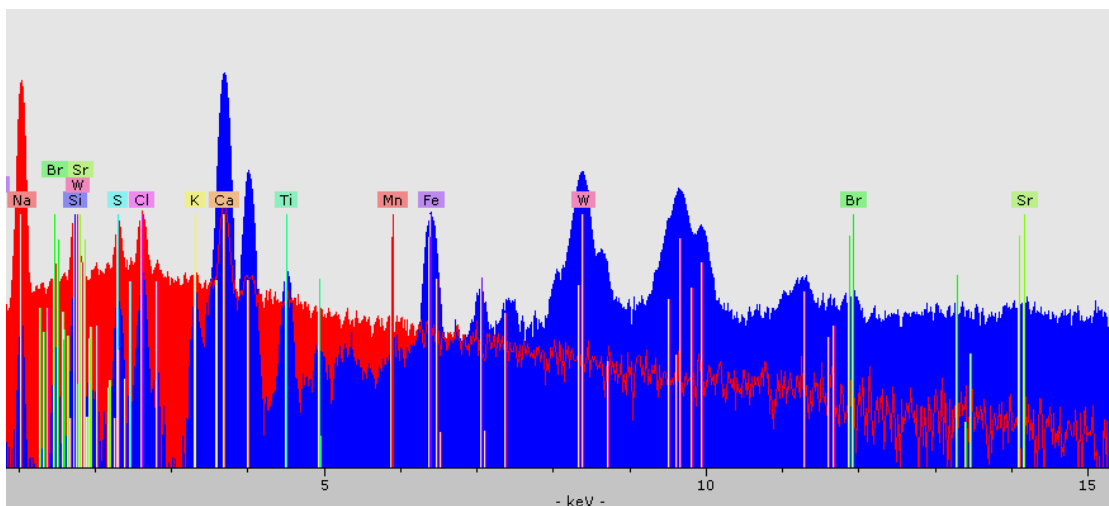
Analyse alliage Al.

Spectre EDS – 30KV
Spectre XRF – 25KV



Analyse sur papier

Spectre EDS – 20KV
Spectre XRF – 40KV



En guise de conclusion : COMPARAISON EDS / μ XRF

EDS

**Analyses avec une haute
résolution spatiale (micro-analyse)**



**Limite de détection autour 0.1 wt-%
à cause du bremsstrahlung**



μ -XRF

Résolution spatiale limitée (~50 μ m)



**Limite de détection inférieure à
100 ppm dépendante de l'effet Compton
(collision d'un photon et d'un électron),**

**De la diffusion Rayleigh et de la réponse du
détecteur EDS (tailing, shelf)**

