



ECOLE D'ÉTÉ GN-MEBA

Bordeaux 3-7 juillet 2017

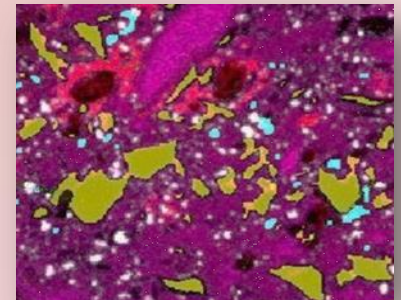
C20

Microscopie Electronique à
Balayage et Microanalyses

CONTRÔLE ET MAINTENANCE DU MEB ET DU SYSTÈME EDS

Christine GENDARME

***Institut Jean Lamour - Université de Lorraine
54 - Nancy***



Quelques définitions....

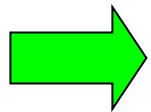
- le contrôle : c'est une action de vérification, d'inspection

↳ **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

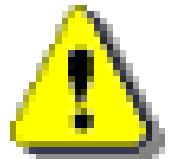


Si anomalie détectée : mener les actions nécessaires au rétablissement du bon fonctionnement

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 :

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



CONTRÔLE ET MAINTENANCE

DU MEB

Partie A - Contrôle et maintenance du MEB

- A1 - Entretien du système de vide
- A2 - Changement du filament
- A3 - Saturation du filament
- A4 - Propreté de la colonne
- A5 - Détecteurs d'électrons
- A6 - Résolution
- A7 - Grandissements
- A8 - Distorsions
- A9 - Stabilité de l'image
- A10 - Courant de sonde



A1 - Entretien du système de vide

- les pompes :



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

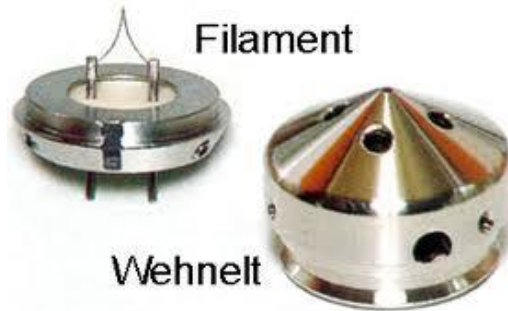
- propreté de la chambre :

entrée « d'air » avec de l'azote gazeux (pour éviter l'humidité dans la chambre)

- limiter les temps d'ouverture donc préparer les échantillons au préalable
- laisser le microscope en permanence sous vide

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

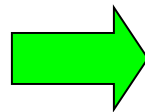
A2 - Changement du filament (MEB W)



- nettoyage du wehnelt et de l'anode avec pâte à polir + nettoyage aux ultrasons
- centrage mécanique du filament dans le trou du wehnelt (bon alignement du canon avec la colonne)
- réglage de la hauteur du filament par rapport à la surface du wehnelt
 - conditionne : la brillance du canon
 - la durée de vie du filament
- remontage dans le canon

ATTENTION

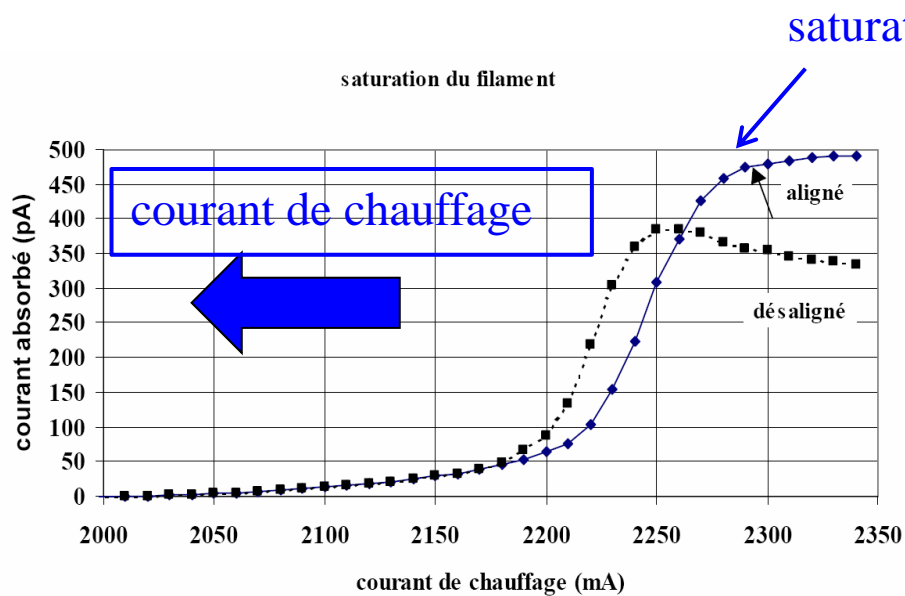
toujours porter des gants



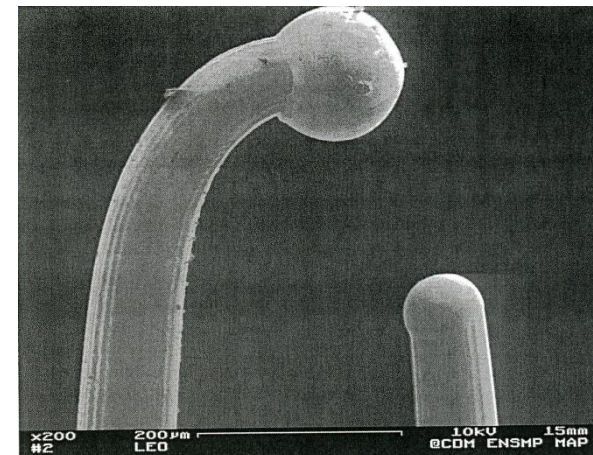
propreté des éléments
pas de poussière dans la colonne

A3 - Saturation du filament

- procédure :
 - chauffage doux du filament
 - recuit pendant 5 minutes (pour une meilleure stabilité)
 - 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



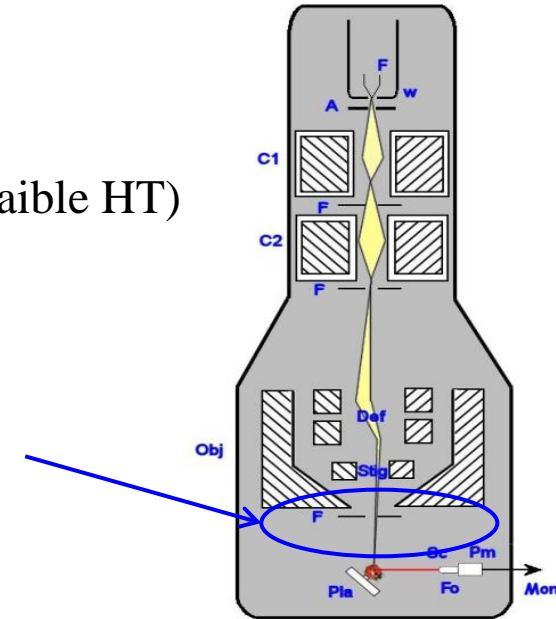
doc. TD MEB-Instrument Niveau 1



doc. F. Grillon

A4 - Propreté de la colonne

- colonne en général nettoyée par les constructeurs
- comment détecter un problème ?
problème de réglage de l'astigmatisme (surtout à G élevé et faible HT)
- que faire ?
 - vérifier l'alignement de la colonne (diaphragme)
 - nettoyer ou changer le diaphragme final
- comment préserver une colonne propre ?
 - limiter la pollution par les échantillons (propres et dégazés)
 - préférer une fixation mécanique à l'utilisation de résines
 - éviter les laques Ag ou C (sinon bien les laisser sécher)

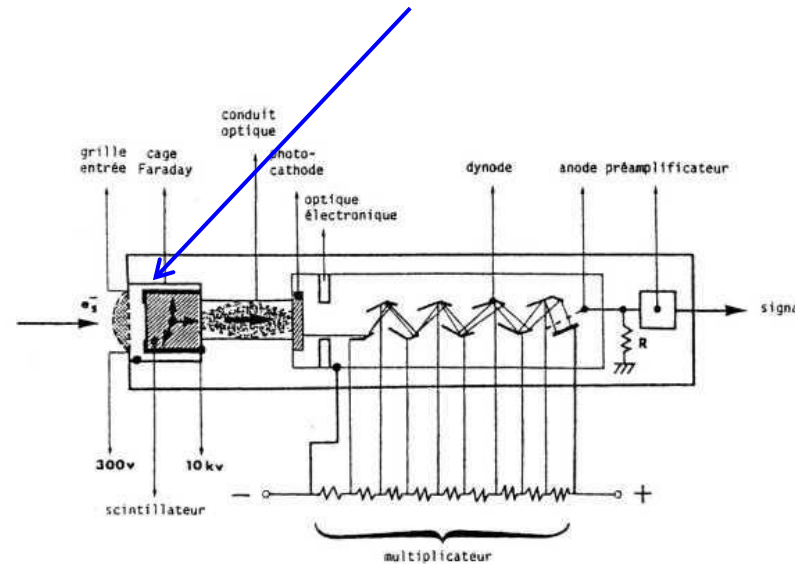


A5 - Détecteurs d'électrons

- problèmes possibles :

pour le BSE : traces de pollution (à cause de sa position dans la chambre)

pour le SE : vieillissement du scintillateur (placé juste après la grille d'entrée)



- 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** et si évolution appeler les

constructeurs

A6 - Résolution

- pourquoi ?

- critère le plus « accrocheur » lors de l'achat d'un MEB
- mais critère le plus difficile à vérifier
- « mesurée » par les constructeurs dans des conditions très strictes (HT, I, WD....)

- comment ?

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

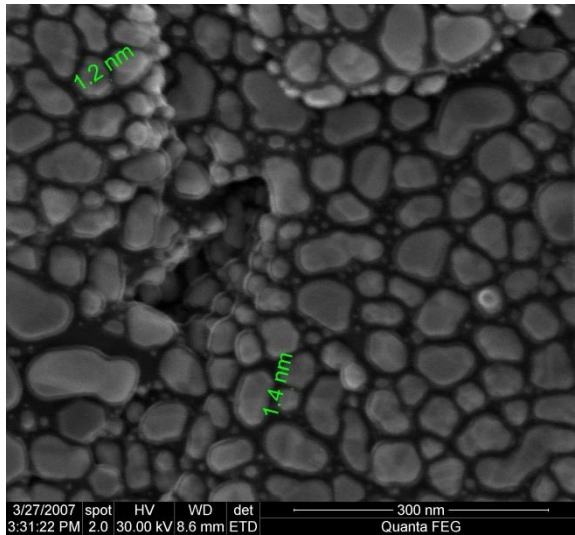


image SE : 1,2 nm à 30 kV

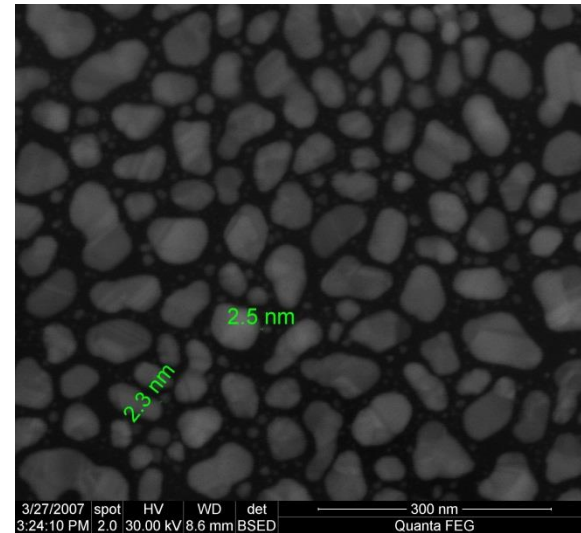


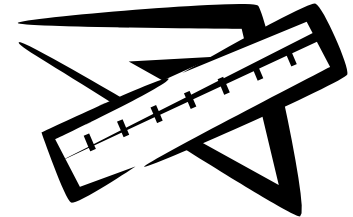
image BSE : 2,5 nm à 30 kV

- mesure de la densité optique sur un négatif photographique entre 2 détails brillants : méthode plus précise mais plus difficile à mettre en œuvre

A7 - Grandissements

Cf. norme ISO 16700 (2004 puis 2016) « lignes directrices pour l'étalonnage du grandissement d'images »

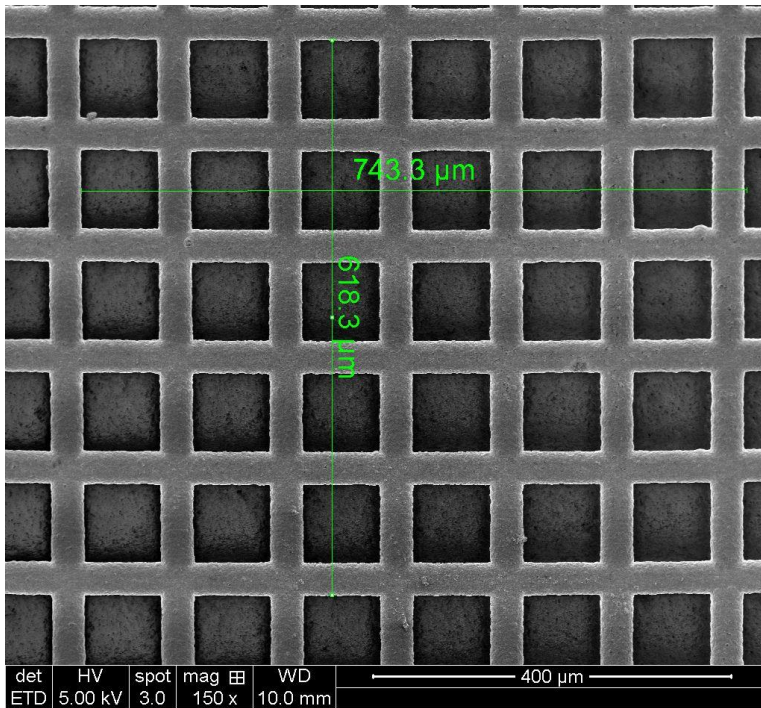
- échantillon utilisé : pour $G < 2000$: grille MET de 40 à 500 mesh (nbre mailles/cm)
pour $2\ 000 < G < 50\ 000$: réseau croisé
étalon certifié (démarche qualité)
- vérifications :
 - erreurs les plus importantes : à basse HT
à grande WD
à faible G
 - mesures à faire en X et en Y
 - calibration à vérifier pour chaque valeur de G et de HT, avec un échantillon à plat, sans rotation du faisceau, à la position eucentrique
 - à faire aussi sur le système EDS (profil en ligne, mosaïques...)



erreur admissible : ± 5 à 10 %



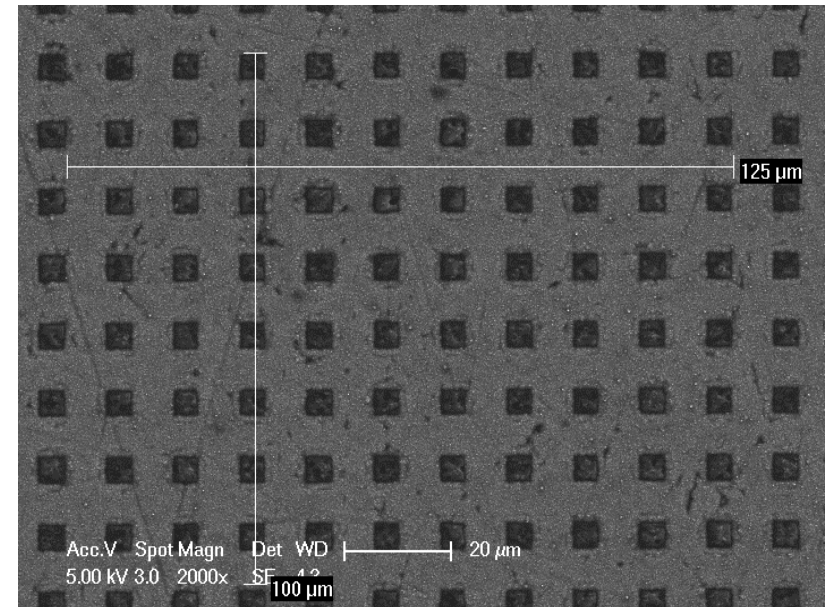
MEB \neq UN APPAREIL DE METROLOGIE



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

en X : $6 \times 123,7 = 742,2 \mu\text{m}$

en Y : $5 \times 123,7 = 618,5 \mu\text{m}$



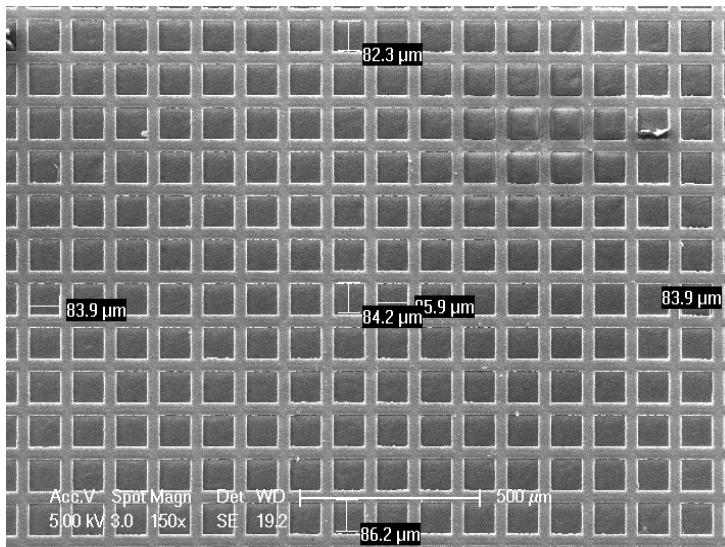
réseau croisé à $G = 3\ 500$
(pas de $12,5 \mu\text{m}$)

en X : $10 \times 12,5 = 125 \mu\text{m}$

en Y : $8 \times 12,5 = 100 \mu\text{m}$

A8 - Distorsions

- les carrés situés au bord de l'image doivent avoir les mêmes dimensions que le carré du 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

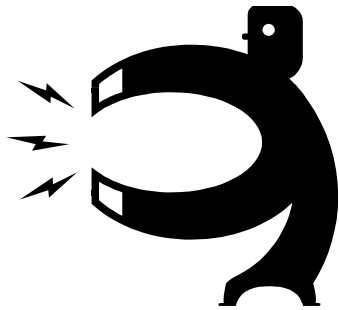
c : mesure au centre



la distorsion doit rester < à 3%

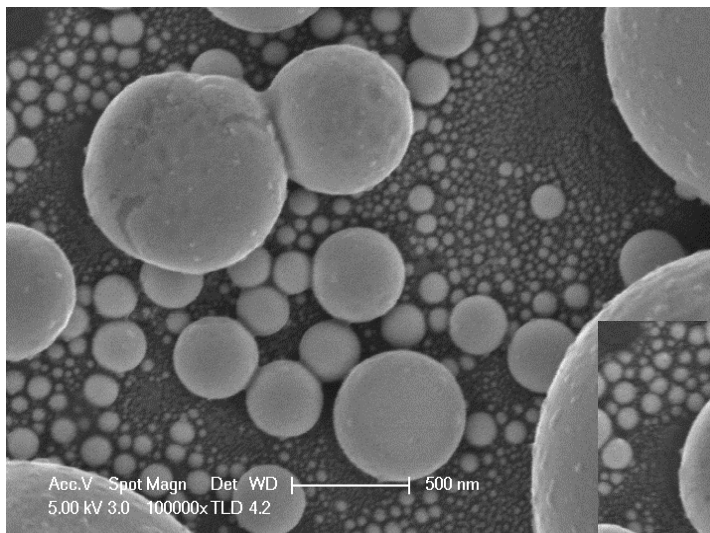
A9 - Stabilité de l'image

- pourquoi est-ce important ?
 - éviter des images floues à cause de la dérive (mécanique, électronique...)
 - important pour la microanalyse (cas de l'analyse en pointé)
- comment ?
 - échantillon conducteur ou rendu conducteur
 - image à fort G ($> 20\ 000$)
 - attendre un temps de stabilisation
 - **prendre une image à $t = 0$ min puis $t = 5$ min puis $t = 15$ min**
 - mesurer la dérive dans les deux directions (sans rien modifier entre les mesures)
- les causes d'une dérive :

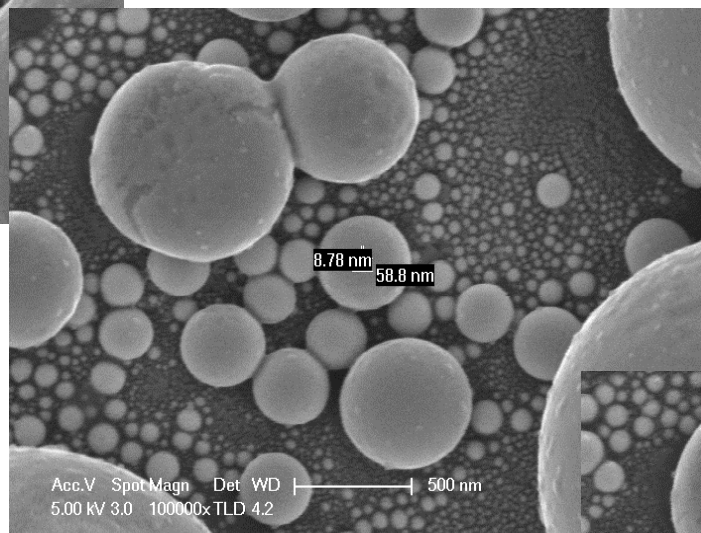


- environnement du microscope (variation température eau de refroidissement, climatisation de la salle...)
- défaut de mise à la masse de la platine
- instabilité des composants électroniques
- champs électromagnétiques extérieurs
- échantillon non conducteur ou pas à la masse
- perturbations mécaniques extérieures

test de dérive (mesure à faire en X et en Y)



à $t = 0$ min



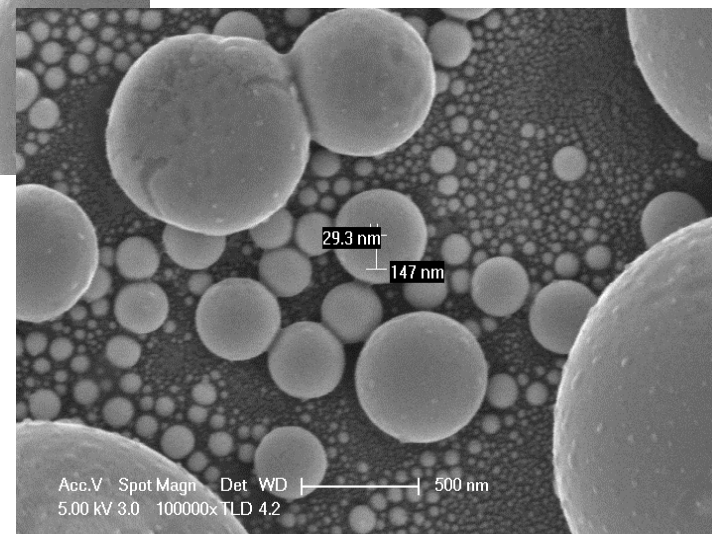
à $t = 5$ min

exemple de spécifications constructeurs :

10 nm/min (dérive courte)

2 nm/min sur 8h (dérive longue)

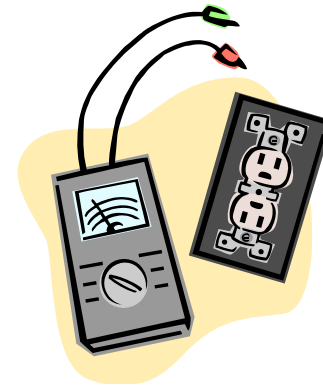
acceptable jusqu'à 250 nm en 15 minutes



à $t = 15$ min

A10 - Courant de sonde

- pourquoi le mesurer ?
 - en imagerie : on peut avoir des variations du signal lors de l'acquisition de l'image
lignes horizontales
changement contraste/brillance entre début et fin de l'image
 - en EDS : nécessité d'avoir un 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

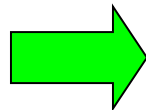
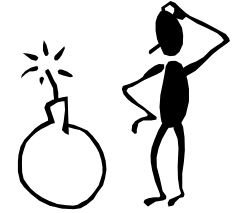
Partie B - Contrôle et maintenance du système EDS

- B1 - Isolation électrique du détecteur
- B2 - Test de la chaîne de comptage
- B3 - Pollution de la fenêtre
- B4 - Présence de glace
- B5 - Résolution du détecteur
- B6 - Forme des pics
- B7 - Consommation en azote liquide
- B8 - Température du détecteur
- B9 - Calibration en énergie



B1 - Isolation électrique du détecteur

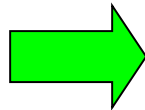
- symptômes :
 - déformation des pics
 - perte importante de résolution
 - augmentation du bruit électronique sur le spectre
- vérification : parfaite isolation électrique entre détecteur et colonne du MEB
- procédé :
 - arrêt de l'électronique
 - débrancher physiquement le détecteur
 - faire une mesure de l'impédance entre la masse du détecteur et la masse du MEB



impédance > 20 MΩ

B2 - Test de la 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

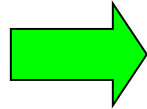
- mauvaise séparation des raies (vitesse de réponse)
- élargissement pic zéro (bruit électronique)
- pic somme (rejet d'empilement)
- déformation de la base du pic du côté basse énergie (défaut de collection de charge)

réglages à ajuster avec les fournisseurs

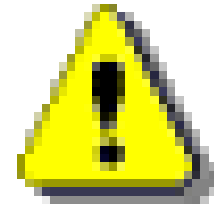
B3 - Pollution de la fenêtre

- procédé : calcul de l'efficacité du détecteur
 - échantillon plan, poli et propre de Cu (ou Ni ou Ti)
 - suivi de l'évolution du rapport raie L_{α} / raie K_{α} à 15 kV
 - à l'installation de l'appareil + après chaque intervention + très régulièrement (si besoin)

- signal d'alerte :

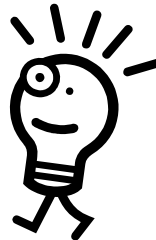


diminution du rapport L/K



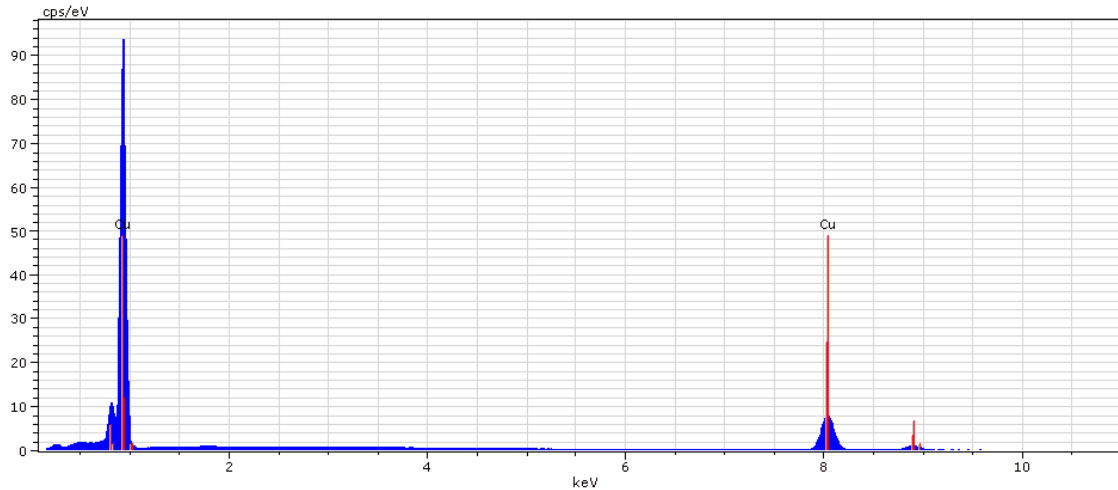
contamination de la fenêtre (absorption des rayonnements de faible énergie)

- remède : nettoyage de la fenêtre (à faire par les constructeurs)



fenêtre non polluée

- après maintenance sur le détecteur

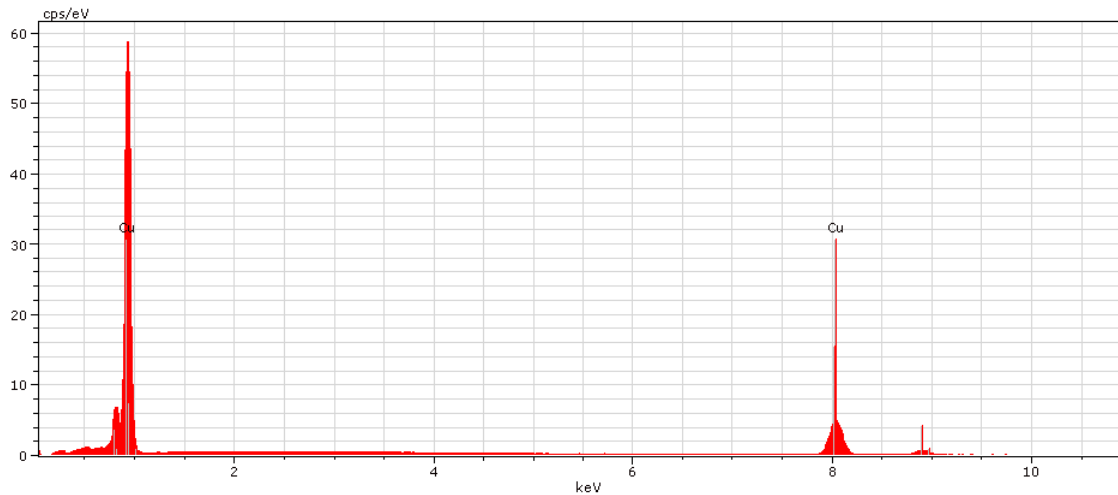


raie K = 148 025

raie L = 734 514

L/K = 4,96

- après 6 mois d'utilisation



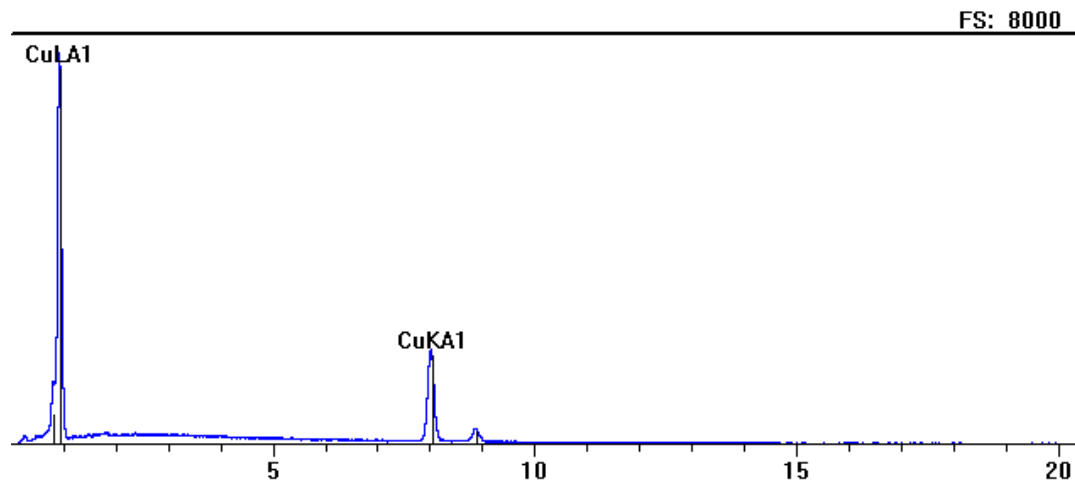
raie K = 90 024

raie L = 447 872

L/K = 4,97

fenêtre polluée

- après maintenance sur le détecteur

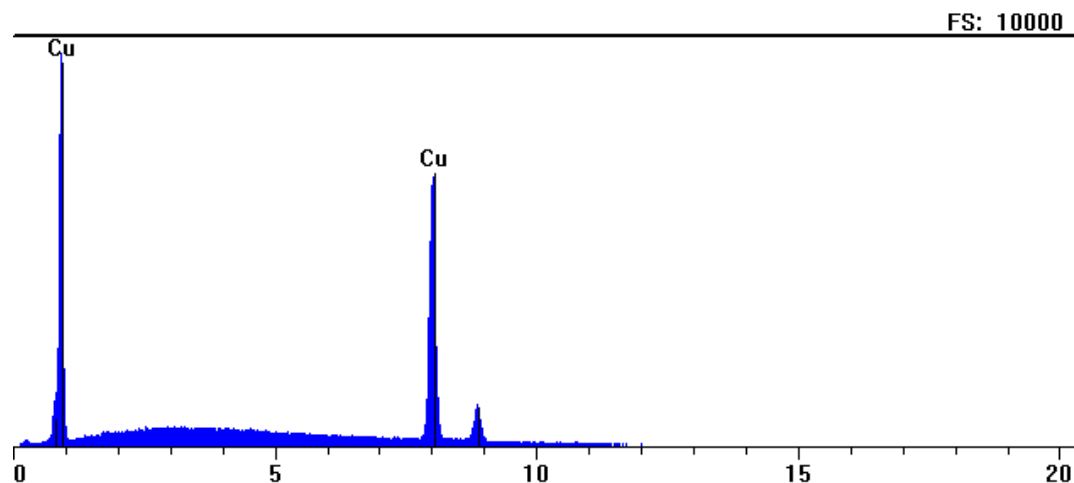


raie K = 358,1

raie L = 911,1

L/K = 2,54

- après 7 mois d'utilisation



raie K = 683,8

raie L = 589,2

L/K = 0,86

B4 - Présence de glace

- dans quelle partie du détecteur ?

- **au fond du dewar : moyennement grave**

de l'eau est contenue dans l'azote liquide

glace = isolant thermique qui augmente le gradient de température entre l'azote et le fond du dewar (relié au détecteur)

moins bon refroidissement du détecteur

augmentation du bruit électronique

- **sur le cristal : plus grave**

le film protecteur déposé sur la fenêtre peut devenir poreux

présence d'eau dans l'air de la chambre qui vient geler sur le cristal

absorption des raies de faible énergie due à l'oxygène de la glace

- problèmes engendrés :

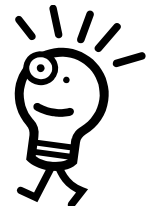
- **perte de résolution (le vide se dégrade)**

- **perte d'efficacité (absorption des raies de faible énergie)**

- remèdes :

- réchauffage du détecteur (élimination de l'eau)

- repompage du détecteur (canne et parois du cryostat)



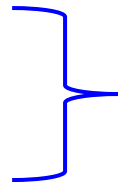
- mise en évidence de glace sur le cristal :

- échantillon de Cr poli
- HT de 15 kV
- mesure du rapport L_α / L_1

O(K α) = 543 eV

Cr(L α) = 572 eV

Cr(L $_1$) = 500 eV

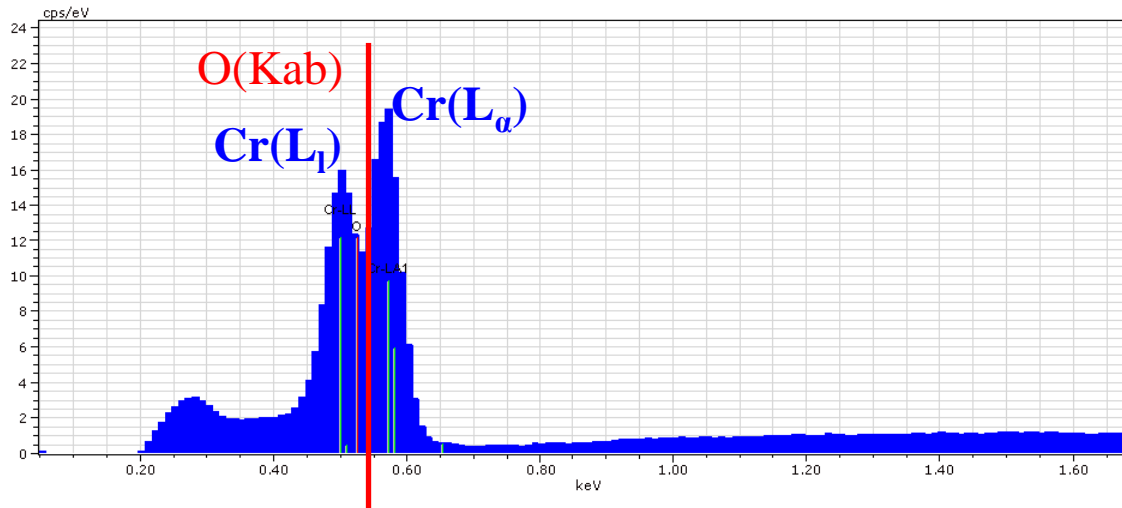


en présence de glace :

raie L α très absorbée

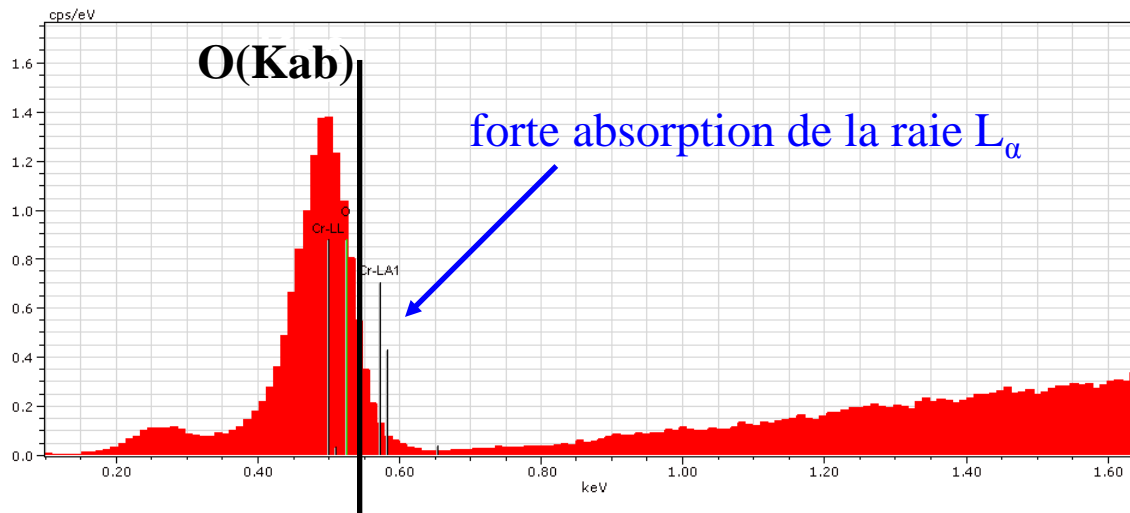
raie L $_1$ pas affectée

- échantillon sans glace sur le détecteur :



$$L_\alpha / L_1 > 1$$

- échantillon avec glace sur le détecteur :



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

- estimation de la transmission d'une fenêtre en fonction de l'épaisseur de glace (simulation par le logiciel X-Film)

Épaisseur de glace	100 nm	500 nm	1 μm	2 μm
L_{α} / L_1	85%	50%	26%	6%

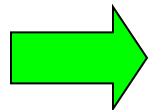
doc. Synergie 4

B5 – Résolution du détecteur

- origines possibles d'une dégradation de la résolution :
 - détérioration du vide dans le détecteur
 - dégradation du composant (chocs thermiques, polarisation à chaud du détecteur...)
 - présence de glace sur le cristal
 - mauvaise régulation de la température du détecteur
 - problème de tension de polarisation du détecteur
 - interférences (pb de masse, contact entre nez du détecteur et masse du MEB)

- rappel :

résolution = largeur à mi-hauteur



valeur qu'il faut vérifier

- procédé :

Cf. norme ISO 15632 (2002 puis 2012) « Paramètres de performance instrumentale sélectionnés pour la spécification et le contrôle des spectromètres X à sélection d'énergie utilisés en microanalyse par sonde à électrons »

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

15 keV et 10 eV/canal

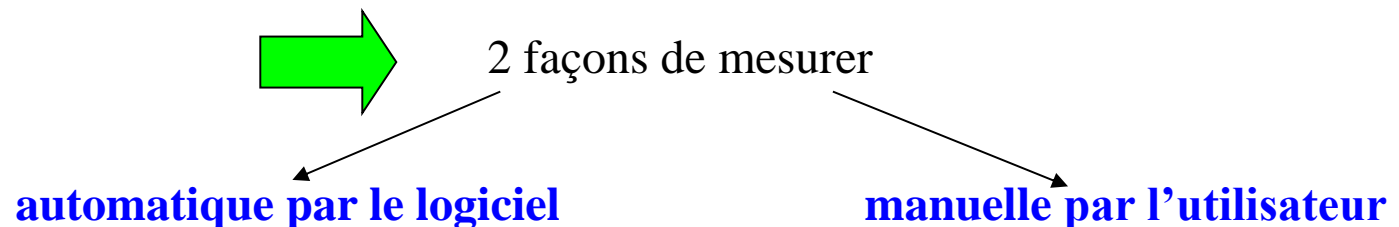
1 000 coups/sec sur le spectre

10 000 coups sur le pic de Mn

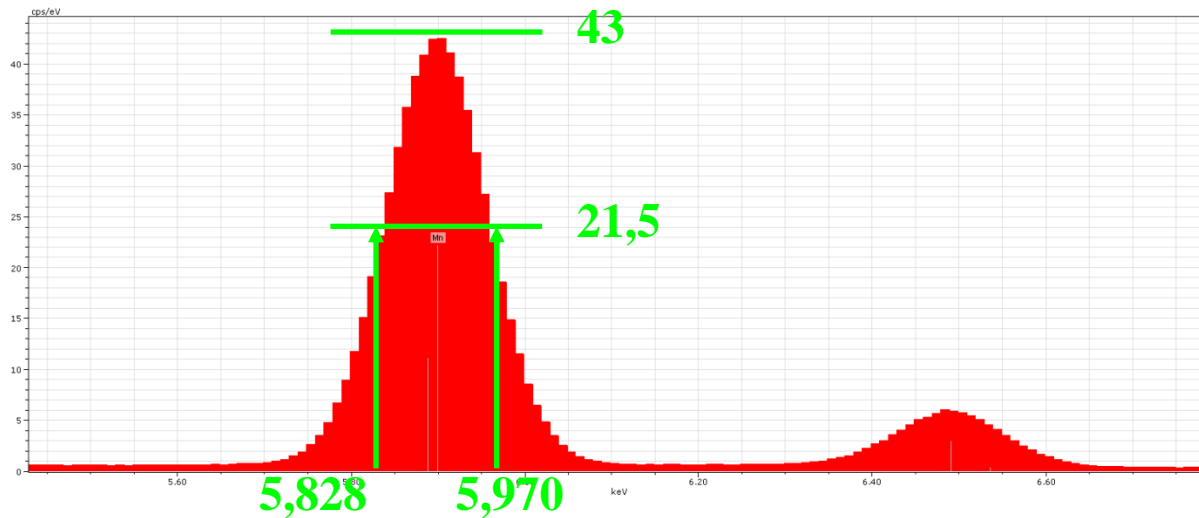
- cas des fenêtres pour rayonnements de faible énergie :

à 10 keV

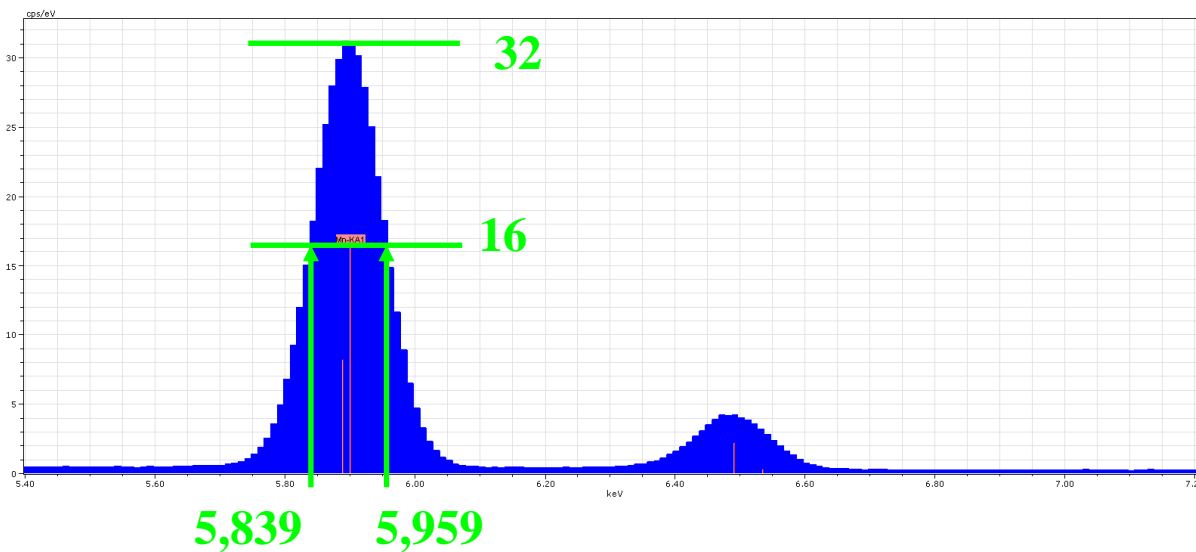
mesure sur **C** ou sur **F** (PTFE métallisé)



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

B6 - 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

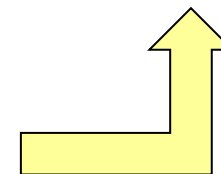
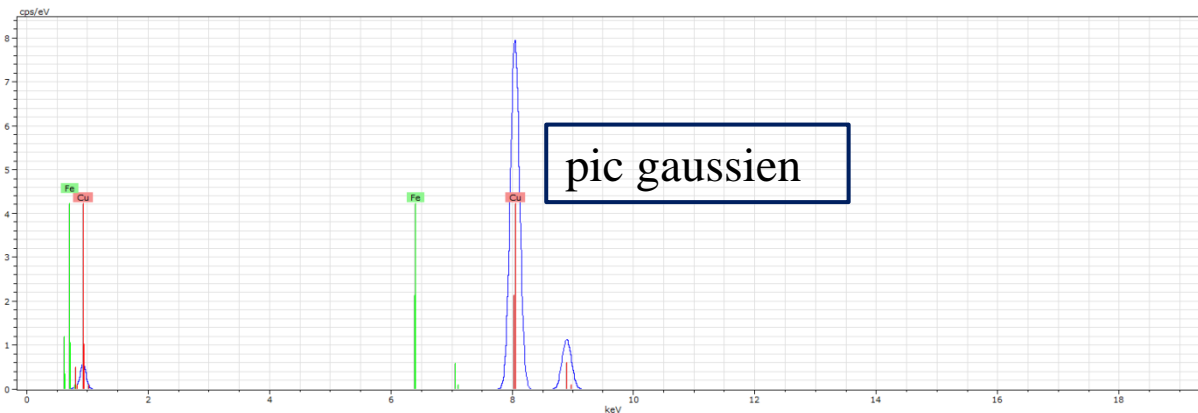
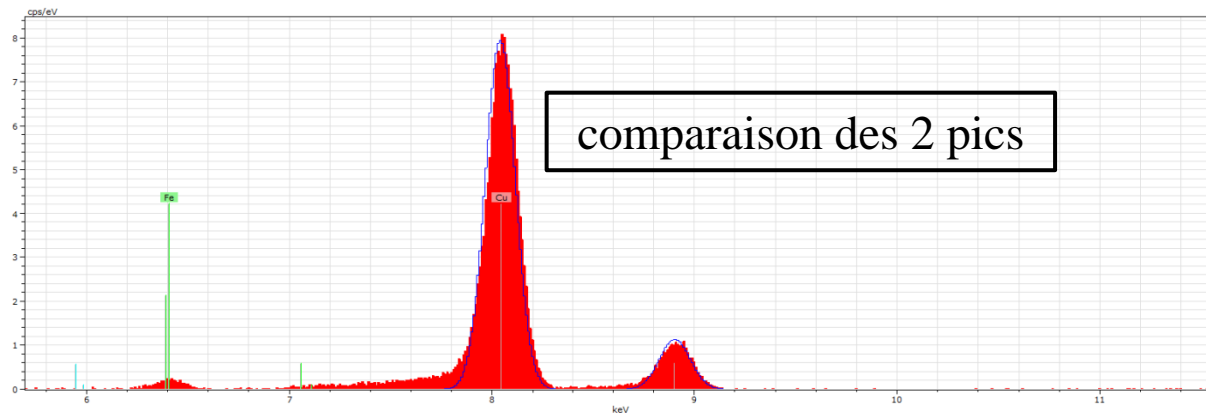
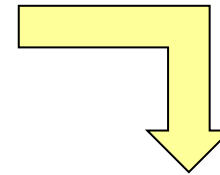
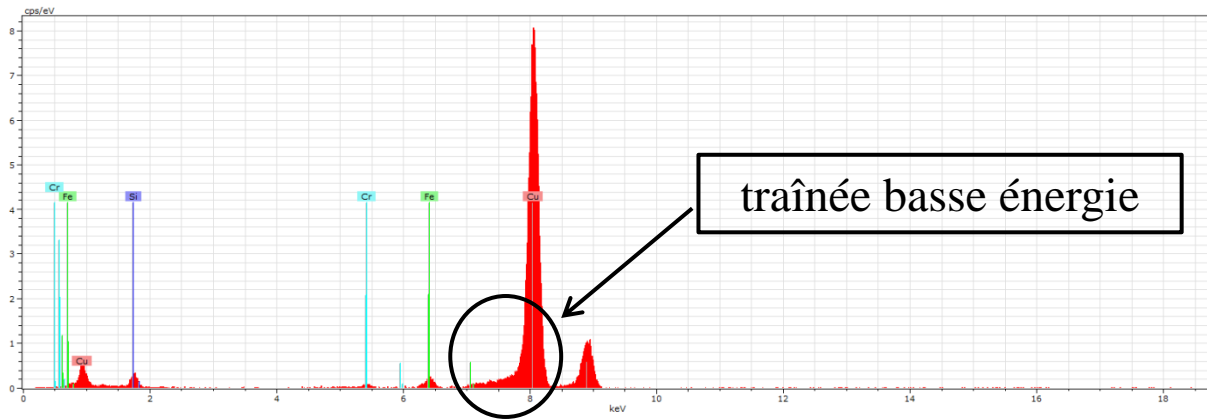
sur la raie K_{α} du **Mn** :

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)

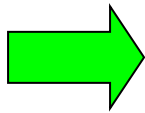
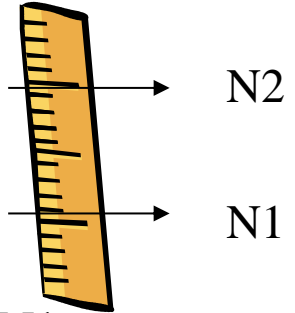


B7 - Consommation en azote liquide (détecteur Si-Li)

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

- procédé :

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

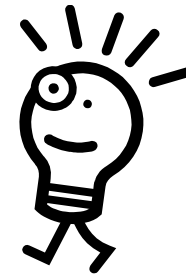


$(N2-N1)/n = \text{consommation sur 1 jour (4 cm = 1 l)}$

- origines du problème :

- détérioration du vide dans le cryostat
- saturation des zéolites

- solution : repompage du détecteur après réchauffage



B8 - Température du détecteur

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

Configuration système Spectrometer

- Max. coups en sortie: 275 kcps, 130 kcps, 90 kcps, 60 kcps, Automatique
- Energie Max: 10 keV, 20 keV, 40 keV, 80 keV, Automatique
- Mode: Utilisation normale, Veille
- refroidi: Régulé, Maximum
- Refroidissement: o.k., -20.0 °C
- Détecteur motorisé: , ,

Fermer

- 20° C (exemple d'un détecteur SDD)

exemple de mesure pour un détecteur à effet Peltier

B9 - Calibration en énergie

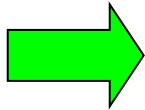
- pourquoi c'est important ?

- très important pour les identifications automatiques (!!!!!)
- primordiale pour les analyses quantitatives (mesure de l'aire sous le pic)

- sources de variation :

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

dérive thermique



éviter d'arrêter l'appareillage

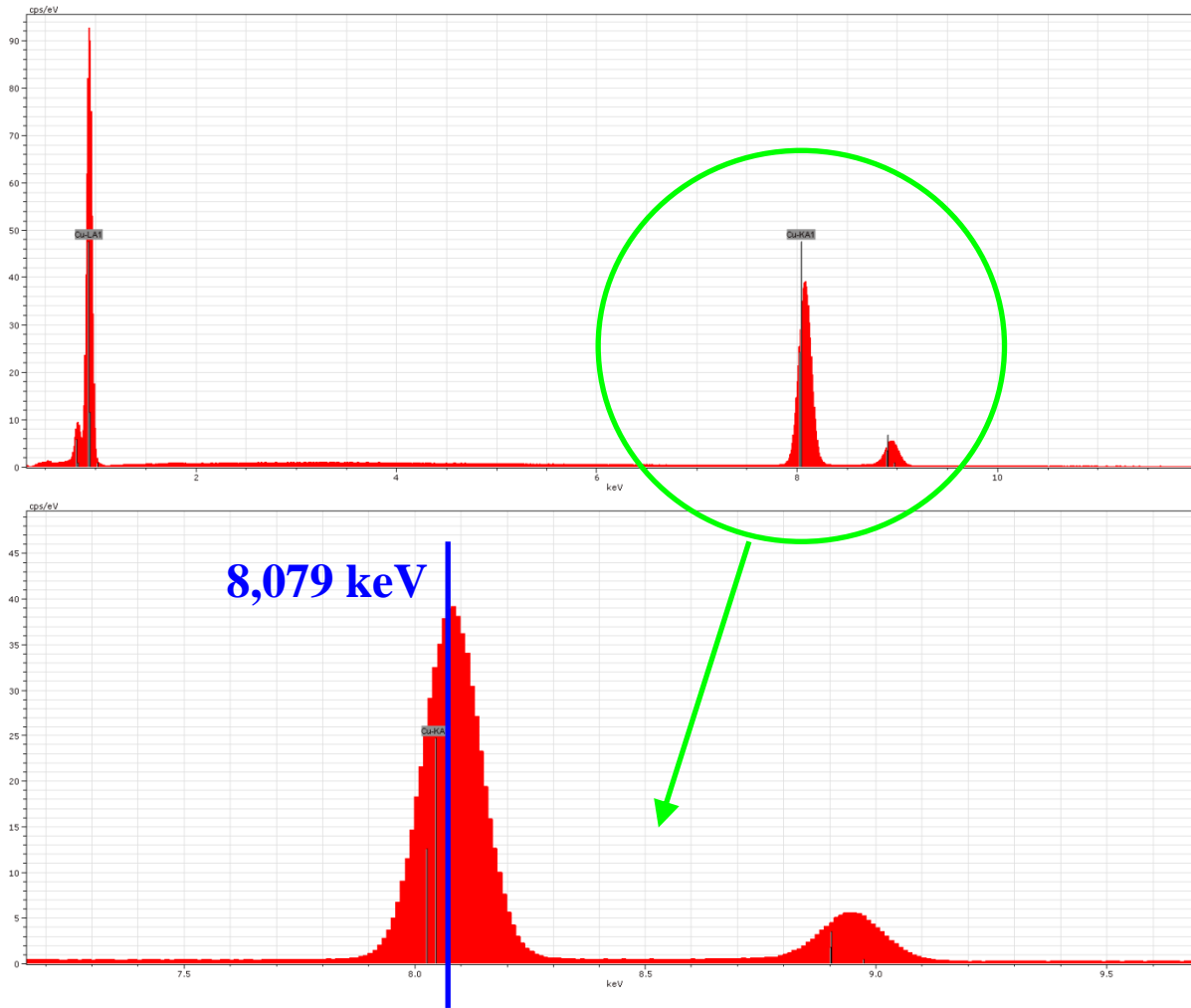
- procédé :

- à vérifier régulièrement pour toutes les constantes de temps
- plusieurs heures après remise sous tension
- utiliser 2 pics : l'un à basse énergie et l'autre à plus haute énergie

1) chaîne récente : pic zéro et raie K_{α} du Cu à 8,046 keV (ou autre élément)

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

avant calibration



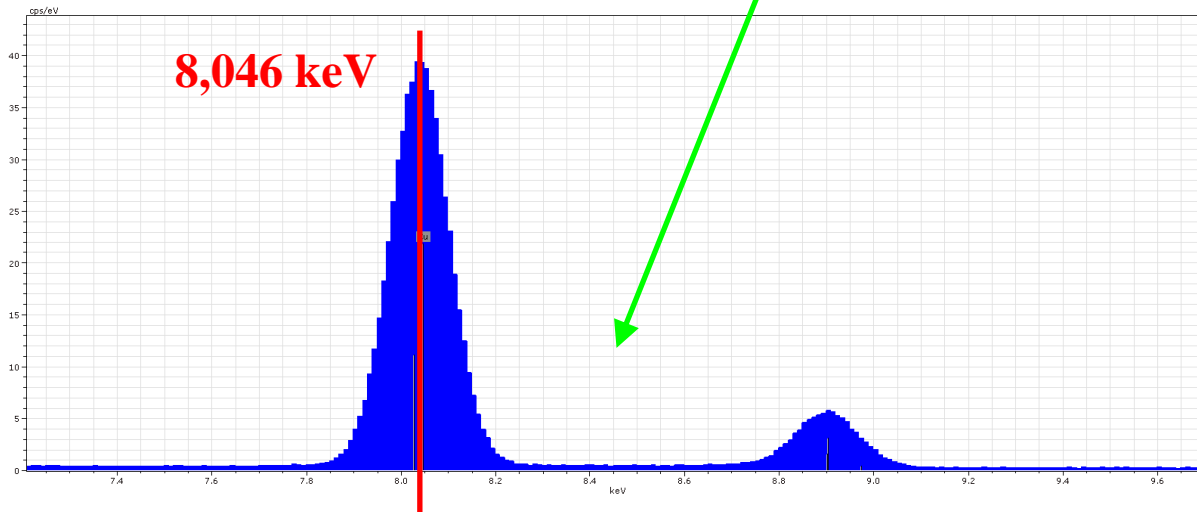
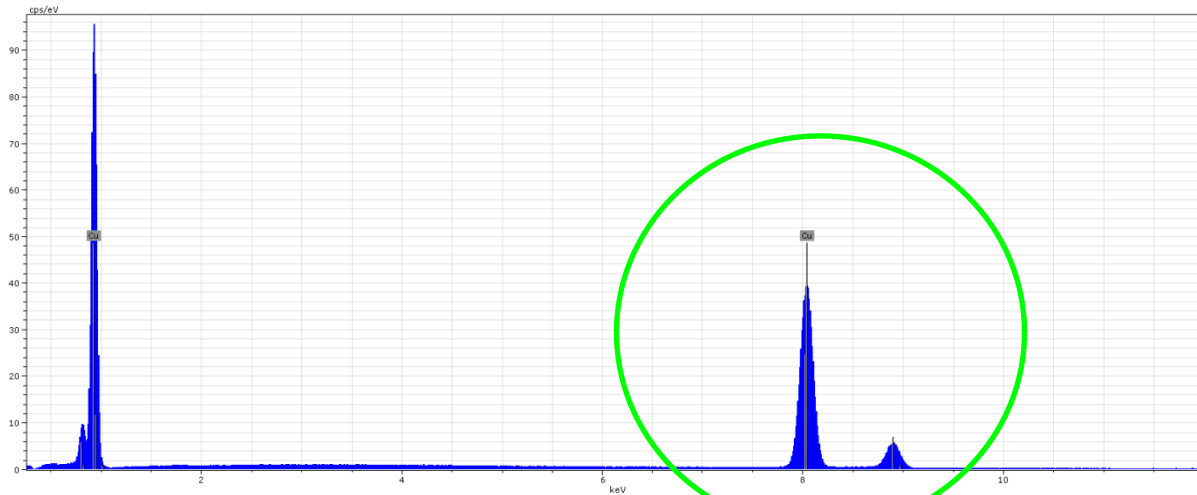
position théorique du pic : 8,046 keV

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.
- des **contrôles réguliers sont indispensables** pour obtenir des résultats fiables et interprétables de façon correcte.
- cela nécessite de faire un état des lieux précis avec les fournisseurs lors de la **réception** de l'appareillage.
- la **fréquence** des contrôles est à adapter à chaque cas (1 fois / mois ?).
- il est souhaitable de faire régulièrement des **enregistrements** de spectres et d'images pour avoir des fichiers de référence.

Je vous remercie pour votre attention

