

**Ecole d'été de microscopie électronique à balayage et de microanalyses**  
**Bordeaux, 3-7 juillet 2017**

**TDC-06 : EDS sur MEB à pression contrôlée** (durée 1h30)

**Coordinateur : Christian MATHIEU**

[christian.mathieu@univ-artois.fr](mailto:christian.mathieu@univ-artois.fr)

**Résumé :**

- *Connaître les différents effets perturbateurs lors de la pratique de la microanalyse X sous environnement gazeux.*

**1. Objectif du TD.**

Ce TD a pour objet de sensibiliser les opérateurs aux effets de l'interaction électron-gaz qui viennent perturber la pratique de la microanalyse X. Les différents effets sont montrés et des solutions sont proposées.

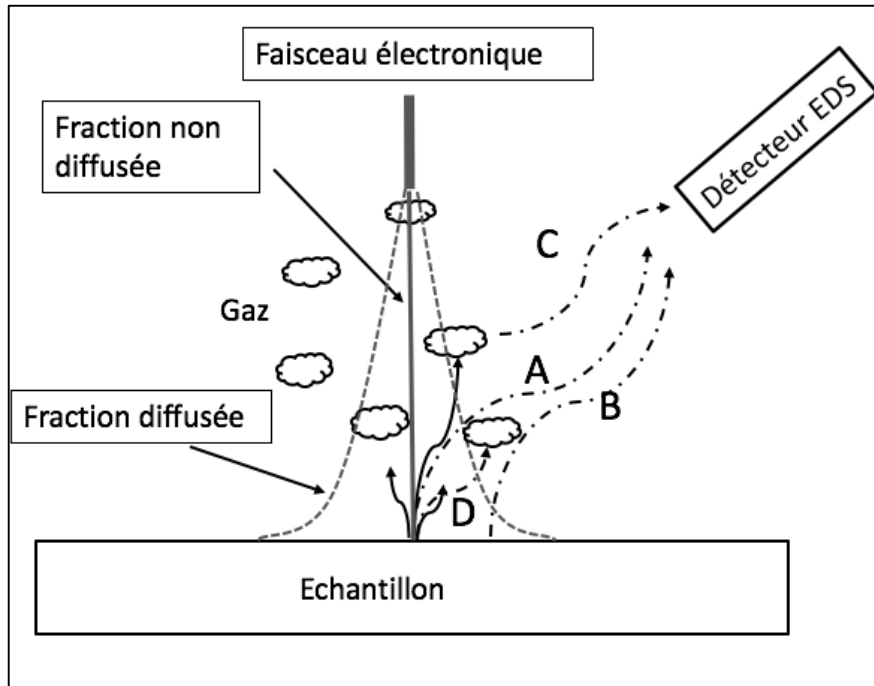
**2. Partie descriptive du TD.**

Contrairement aux conditions d'utilisation en MEB conventionnel (faible pression de gaz dans la chambre de l'échantillon), la présence du gaz à une pression relativement importante n'est pas sans conséquence pour la pratique de la microanalyse X. Il se produit en effet des interactions entre les électrons du faisceau primaire, les électrons et les photons X émis par l'échantillon et le gaz.

Il y a principalement :

- Un élargissement du faisceau primaire appelé skirt qui va induire une dégradation de la résolution latérale ;
- Une excitation du gaz à la fois par le faisceau primaire et par les électrons émis par l'échantillon qui va générer des électrons et des photons X. Cet apport de photon par le gaz est souvent appelé contribution atmosphérique ;
- Une absorption des photons émis par l'échantillon dans gaz. Ce phénomène est surtout pénalisant avec les photons de faible énergie.

La figure 1 présente les différentes contributions d'émission X lors d'une analyse sous environnement gazeux.



**Figure 1.** Les différentes contributions pour l'émission X avec respectivement A contribution à l'émission X du point d'impact, B contribution de la zone environnante due à l'élargissement du faisceau, C contribution du gaz (contribution atmosphérique) et D absorption par le gaz de photon X émis par l'échantillon. (d'après L Khouchaf, C Mathieu La microscopie électronique à balayage sous environnement gazeux- Editions Ellipses).

### 3. Partie expérimentale du TD.

#### 3.1. Etude de la perte de résolution spatiale.

##### 3.1.1. 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.

##### 3.1.2. 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.

##### 3.1.3 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.

### 3.1.4 Discussion des résultats

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(Pa) , à la distance de travail L(m), à la température (K), à la section efficace d'interaction  $\sigma(\text{m}^2)$  et à la constante de Boltzmann ( $\text{J.K}^{-1}$ ).

## 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. Effet d'absorption des photons émis par l'échantillon

Tableau 1. Facteur d'atténuation des rayons X en présence d'oxygène.

Elément	Energie (keV)	I/I <sub>0</sub> (2500 Pa)	I/I <sub>0</sub> (100 Pa)	I/I <sub>0</sub> (10 Pa)
F	0,677	0,194	0,940	0,994
Na	1,041	0,572	0,979	0,998
Al	1,487	0,805	0,992	0,9992
Si	1,74	0,868	0,995	0,9995
S	2,307	0,939	0,998	0,9998
Cl	2,622	0,957	0,998	0,9998
K	3,312	0,986	0,999	0,9999
Ca	3,690	0,990	0,9996	0,9999

Commenter le tableau fourni.

## 4. Discussion

- Classer les effets perturbateurs par ordre d'importance.
- Proposer des solutions pratiques pour limiter ces effets.

## 5. Bibliographie

Pour aller plus loin,



**Monique Repoux, Christian Mathieu**

La microscopie électronique à balayage à pression contrôlée 243-266  
Microscopie électronique à balayage et Microanalyses – EDP Sciences

**Lahcen Khouchaf, Christian Mathieu**

La microscopie à balayage sous environnement gazeux. Du principe à l'étude optimisée des matériaux. Edition Ellipses -