

JOURNEES PEDAGOGIQUES 2025 DU GN-MEBA

La cartographie analytique au MEB et à la microsonde

4 décembre 2025

9h30 – 10h15 De l'image à l'instrument en cartographie analytique – Christian MATHIEU - Université d'Artois, UCCS Artois

Cet exposé propose un cheminement à travers la notion d'image numérique et de signal reçu par pixel. Les paramètres de l'image (résolution, définition, temps d'acquisition, rapport signal sur bruit) seront discutés afin d'optimiser les conditions opératoires en cartographie analytique.

10h15 – 11h00 L'imagerie analytique en EDS et en WDS : acquisition, traitements, exemples – Guillaume WILLE^{1,2}

¹BRGM – 3 avenue Claude Guillemin – BP36009 – 45060 Orléans cedex 2

²MACLE-CVL – UAR 2590 - 1A rue de la Férollerie - 45071 Orléans Cedex 2

L'imagerie en spectrométrie de rayons X, généralement appelée cartographie, est le mode d'imagerie analytique le plus courant au microscope électronique, qu'il s'agisse du MEB, de la microsonde électronique ou du MET/STEM. Elle est obtenue par l'utilisation des détecteurs EDS et/ou WDS. La cartographie représente la distribution d'un ou plusieurs éléments chimiques sur une zone donnée de l'échantillon.

La donnée obtenue peut être en intensité brute, ou traitée de différentes façons de manière à préciser ou spécialiser l'information (intensité nette après soustraction du fond continu, données semi-quantitatives, combinaison d'éléments, phases chimiques...). Le choix de l'EDS, du WDS ou de la combinaison des deux techniques dépend de l'objectif recherché. En effet, plusieurs éléments influent sur le résultat, conditions d'acquisition (durée, conditions de faisceau, dimensions du champ), éléments chimiques (nombre d'éléments, raies de basse énergie, interférences), précision et/ou de sensibilité... Selon le type d'acquisition réalisée et les conditions opératoires, la cartographie en spectrométrie de rayons X par EDS ou WDS peut fournir des résultats plus ou moins élaborés, depuis la simple répartition des éléments majeurs jusqu'à des données plus complexes telles que la répartition des phases de même composition chimique (cartographies minéralogiques, nature et distribution de précipités dans un alliage...). Au cours de cet exposé, nous verrons également que le choix de l'une, de l'autre ou de la combinaison des deux techniques sera guidé par le type d'information recherchée, tels que la teneur (éléments mineurs et traces), le risque d'interférences entre raies d'éléments analysés, le nombre d'éléments cartographiés, etc.

11h00 – 11h30 Cartographies X par spectrométrie SXES – Jean-Louis LONGUET - CEA Le Ripault

Dans le domaine de la microanalyse X au MEB ou à la microsonde de Castaing, le détecteur « SXES » (Soft X-ray Emission Spectroscopy pour spectroscopie d'émission de rayons X mous) est une solution technique récente, complémentaire aux analyses EDS et WDS. Elle permet de détecter et d'analyser les photons X dans une gamme d'énergie très basse, inférieure à 1 keV. Son principe repose sur l'utilisation d'un réseau à espacement variable et d'une caméra CCD. Installé sur une microsonde de Castaing, ces éléments jouent le rôle des cristaux analyseurs et

des compteurs proportionnels des spectromètres WDS traditionnels. Installé sur un MEB, il joue le rôle d'une diode EDS. Le spectromètre SXES que nous présenterons ici est installé sur une microsonde de Castaing et est équipé de réseaux permettant de couvrir la gamme de 49 à 217 eV aux longueurs d'onde du premier ordre, rendant possible par exemple l'analyse du lithium. L'utilisation de raies d'ordres multiples permet d'étendre la gamme d'énergie jusqu'à environ 800 eV. Sa résolution en énergie et sa sensibilité de détection sont parmi les principaux atouts de cet appareil.

Dans cet exposé, nous présenterons les capacités du système en terme de cartographies élémentaires, en les comparant aux spectrométries EDS et WDS, tout en insistant sur les avantages du détecteur mais aussi ses limitations.

11h30 – 12h00 Du végétal au minéral : le MEB EDS tout terrain en plateforme – Isabelle SVAHN - Bordeaux Imaging Center / Imagerie Electronique, UAR 3420 CNRS US4 INSERM

Résumé

12h00 – 13h45 Déjeuner libre

13h45 – 14h30 Assemblée générale du GN-MEBA

14h30 – 15h00 Minéralogie automatisée au MEB/ μ XRF : apport du logiciel AMICS pour la caractérisation rapide des roches – Andréi LECOMTE - GeoRessources - Plateforme SCMEM, Faculté des Sciences et Techniques, Vandoeuvre les Nancy

La minéralogie automatisée, terme inventé au début des années 2000, est une technique d'identification de phases au MEB développée dans les années 70 au CSIRO, agence du gouvernement australien qui supervise la recherche scientifique et le lien avec les applications industrielles. Si l'objectif initial était d'automatiser l'acquisition d'un maximum de points EDS pour mieux quantifier les phases de l'échantillon, il apparut que l'utilisation d'une image BSE haute résolution permettait d'obtenir davantage d'informations texturales et de limiter le nombre d'analyses nécessaires. Cette nouvelle approche, couplée à l'apparition sur le marché des détecteurs SDD de plus en plus performants, a permis la commercialisation de différents systèmes notamment auprès des compagnies minières qui en étaient les principaux utilisateurs. Nous ferons ici un focus sur la solution AMICS, adaptée sur MEB ou μ XRF, pour comprendre son fonctionnement et identifier les avantages/inconvénients/points d'attention de chacune des techniques sur la base de différents exemples.

15h00 – 15h30 La microsonde électronique n'est pas morte ! – Nicolas RIVIDI - CAMPARIS

Résumé

15h30 – 16h00 Pause

16h00 – 16h30 Analyses chimiques quantitatives EDS au MEB par la méthode des f ratios et par la méthode des corrélation – Raynald GAUVIN - Department of Materials Engineering, McGill University

Les analyses chimiques quantitatives par microanalyse rayons X au microscope à balayage et à la microsonde de Castaing sont basées sur la célèbre méthode ZAF qui utilise des échantillons

témoins, de composition connue, pour tous les éléments présents dans l'échantillon de composition inconnue qui doit être quantifié. Cette méthode demande de maintenir les mêmes conditions expérimentales lors de la mesure des intensités sur les échantillons témoins et sur l'échantillon à analyser. Entre autres, le courant du faisceau électronique doit être identique et constant. Cela pose problème pour les microscopes à effet de champ à cathode froide qui sont reconnus pour leur instabilité de courant de sonde. Dans cette optique, la méthode des f-ratios a été développée par le présentateur de cet exposé et elle sera présentée en détail. Elle est basée sur des rapports d'intensités normalisés de raies caractéristiques d'un même spectre EDS. Ce rapport étant indépendant du courant, il permet de faire des analyses quantitatives lorsque les courants de sonde sont instables. Cette méthode nécessite des échantillons témoins.

La méthode de corrélation sera aussi présentée pour faire des analyses quantitatives de phases par microanalyse EDS au microscope électronique à balayage. Elle est basée sur la comparaison entre des spectres EDS mesurés à chaque pixel d'une carte et des spectres de référence de composition donnée. Un coefficient de corrélation est calculé entre le spectre mesuré et les spectres de référence, et celui qui possède le coefficient de corrélation le plus élevé est choisi et des cartes chimiques quantitatives sont ainsi construites.

Ces méthodes seront décrites en détail et des exemples d'applications seront présentés. Les conditions expérimentales optimales seront aussi discutées.

16h30 – 17h00 Cathodoluminescence hyperspectrale couplée à la microsonde dans les roches déformées – Laura Airaghi¹, Ida di Carlo^{1,2}, Gabriel Serrano Lopez¹

¹ Institut des Sciences de la Terre d'Orléans (ISTO), UMR 7327, Univ. Orléans, CNRS, BRGM, OSUC, F-45071 Orléans, France

² Plateforme MACLE - CVL UAR 2590 - 1A Rue de la Férollerie - 45071 Orléans Cedex 2

La LUMINESCENCE est un phénomène courant dans les substances inorganiques et organiques lié aux transitions d'émission dans les anions, les molécules ou les cristaux résultant d'un transfert d'électrons d'états électroniques excités vers un état fondamental ou un autre état à plus faible énergie (Marfunin, 1979). Une très ample variété de processus luminescents a lieu dans la nature. La thermoluminescence, la photoluminescence et la cathodoluminescence sont les phénomènes les plus connus utilisés pour étudier les minéraux, les roches et donc les processus qui ont permis leur formation.

L'application géologique de la cathodoluminescence hyperspectrale ici présentée concerne la déformation des roches de la croûte terrestre profonde. A ces conditions, les roches accommodent la déformation due aux mouvements des plaques tectoniques de manière ductile, par une variété de possibles mécanismes. Or, il n'est pas toujours évident de déterminer les mécanismes de déformation dominant dans les minéraux composant les roches, bien que chacun de ces mécanismes ait un impact différent sur la résistance de la roche elle-même et donc sur sa capacité à se déformer. Les cartographies en CL hyperspectrale (ici réalisées sur le quartz, l'un des minéraux le plus abondants dans la croûte terrestre) permettent de révéler des variations de composition (en éléments traces) et de défauts cristallins associés à l'échelle du grain et de l'agrégat, là où les autres techniques analytiques ne sont pas assez résolues. Ceci permet de discriminer les mécanismes de recristallisation associés à la déformation des minéraux et de discuter du comportement mécanique des roches crustales profondes.

17h00 – 17h30 Cartographies X des échantillons biologiques et polymères : précautions sur la préparation d'échantillon et les conditions d'acquisition – Xavier JAURAND - Centre Technologique des Microstructures, Université Claude Bernard Lyon1

L'analyse EDS et la cartographie des échantillons biologiques et des polymères nécessitent des techniques spécifiques de préparation ainsi que l'adoption de conditions d'acquisition optimisées pour préserver l'intégrité structurale et la composition chimique de l'état natif. Différentes méthodes sont comparées, avec leurs avantages et leurs inconvénients, en démontrant que les techniques traditionnelles ne sont généralement pas du tout adaptées à l'acquisition de cartographies. Toutefois, même un échantillon bien préparé posera des défis pour appliquer des conditions d'analyses satisfaisantes car dans la plupart des cas, ces types d'échantillons ne contiennent que des éléments légers, et ceux-ci ne sont présents qu'en faibles voire très faibles concentrations. En outre, ces échantillons ne tolèrent généralement ni les fortes énergies, ni les forts courants, et peuvent très facilement être dégradés par le faisceau.

5 décembre 2025

9h00 - 9h30 **HEA : cartographie EBSD avec filtre EDS pour identification de phase** – Alexandre TANGUY - Plateforme MiMeCA, Laboratoire de mécanique des solides, CNRS UMR7649, Ecole Polytechnique, Palaiseau

Les alliages à haute entropie (HEA) représentent une classe de matériaux métalliques, caractérisés par une structure cristalline en solution solide composée de cinq éléments chimiques ou plus (dans notre cas : Co–Cr–Fe–Mn–Ni) et par une composition quasi équiatomique. Leur utilisation dans des matériaux architecturés se distingue par la présence de gradients chimiques dans une matrice de Nickel.

L'analyse cristallographique (EBSD) ne permet pas toujours d'identifier les différentes phases, notamment lorsque celles-ci présentent des paramètres cristallins similaires. Dans ce cas, l'association en simultané de l'analyse chimique (EDS) lors de l'acquisition du signal de diffraction des électrons, constitue une approche pour discriminer ces phases à l'échelle microscopique.

Dans cette présentation, nous illustrerons comment le couplage de l'acquisition de signaux (EBSD / EDS) nous a permis de distinguer les phases présentes (HEA et matrice de nickel) au sein de la microstructure du matériau. Nous présenterons le principe de la méthode EBSD, la limite à laquelle nous avons été confrontés, ainsi que le moyen qui nous a permis de la surmonter.

Enfin, nous évoquerons les travaux menés au laboratoire visant à combiner différentes techniques d'imagerie et d'analyse afin d'établir une corrélation entre la microstructure observée et la réponse mécanique du matériau.

Mots clefs : Alliage à Haute Entropie, Microstructure, Diffraction des électrons, Spectrométrie dispersive en énergie, imagerie corrélative.

9h30 – 10h00 **Measuring Hydrostatic Dilatation by High-Resolution Electron Back-Scatter Diffraction** – Qiwei Shi^{1*}, Dominique Loisonard², Maxime Mollens², Stéphane Roux³

¹SJTU-Paris Elite Institute of Technology, Shanghai Jiao Tong University, Shanghai, 200240, China

²EdF R&D, Site des Renardières, avenue des Renardières, Ecuelles, F-77818 Moret-sur-Loing, France

³Université Paris-Saclay, CentraleSupélec, ENS Paris-Saclay, CNRS, LMPS- Laboratoire de Mécanique Paris-Saclay, F-91190, Gif-sur-Yvette, France

* Corresponding author: sqw@sjtu.edu.cn

The High-Resolution Electron Backscatter Diffraction (HR-EBSD) technique has drawn attention in recent years, mainly thanks to its ability to assess the elastic strain/stress state with a sub-micron spatial resolution. By correlating a target pattern with a reference one — either experimental ^[1] or simulated ^[2] — only 8 out of the 9 components of the displacement gradient tensor relative to the reference can be obtained. The 9th one corresponds to the hydrostatic dilatation and is inaccessible by the correlation itself. It is often complemented by a stress-free boundary condition on the analyzed surface ^[3].

The Integrated Digital Image Correlation (IDIC) frame has been proposed to correlate experimental diffraction patterns to simulated master patterns ^[4], to calibrate the energy distribution of back-scattered electrons (BSE) ^[5] and absolute stress fields ^[6]. Here, an IDIC

method is proposed to measure the (in-plane) absolute stress from the elastic strain, including hydrostatic dilatation. It registers an experimental pattern to several master patterns corresponding to a unique lattice constant and varying energy levels of back-scattered electrons, as shown in Figure 1. In EBSD practice, the average BSE energy is constant for a scan, hence the variation of the calibrated BSE energy is due to the dilation of sample lattice. Due to the shallow inspection depth of EBSD, the free-surface property (vanishing stress vector at the observation surface) is also adopted. On the one hand, it helps to reduce the degrees of freedom and enhance precision. On the other hand, most importantly, it distinguishes the hydrostatic dilatation due to elastic strain from lattice constant variation.

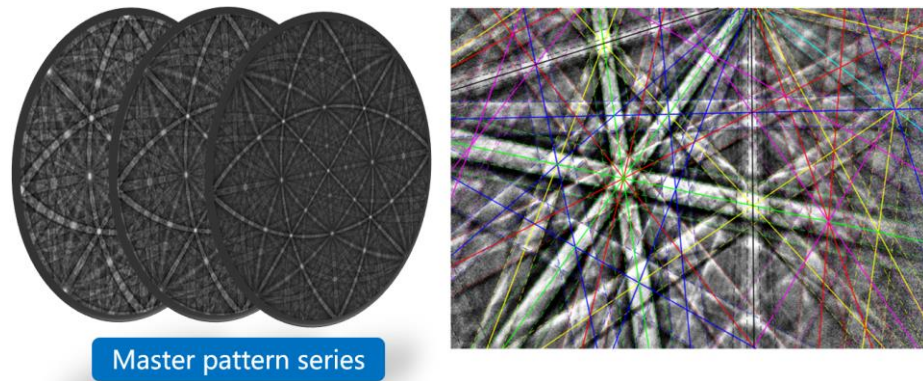


Figure 1. Sketch of the proposed method. (Left) A series of master pattern of different acceleration voltages (thus different Kikuchi band width). (Right) An experimental diffraction pattern, whose Kikuchi band width is employed in image correlation with the master pattern.

Through tests on high quality experimental patterns on a standard Si/SiGe sample and an industrial Ni single crystal with TaC inclusions, the proposed method proves robust and precise. The in-plane stress components and the lattice constant can be simultaneously obtained, as shown in the Ni results (Figure 2). The Ni matrix at the tip of the TaC exhibits high tensile stresses. The lattice constant contrast of the cell interior (Ni₃Al) and the cell boundary (Ni) are highly visible and coincide with the secondary electron image. Both the systematic and random errors of the dilation results are below 10^{-3} .

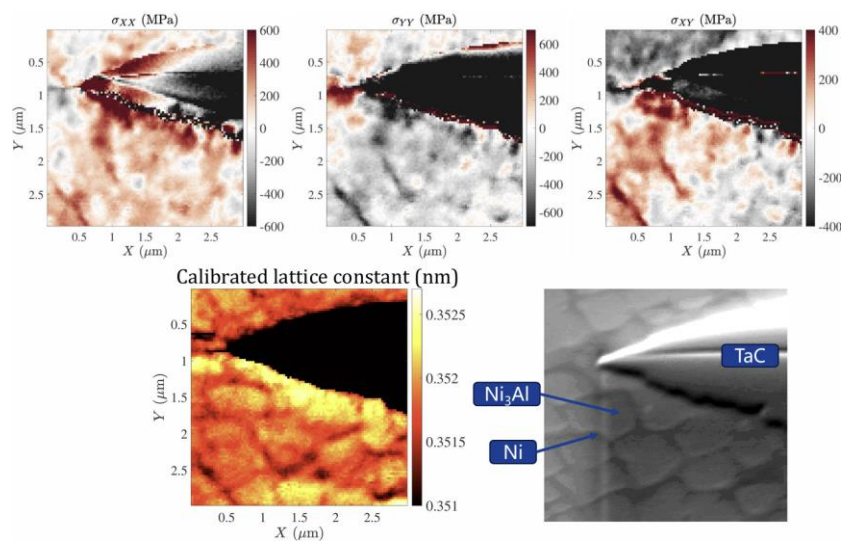


Figure 2. Characterization of a Ni-Al/TaC sample. (top) In-plane stress components $\sigma_{XX}, \sigma_{YY}, \sigma_{XY}$; (bottom) Distribution of the calibrated lattice constant of Ni-Al, and a secondary electron image of the sample, with the 3 phases indicated.

References:

- [1] A.J. Wilkinson et al. High resolution mapping of strains and rotations using electron backscatter diffraction. *Materials Science and Technology*, 22(11):1271–1278, 2006.
- [2] B.E. Jackson et al. Performance of dynamically simulated reference patterns for cross-correlation electron backscatter diffraction. *Microscopy and Microanalysis*, 22(4):789–802, 2016.
- [3] C. Maurice et al. On solving the orientation gradient dependency of high angular resolution EBSD. *Ultramicroscopy*, 113:171–181, 2012.
- [4] S. Singh et al. EMsoft: Open source software for electron diffraction/image simulations. *Microscopy and Microanalysis*, 23:S1:212–213, 2017.
- [5] Q. Shi et al. Improved EBSD indexation accuracy by considering energy distribution of diffraction patterns. *Materials Characterization*, 188:111909, 2022.
- [6] Q. Shi et al. Towards measuring absolute residual stress by HR-EBSD with simulated reference patterns. *Materials Characterization*, 218:114508, 2024.

10h00 – 10h30 Introduction à l'analyse en mode diffraction en transmission (TKD) dans le MEB – Matteo RUSSO, Sophie CAZOTTES - INSA Lyon, LaMCos - MATEIS

L'analyse par diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD) est une technique de caractérisation de la microstructure des matériaux, réalisée au microscope électronique à balayage (MEB), fournissant des informations sur l'orientation cristalline des grains, la répartition des phases et la distribution des défauts cristallins, sur des régions d'intérêt relativement étendues. Cependant, la résolution spatiale de l'EBSD conventionnel reste limitée par le volume d'interaction entre les électrons incidents et le matériau, atteignant une résolution typique comprise entre 20 et 150 nm [1]. Ainsi, son efficacité pour la caractérisation de microstructures nanométriques ou fortement déformées est réduite. Des techniques d'analyse cristallographique à plus haute résolution spatiale se rendent alors nécessaires. Dans ce contexte, la diffraction en transmission des clichés Kikuchi (Transmission Kikuchi Diffraction, TKD), technique introduite par R. Keller et R. Geiss [2], constitue une alternative accessible et performante à la fois à l'EBSD conventionnelle et à la microscopie électronique en transmission (MET).

Contrairement à l'EBSD, le TKD repose sur l'analyse d'échantillons amincis (<100 nm), type lame MET ou lame FIB, réduisant significativement la zone d'interaction électronique et permettant d'atteindre des résolutions spatiales de l'ordre de 10 nm, voire inférieures [3]. Les deux configurations principalement utilisées dans le TKD seront présentées : le montage « off-axis », qui utilise la caméra EBSD standard sans modification matérielle, et le montage « on-axis », qui nécessite un détecteur dédié centré sous l'échantillon, permettant de récupérer une quantité plus importante d'électrons diffractés et donc de diminuer les temps de pose par pixels.

Références :

- [1] G. C. Sneddon, P. W. Trimby, J. M. Cairney, Transmission Kikuchi diffraction in a scanning electron microscope: A review, *Materials Science and Engineering: R: Reports* 110 (2016) 1–12. doi:[10.1016/j.mser.2016.10.001](https://doi.org/10.1016/j.mser.2016.10.001).
- [2] R. Keller, R. Geiss, Transmission EBSD from 10 nm domains in a scanning electron microscope, *Journal of Microscopy* 245 (2012) 245–251. doi:[10.1111/j.1365-2818.2011.03566.x](https://doi.org/10.1111/j.1365-2818.2011.03566.x).
- [3] R. van Bremen, D. Ribas Gomes, L. T. H. de Jeer, V. Ocelik, J. T. M. De Hosson, On the optimum resolution of transmission-electron backscattered diffraction (t-EBSD), *Ultramicroscopy* 160 (2016) 256–264. doi:[10.1016/j.ultramic.2015.10.025](https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2015.10.025).

10h30 – 14h00 Exposition Constructeurs au Centre International de Congrès de Sorbonne Université (salle 102, Tour 44, 1er étage)
Pause-café et Buffet de midi offerts par l'ensemble des constructeurs et le GN-MEBA

14h00 – 14h30 Cartographie de nano-indentation – Xavier FEAUGAS - Laboratoire des Sciences de l'Ingénieur pour l'Environnement

Résumé

14h30 – 15h00 La Nanospace ou le défi du développement d'un TOF-SIMS sur une plateforme UHV FIB/SEM – Fabrice GOURBILLEAU – CIMAP Caen

Le CIMAP, Centre de Recherche sur les Ions, les Matériaux et la Photonique (UMR 6252 CNRS, CEA, Ensicaen, Université de Caen) a acquis un équipement couplant l'imagerie de microscopie électronique à balayage (MEB) avec une colonne ionique focalisée plasma (FIB) pour la gravure et un spectromètre de masse des ions secondaires par temps de vol (TOF-SIMS). Cet appareil, la NanoSpace, a été développé par la société Orsay Physics basée à Fuveau sur une plateforme UHV FIB/SEM de la société TESCAN. Cet appareil permet dans un environnement UHV d'obtenir une résolution inférieure à 4 nm en MEB et une résolution de 12 nm en FIB Xénon avec une vitesse d'abrasion 50 fois plus rapide qu'une source Gallium. En ce qui concerne le TOF-SIMS, la résolution en masse est de 4500 sur le ^{28}Si , une résolution en imagerie inférieure à 60 nm sur un domaine en masse de 0 à 500u.

Au cours de cet exposé, je vous présenterai cet équipement ainsi que les tests réalisés et les résultats obtenus dans divers domaines allant des matériaux inorganiques jusqu'aux échantillons biologiques. La NanoSpace offre la possibilité de réaliser des images corrélatives SEM/SIMS voire SEM/EDX/SIMS puisqu'elle peut aussi accueillir un spectromètre EDX-UHV. Elle possède des avantages mais aussi, comme tout équipement, des inconvénients que j'aborderai via des approches expérimentales.

15h00 – 15h30 Reconstruction quantitative 3D de la surface d'échantillons au MEB– Denis BOIVIN - Retraité ONERA

La caractérisation qualitative de la topographie de la surface d'échantillons est largement pratiquée à partir d'images en contraste d'électrons secondaires avec le détecteur d'Everhart-Thornley. Néanmoins, certaines études nécessitent une caractérisation quantitative 3D de cette même surface. Outre les méthodes spécifiques comme en particulier la microscopie à forces atomiques, ou des techniques de microscopie optiques (interféromètre, confocale), deux méthodes distinctes en MEB permettent d'accéder à cette caractérisation quantitative, par une exploitation spécifique des possibilités du MEB. La reconstruction 3D est en effet possible au MEB à partir, soit d'une paire stéréoscopique d'images SE (Contraste d'électrons secondaires), soit d'une série d'images issues de multi-détecteurs BSE (Contraste d'électrons rétrodiffusés). Pour chacune de ces deux solutions, le principe, la mise en œuvre expérimentale, et l'illustration des possibilités au travers d'exemples font l'objet de cet exposé.