



Journées pédagogiques 2012

CARACTERISATION PAR FAISCEAU D'ELECTRONS

Jeudi 6 décembre 2012

Les techniques de microanalyse élémentaire : spectrométries EDS et WDS

09h00 - 09h30 Accueil

09h30 - 10h15 Principe de l'émission X (Philippe Jonnard, UPMC Paris)

La spectroscopie d'émission X est à la base de la microanalyse X.

Il est par conséquent important de connaître les principes de base de l'émission X afin de bien choisir les paramètres expérimentaux et ensuite interpréter et quantifier correctement les résultats obtenus.

Après quelques rappels d'atomistique, nous présenterons l'origine physique de l'émission X caractéristique ainsi que du rayonnement de freinage. Pour chacun des deux phénomènes, les paramètres physiques importants seront rappelés et des ordres de grandeur seront donnés dans le cadre plus général des interactions électron - matière et rayons X - matière.

10h15 - 10h30 Lancement du circuit d'inter-comparaison d'analyse EDS et WDS (Jacky Ruste, GN-MEBA)

Un nouveau circuit d'inter-comparaison vous est proposé. L'échantillon choisi est un verre métallique à base Ni. Il se présente sous la forme d'un film de faible épaisseur. Il ne nécessite pas de préparation particulière (si ce n'est un léger nettoyage), il suffit de le coller sur un portoir. L'échantillon étant conducteur, il n'y a pas de métallisation à envisager.

Les laboratoires intéressés devront s'inscrire rapidement pour le recevoir (ainsi qu'un formulaire) et envoyer les résultats au plus tard pour septembre 2013, la synthèse étant prévue lors de la réunion de décembre 2013.

10h30 - 14h00 **Exposition Constructeurs** avec pause café et repas (buffet froid) offerts aux adhérents du groupement par le GN-MEBA et les constructeurs - Stand EDP Sciences

14h00 - 14h30 Assemblée Générale

14h30 - 15h15 Les détecteurs EDS : technologie, principe de fonctionnement, évolution (Laurent Maniguet, CMTG Grenoble)

15h15 - 15h55 Les spectromètres WDS - aspects technologiques (faisceau convergent, faisceau parallèle (Guillaume Wille, BRGM Orléans et Florence Robaut, CMTG Grenoble)

15h55 - 16h15 Pause

- 16h15 - 16h45** Analyse EDS : traitement des spectres (Christine Gendarme, IJL Nancy)
- Le traitement des spectres en EDS est une étape essentielle et décisive quel que soit le but recherché : analyse qualitative, analyse quantitative ou acquisition de cartographies.*
- Le traitement des spectres commençant dès leur acquisition, cette présentation décrira en tout premier lieu les conditions analytiques que l'utilisateur devra choisir de façon correcte (tension d'accélération, intensité du faisceau, paramètres du spectromètre, calibration...).*
- Le traitement des spectres sera ensuite décrit en plusieurs étapes :*
- l'identification de chaque raie présente sur le spectre ;
 - la prise en compte des raies parasites ;
 - la soustraction du fond continu par différentes méthodes;
 - la déconvolution pour la résolution des interférences.
- La détermination des k-ratios par l'extraction des intensités des pics sera tout juste abordée puisque ce sujet sera traité par le conférencier suivant.*
- 16h45 - 17h30** Analyse WDS : traitement des spectres, analyse X quantitative (Jacky Ruste, GN-MEBA)
- L'acquisition des intensités X caractéristiques ainsi que les méthodes de mesure du fond continu en WDS seront présentées, ainsi que les traitements éventuels destinés à obtenir les k-ratio telles que les techniques de déconvolution propres au WDS.*
- On abordera également le choix des paramètres analytiques propres au WDS (choix des cristaux...). Suivra un descriptif des méthodes de correction (ZAF, Phiroz) destinées à l'obtention des titres massiques.*
- 17h30 - 18h15** Source FEG en spectrométrie WDS : apports et limitations (Sandrine Mathieu, Univ. Nancy)
- Après avoir expliqué les raisons du choix d'un système EDS-WDS sur un microscope électronique à balayage équipé d'un canon FEG schottky, les différences entre les sources FEG et tungstène seront rapidement rappelées.*
- A travers plusieurs thématiques de recherche, nous verrons l'intérêt d'une source FEG sur des problèmes analytiques mais aussi les limitations d'un tel équipement.*

Vendredi 7 décembre 2012

Les techniques de microanalyse élémentaire : spectrométries EDS et WDS (suite)

- 09h00 - 09h30** Analyses d'indices matériels par MEB/EDX au profit des enquêtes judiciaires (Thierry Dodier, IRCGN, Rosny/Bois)
- Pour les besoins des enquêtes judiciaires et en complément de l'enquête policière, les investigations techniques et scientifiques mises en œuvre dans le cadre de la gestion d'une scène d'infraction permettent d'apporter certaines réponses quant à l'existence d'un crime voire d'aider la justice à déterminer l'identité de l'auteur et son mode opératoire. À partir de ces investigations, de nombreux indices matériels sont collectés aux fins d'analyses dans les laboratoires criminalistiques.*
- Le recours à la technique de la microscopie électronique à balayage et de la microanalyse X est impératif et incontournable pour rechercher, identifier et caractériser certains de ces éléments matériels, comme les particules de résidus de tir d'arme à feu, les filaments de lampes à incandescence pour déterminer leur état de fonctionnement au moment d'un accident de la circulation routière, les diatomées pour diagnostiquer la thèse d'une noyade...*

09h30 - 10h00 Analyse de couches très minces par WDS - Corrélation aux analyses Auger et SIMS (Frédéric Christien, Polytech' Nantes)

Nous présentons ici des mesures de couches de ségrégation interfaciale par WDS dans le système nickel-soufre. Les concentrations de soufre mesurées sont de quelques dizaines de ng/cm², ce qui représente des fractions de monocouches atomiques. Les analyses, réalisées sur des surfaces de ruptures, ont nécessité la mise au point d'un protocole expérimental prenant en compte l'angle d'inclinaison de la surface (tilt), évalué grâce à la mesure du courant absorbé.

Nous proposons une comparaison des mesures de ségrégation, obtenues sur les mêmes échantillons, par WDS, spectrométrie d'électrons Auger et SIMS (Secondary Ion Mass Spectroscopy).

10h00 - 10h30 Pause

10h30 - 11h00 Cartographies X : de la genèse aux tous derniers développements. A quoi peut-on s'attendre ? (Fabrice Gaslain, Mines ParisTech' Evry)

Depuis la généralisation des détecteurs EDS utilisant la technologie SDD, qui peuvent acquérir un nombre de données importantes avec une bonne résolution, la cartographie X est devenue une fonctionnalité indispensable voire inévitable sur tous les nouveaux systèmes de microanalyse X. Elle permet aux chercheurs d'évaluer rapidement la répartition des éléments et ainsi d'avoir une vue générale sur la composition d'un échantillon.

Mais derrière cette fonctionnalité ou plutôt cet ensemble de fonctionnalités très intéressantes, que se cache-t-il vraiment ? Nous verrons l'ensemble des stratégies d'acquisitions de données existantes et les différentes stratégies de traitements des spectres X disponibles. Pour chaque méthode d'acquisition et traitement, nous présenterons leurs avantages et leurs inconvénients. Nous ferons également le point sur les derniers développements qui peuvent être disponibles sur les nouveaux systèmes commercialisés actuellement.

Autres techniques de caractérisation dans le MEB

11h00 - 11h30 Microfluorescence X dans le MEB : principe, apports, comparaison avec l'EDS (Mathias Procop, IFG Institute Berlin)

X-ray fluorescence spectroscopy (XRF) belongs to the analytical methods having the lowest minimum detection limits. Knowing this researchers attempted a soon as EDX spectrometers became commercially available to combine electron and photon excited X-ray spectroscopy in the scanning electron microscope (SEM). The SEM itself was used as the X-ray tube, but its low power in the μ W range resulted in long spectrum acquisition times. Recent developments of small power (30 to 50 W) micro-focus X-ray tubes and focussing polycapillary X-ray optics enable a much more efficient excitation of X-ray fluorescence and, moreover, focussing the primary X-rays down to about 50 microns. X-ray tube and optics form a micro-focus X-ray source which has been commercially available as attachment to any SEM since a few years. Fluorescence spectra are measured with the existing EDX spectrometer at count rates comparable with electron beam excitation. The advantage to have XRF as a second analytical method with the SEM is not only the lower detection limit, but also the extension of the measurable spectrum range up to 40 keV and the detection of elements or objects buried a few microns beneath the specimen surface.

The presentation explains the operation of the micro-focus X-ray source, similarities and differences in spectrum processing and quantification in comparison with electron beam excitation and gives finally a few examples of application.

11h30 - 12h00 La Cathodoluminescence dans le MEB: principe, appareillage, imagerie et application de la CL à l'étude des micro et nanostructures de semiconducteurs à large bande interdite (Pierre-Marie Coulon, CRHEA Sophia-Antipolis)

La cathodoluminescence (CL) est une des techniques spectroscopiques de microcaractérisation des matériaux pouvant équiper un microscope électronique à balayage. Après une brève présentation de notre laboratoire le CRHEA et de notre activité de recherche, nous introduirons le principe de la CL. Nous présenterons par la suite l'appareillage couplé au MEB ainsi que l'imagerie de cathodoluminescence et ses résolutions.

La cathodoluminescence installée au laboratoire servant plus pour la caractérisation de matériaux que pour des études de spectroscopie fine, nous montrerons différents résultats obtenus au laboratoire sur des micro et nanostructures de semiconducteurs à large bande interdite. Nous regarderons par exemple la qualité optique de microfils de GaN épitaxiés sur saphir, ou encore nous étudierons la variation de la contrainte pour un film de GaN coalescé à partir de nanofils. Enfin nous analyserons les différents défauts présents dans un film semi-polaire de GaN épitaxié sur un substrat saphir patterné.

12h00 - 14h00 Déjeuner libre

14h00 - 14h30 Tomographie X dans le MEB (Pascal Gounet, ST Ericsson Grenoble)

Cet exposé traitera de la mise en place d'un système XRay embarqué dans un MEB/FIB. Ce système permet de faire de l'imagerie 2D ainsi que de la tomographie d'échantillon.

Seront discutés la mise en oeuvre de ce système à l'intérieur du laboratoire ST-Ericsson à Grenoble, des cas d'analyses typiques et les préparations d'échantillons associés.

Des premiers résultats seront également à l'ordre du jour (cas de semi-conducteur).

14h30 - 15h00 Couplage MEB-Raman : principe, technologie, applications (G. Wille, BRGM Orléans)

Le MEB et la microanalyse sont très utilisés en géosciences, pour la caractérisation morphologique et chimique des minéraux et matériaux.

La micro-spectroscopie Raman tient également une part importante dans la caractérisation physico-chimique des matériaux et minéraux. Cette spectroscopie vibrationnelle fournit des données importantes en chimie structurale. Elle permet notamment d'identifier des phases minérales, de différencier des polymorphes (composition chimique identique mais structure cristalline différente)... Elle est également couramment utilisée pour la détermination du degré d'ordre des matériaux carbonés entre amorphe et cristallisé, la caractérisation des pierres précieuses en gemmologie ou l'étude des inclusions ...

Le couplage de la microscopie électronique, de la microanalyse et de la micro-spectroscopie Raman offre donc de nouvelles capacités en permettant d'analyser le même objet à la même échelle, en couplant les informations d'imagerie et d'analyse élémentaire du MEB-EDS, et les informations de chimie structurale du spectromètre Raman.

Après une présentation des différents aspects techniques et des spécificités de l'analyse couplée, nous présenterons différents exemples d'application de l'utilisation combinée pour la caractérisation de micro-phases dans des roches, l'analyse de défauts dans des bio-carbonates... Nous montrerons également l'apport d'autres techniques liées au MEB, complémentaires de l'utilisation couplée MEB-Raman.

15h00 - 15h30 EBSD : principes généraux, courant et vitesse d'acquisition. (François Brisset, Univ.Paris-Sud, Orsay)

Ce dernier exposé des journées pédagogiques du GN-MEBA de 2012 traitera d'une méthode d'analyse maintenant assez bien développée au sein de laboratoires tant publics que privés. En effet, depuis le début des années 1990, l'EBSD s'est considérablement développée pour passer

d'une technique que l'on pouvait alors qualifier de manuelle et exclusivement réservée à des spécialistes à une technique automatique pouvant être facilement mise en oeuvre et largement utilisée. Pourtant, des connaissances poussées en cristallographies et en science des matériaux aideront fortement à l'interprétation en profondeur des résultats.

Au cours de cet exposé, nous rappellerons les principes des bases de la technique EBSD et nous présenterons quelques données relatives aux vitesses d'acquisition en fonction des courants de sonde disponibles, en particulier, sur les microscopes électroniques à balayage.

15h30 - 16h00 Table ronde sur les exposés et questions diverses