

Analyses combinées WDS/EDS au MEB

Marc Briant^{a,*}, David Balloy^b,

^a Elexience, 9, rue des Petits-Ruisseaux BP 61 91371 Verrières-le-buisson Cedex, France ; e-mail: m.briant@elexience.fr

^b Ecole Centrale de Lille BP 48, 59651 Villeneuve d'Ascq cedex, France ; david.balloy@ec-lille.fr

Résumé

En raison de leur souplesse et de leur simplicité d'utilisation, les spectromètres EDS (Energy Dispersive Spectrometry) se sont largement répandus dans le domaine de la microanalyse X. Cependant, la faible résolution spectrale et les limites de détection de ces détecteurs peuvent poser des problèmes d'analyse. L'autre grande famille de détecteurs, les spectromètres WDS (Wavelength Dispersive Spectrometry), sont plus performants en termes de résolution et de limite de détection. Mais cette technique d'analyse étant séquentielle, elle peut s'avérer être très longue. Aussi il est apparu intéressant de combiner ces deux types de spectromètres afin de tirer avantage des deux. L'analyse combinée WDS et EDS n'est pas pratiquée de façon courante car rares sont les microscopes équipés des deux détecteurs [1]. Cependant ce type d'analyse présente un intérêt certain pour analyser des éléments en trace, pour éviter les superpositions de raies et enfin pour gagner du temps. Les éléments majoritaires ou ne présentant pas de difficulté seront analysés en EDS alors que dans les autres cas, le spectromètre WDS sera utilisé.

Le dispositif expérimental utilisé est composé du MEB Hitachi S-3600/N, d'un spectromètre EDS « silicon drift » (SDD) et d'un spectromètre WDS « MAXray », tous deux Thermo Fisher. Le choix du détecteur SDD a été fait en raison de son aptitude à garder sa résolution spectrale, même à fort taux de comptage. Le MAXray est un spectromètre WDS particulier puisqu'il s'agit d'un PBS (Parallel Beam Spectrometer).

Le principe de fonctionnement du MAXray fera l'objet de la première partie de cet exposé. L'analyse combinée WDS-EDS y sera également présentée.

Les résultats des analyses combinées seront exposés dans la seconde partie. Dans un premier temps l'étude d'un échantillon de référence, un mélange Ni-Cu-Zn, permettra de montrer la validité de l'analyse combinée. En effet, la composition de cet échantillon est bien connue car il a fait l'objet de nombreuses analyses notamment à l'aide de microsondes de Castaing et de spectromètres EDS [2]. Il est possible d'analyser les éléments Ni-Cu-Zn soit à partir des raies d'émission L soit à partir des raies K. L'analyse utilisant les raies K est plus précise, mais leur excitation nécessite une tension d'accélération beaucoup plus importante, ce qui conduit à des volumes d'interaction plus importants. Cela peut être pénalisant pour la caractérisation de matériaux polyphasés de structures petites. L'analyse combinée a été réalisée en détectant les raies L des éléments minoritaires (Ni-Zn) avec le spectromètre WDS et la raie K du Cu avec le spectromètre EDS. Les valeurs des titres massiques mesurées par l'analyse combinée se situent entre celles obtenues sur les microsondes de Castaing en n'utilisant que les raies K et celles obtenues en n'utilisant que les raies L.

Enfin, les résultats de l'analyse combinée obtenus sur un échantillon contenant les éléments Fe, Si et W seront présentés. Ce matériau est polyphasé avec une microstructure assez fine. Son analyse nécessite des tensions d'accélération modérées afin de bien caractériser chacune des phases séparément. D'autre part, les titres massiques de Si (0,1<wt%<5 selon les phases) et de W (10<wt%<60 selon les phases), et la superposition de Si(K) et W(M) rendent l'analyse EDS extrêmement difficile. L'analyse de Si et W en WDS et de Fe en EDS a donné des résultats très satisfaisants.

Références

- [1] Moran K. , Wuhler R., *Microchim Acta* **155**, 59 (2006)
- [2] http://mr.gnmeba.free.fr/fichiers/reunions/gnmeba_dec05_JR_ech%20test.pdf

* Auteur à contacter