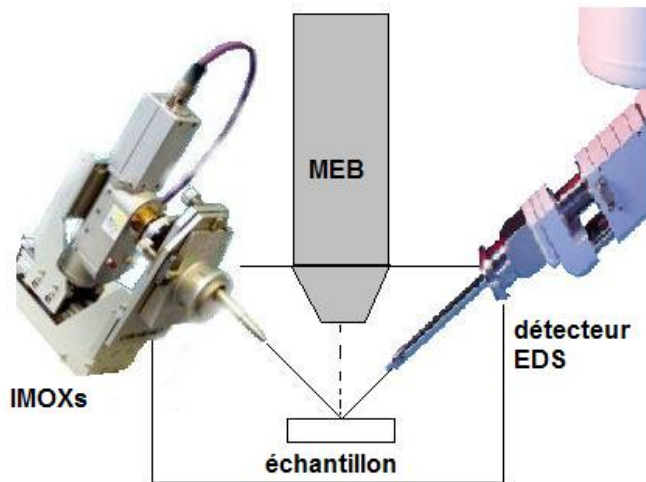


Microfluorescence X

Un microscope électronique à balayage (MEB) équipé d'un détecteur EDS permet d'analyser la composition locale d'un échantillon. Cette méthode permet de choisir la zone d'analyse dans l'image du MEB. La limite de détection est de l'ordre de 1000 à 5000 ppm (0.1 à 0.5 %) selon les éléments. Cette limite de détection est fixée par le niveau du fond continu du spectre. Ce fond continu dû au ralentissement des électrons et est donc partie intégrante de la technique.

Si on ajoute au microscope un système de microfluorescence X (μ fluX) tel que le système iMOXS, on accède à des limites de détection bien plus basses. Ceci est dû au meilleur rapport pic



sur fond fourni par une excitation par des rayons X par rapport à l'excitation par des électrons.

Le système iMOXS est constitué d'un tube à rayons X monté sur une interface du microscope. Les rayons X sont focalisés à l'aide d'un polycapillaire au centre de l'image. Le système iMOXS utilisé pour acquérir les spectres suivants fournit une taille de spot de 60 μ à plus de 40 cm de la source de rayons X. Cette dimension correspond aux plus grandes chambres de MEB.

Le système EDS de détection pour ces spectres utilisait une diode SDD (PGT) qui offre la particularité de ne pas être refroidie par de l'azote liquide.

L'ajout d'un système de μ fluX sur un MEB / EDS apporte les avantages ci-dessus qui seront illustrés par des exemples :

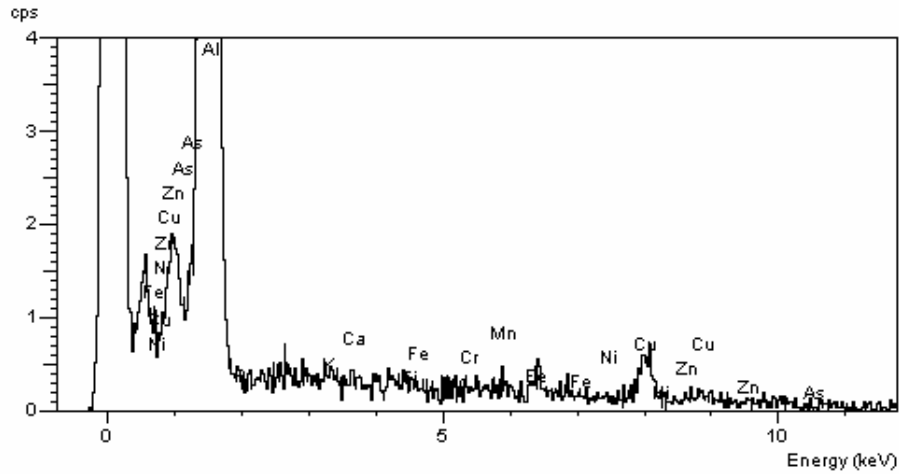
- Meilleur rapport pic / fond à partir de 2 keV
- Excitation des raies de plus haute énergie (jusqu'à 25 keV), ce qui donne accès à des éléments difficiles à analyser en EDS
- Suppression d'ambiguïtés dues à des superpositions de raies
- Meilleure statistique en cas de déconvolution

Cependant la fluorescence X est moins performantes pour exciter les éléments légers : C, N, O, F, Na, Al. L'énergie où la fluorescence devient plus efficace se trouve à environ 2 kV. Par rapport à un système de μ fluX autonome, un des intérêts de disposer de ce système sur un MEB est de permettre de combiner les avantages de l'excitation par des électrons à faible tension et par des rayons X. Enfin la comparaison des spectres EDS et μ fluX apporte des renseignements, ceci est notamment vrai pour l'analyse de couches minces.

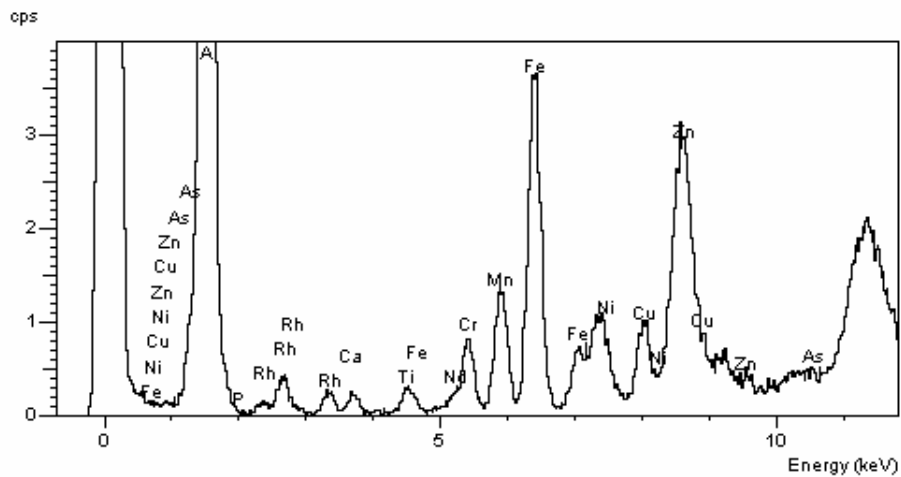
Les pages suivantes présentent des exemples d'application du système iMOXS.

Base Al fracture

Une fracture d'une base aluminium analysée en EDS a fourni le spectre suivant : (tension 20 kV).
On aperçoit des traces de fer et de cuivre.



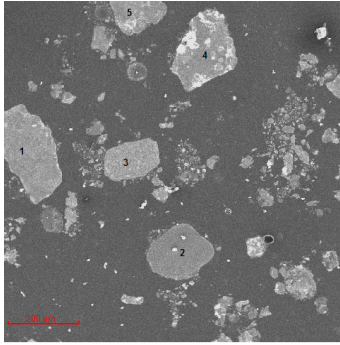
Spectre EDS de la fracture Al



Spectre μfluoX de la même zone

La même zone analysée en μfluoX montre la présence de traces de Ca, Ti, Cr, Mn, Ni et Zn. Ce spectre illustre le gain de sensibilité apporté par la microfluorescence X. La présence de Rh est due à la raie émise par le tube de Rh qui fournit les rayons X.

Laitiers

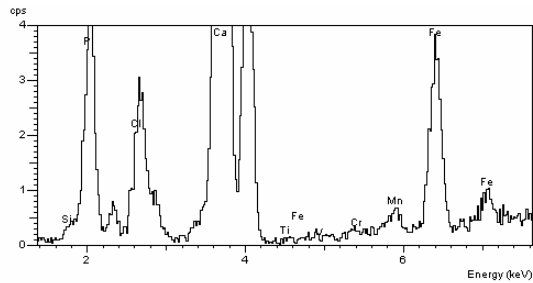
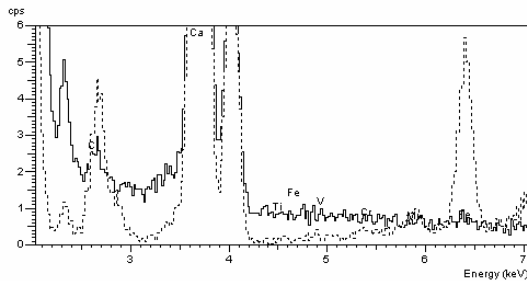


grossissement : x50 Détection SEI
Tension d'accélération : 20kV Wk distance : 0,mm Tilt : 0°
laitiers

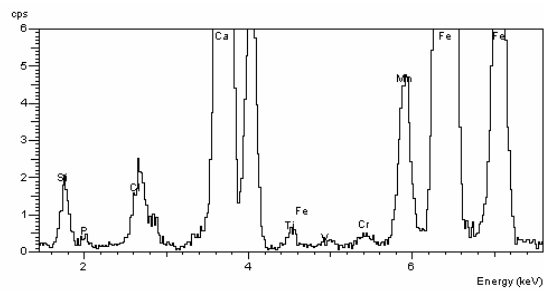
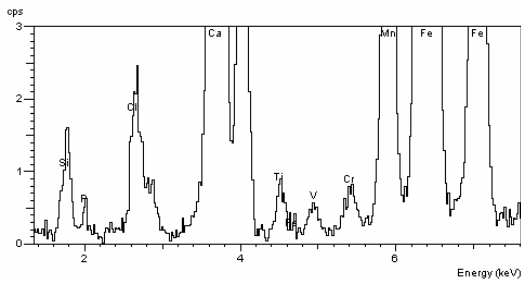
Un échantillon contenant des particules de laitiers de haut fourneau ont été analysées en EDS et en μ fluorX.

La taille des particules analysées correspond à la taille du spot du faisceau focalisé à la surface de l'échantillon (spot de 60 μ projetée à 35 degrés, soit 60 par 100 μ environ).

Les spectres ci-dessous montrent que la microfluorX permet d'accéder aux éléments tels que Fe, Mn même lorsque leur concentration n'est plus détectable par la microanalyse directe.



Particule 2 en EDS superposée à la μ fluorX et spectre μ fluorX seul



Particule 4 : spectre de μ fluorX

Particule 5 : spectre de μ fluorX

Les différences de concentration en Ti, V, Cr, Mn et Fe sont mesurables en μ fluorX alors que le signal en EDS est largement noyé dans le fond continu.