

Les effets du milieu environnemental sur la microanalyse X dans un MEBE

Le microscope électronique à balayage environnemental (MEBE) à la différence d'un MEB classique permet d'observer des échantillons hydratés, huileux ou isolants grâce à sa chambre d'analyse réglable en pression (1 à 50torr) et en température (-200 à 2000°C). Le détecteur d'électrons secondaires standard est remplacé par un détecteur gazeux, le gaz servant d'amplificateur de signal. D'abord élaboré pour les biologistes, il a offert de nouvelles possibilités dans l'analyse des matériaux, car couplé à un système de microanalyse X, il permet de faire leur analyse quantitative et qualitative. Toutefois, diriger un faisceau d'électrons dans un gaz n'est pas aisé, car un phénomène de diffusion partielle du faisceau vient accroître la contribution des zones extérieures à ce que focalise le faisceau. De plus, le gaz peut perturber l'analyse de particules de faible dimension.

L'élargissement du faisceau

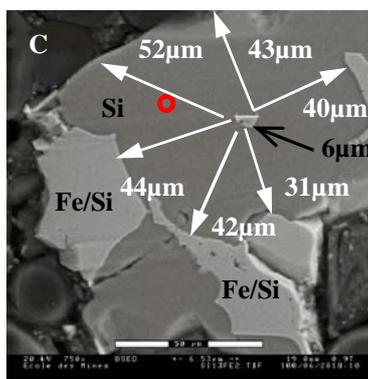


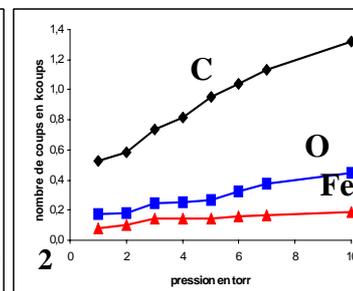
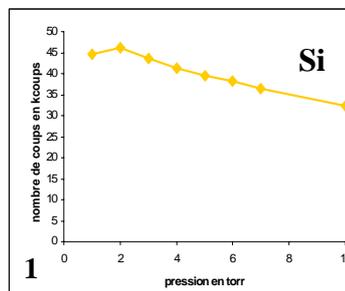
Fig.1 : particule de silicium

Pour mettre en évidence la présence de ce phénomène nous avons réalisé plusieurs acquisitions de spectre X en pointant le faisceau d'électrons sur une particule de silicium (Fig.1 symbole ○) recouverte de particules de fer. Les acquisitions sont faites en augmentant la pression de gaz (vapeur d'eau) de 1 à 15torr. On peut alors observer (graphique 1 et 2) que la diffusion partielle du faisceau avec l'augmentation de la pression influe sur l'intensité des raies des éléments détectés. En effet, la taille du faisceau augmente avec la pression et permet un accroissement de la réponse des éléments (Fe,C) environnant la zone de bombardement (○ Si) du faisceau d'électrons primaires.

La contribution des raies caractéristiques du gaz

Du fait de l'augmentation de la taille du faisceau d'électrons incidents avec la pression, on va permettre un accroissement du signal du gaz dans le spectre X, car l'interaction faisceau-gaz va être favorisée.

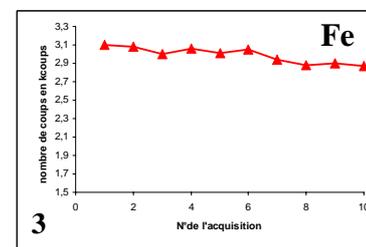
Sur le graphique 2, nous pouvons observer la présence de l'oxygène due à la présence de vapeur d'eau ainsi que l'accroissement de l'intensité de sa raie $K\alpha$ avec l'augmentation de la pression.



Graphique 1 et 2 : Variation de l'intensité des raies $K\alpha$ des éléments détectés.

Le déplacement du faisceau

Pour diminuer la limite de détection, lors de l'analyse de particules de faible dimension, il est tentant d'augmenter le temps d'acquisition du détecteur. Pourtant, nous avons montré que cela provoque une fluctuation des données de l'analyse. En effet, nous avons pointé la particule de fer (6µm) au centre de la particule de silicium (Fig.1) et nous avons réalisé 10 acquisitions successives à pression constante (1torr) sans rafraîchir l'image. On peut alors observer (graphique 3) la décroissance anormale de l'intensité de la raie du fer due à un temps d'acquisition trop long.



Graphique 3 : Intensité de la raie $K\alpha$ du fer.

En conclusion, nous pouvons souligner l'importance du milieu environnemental dans la microanalyse X des matériaux car le gaz introduit dans la chambre d'un MEBE peut, du fait de sa présence, diminuer le rapport signal sur bruit des éléments détectés, soit en favorisant la détection d'autres éléments environnants, soit en favorisant la détection de ses raies caractéristiques. Enfin, il faut noter le besoin de méthodes de corrections pour ces phénomènes ainsi que pour l'analyse de particules de faible dimension.