

# Complementariteit van Micro-XRF en SEM-EDX in materiaalonderzoek

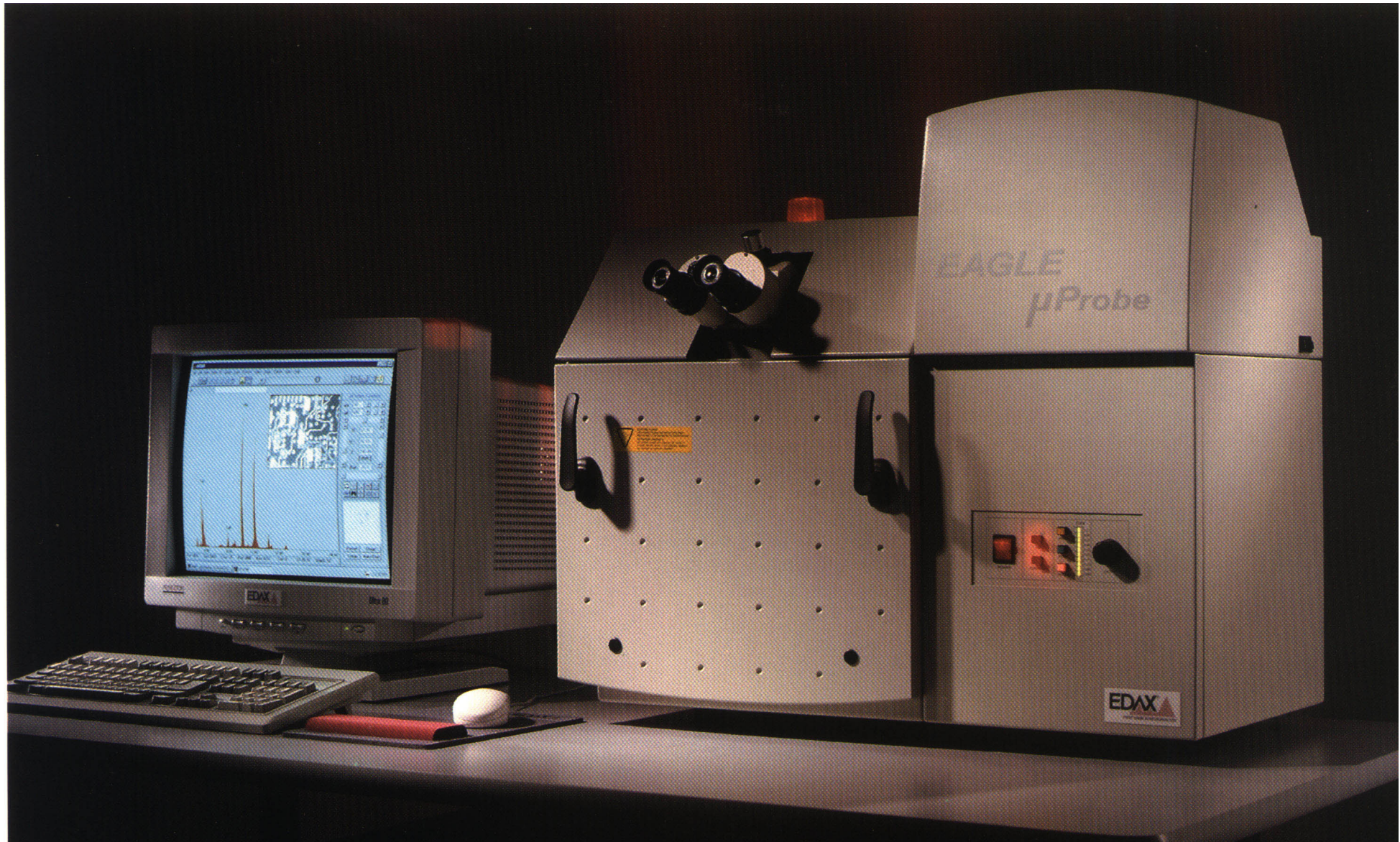


Jens Lenaerts

# Overzicht

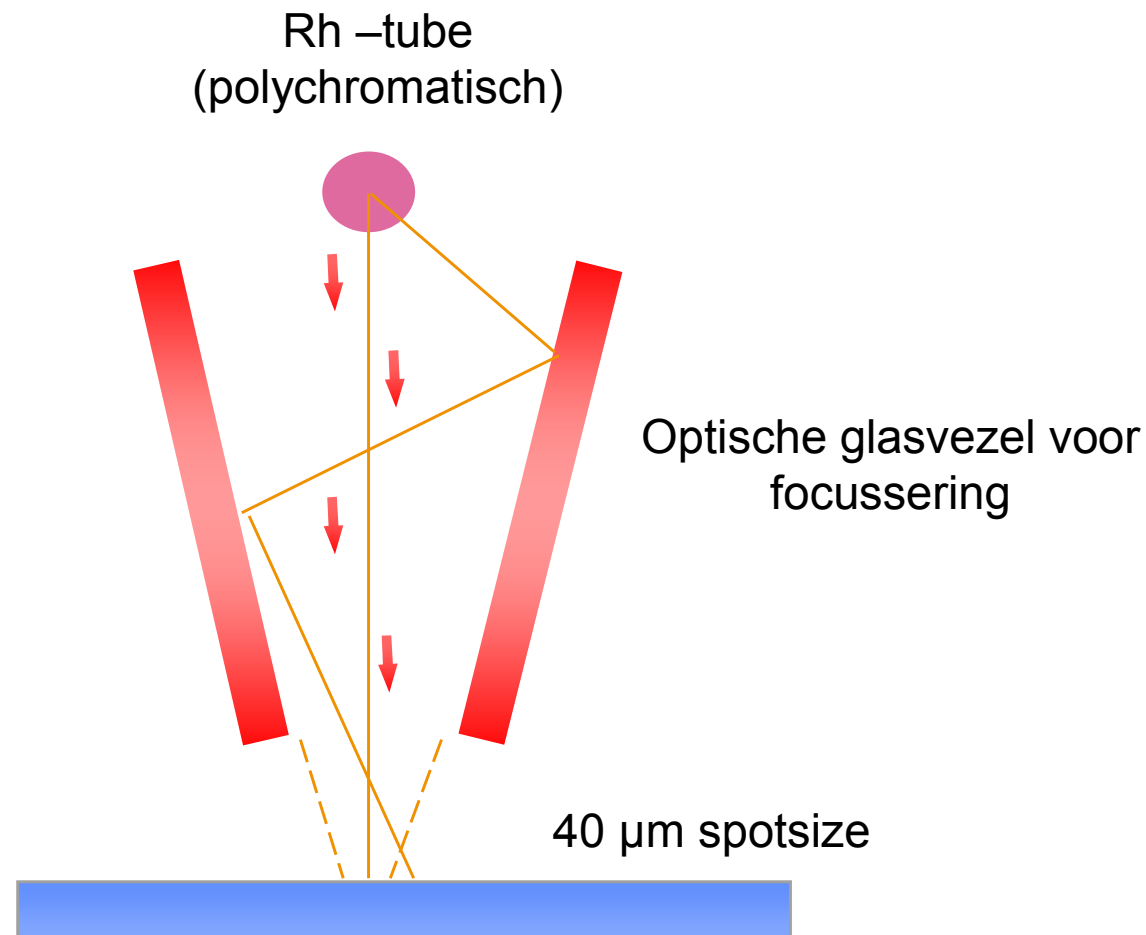
- Specificaties Micro-XRF
- Specificaties SEM-EDX
- Vergelijkende studie van Micro-XRF vs. SEM-EDX
- Toepassingen in materiaalonderzoek
  - Analyse van knotjes in papier
  - 2D mapping op europium gedopeerde Ba(Sr)(F,Br,I) fosforen
  - Analyse van zwarte punten in PET film
- Besluit

# Specificaties Micro-XRF (Eagle II)



# Specificaties Micro-XRF

- Schematische voorstelling Micro-XRF

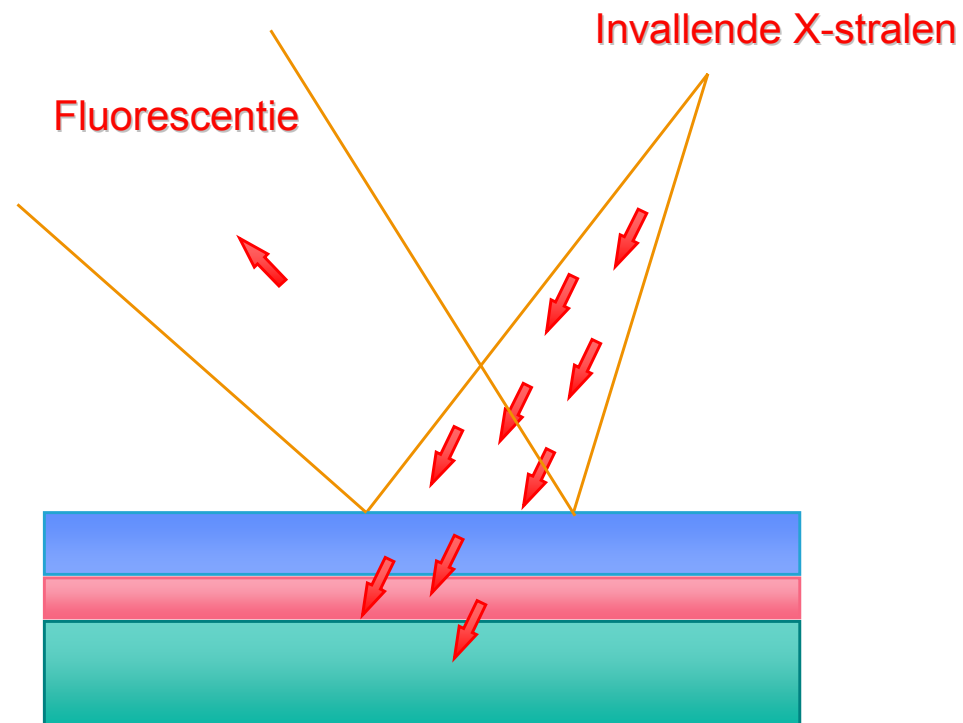


# Specificaties Micro-XRF

- Schematische voorstelling Micro-XRF

EDX detectie systeem

N<sub>2</sub> cooled SiLi detector

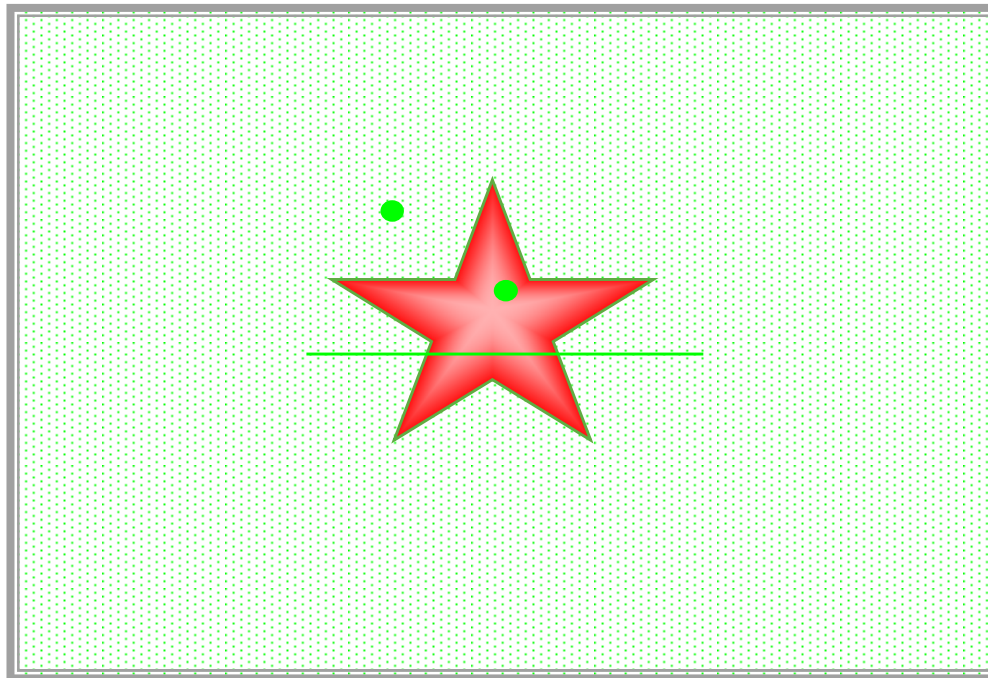


# Specificaties Micro-XRF

- Rh X-ray tube gefocusseerd tot 40  $\mu\text{m}$  spot size
- Analyse onder laag vacuüm
- Positionering met lichtmicroscop
- Sterkte van de buis: 40kV

# Specificaties Micro-XRF

- Analytische mogelijkheden
  - Spotanalyse (op en naast puntfout)
  - Lijnscan (over foutenzone of over cross sectie)
  - Mappings (2D)



# Specificaties SEM-EDX





# Specificaties SEM-EDX

- e<sup>-</sup> bundel 'mono-energetisch' – genereert secundaire X-stralen
  - Analyse onder hoog vacuüm (  $3 \cdot 10^{-6}$  mbar)
  - Positionering op basis van secundaire electronen beelden
  - Energetisch bereik 30 keV
- 
- Analytische mogelijkheden
    - Vergelijkbaar met Micro-XRF

# Vergelijk Micro-XRF en SEM-EDX

- **Micro-XRF**

- Elementrange Na - ...
- Gevoeligheid afhankelijk van instellingen X-ray tube
- Informatiediepte (afh. van matrix – grotere penetratiediepte voor X-rays in vgl tot e<sup>-</sup>)
- Laterale resolutie 40 µm (niet instelbaar)
- Analyse op geleidende en niet geleidende substrata
- Positionering op basis van microscoop beelden

- **SEM-EDX**

- Elementrange C - ...
- Gevoeligheid afhankelijk van energie e<sup>-</sup>
- Informatiediepte ook matrix afh.
- Laterale resolutie +/- 100 nm (instelbaar)
- Analyse enkel op geleidende substrata (staalprep)
- Positionering op basis van SE-beeld (topografie)

# Vergelijk Micro-XRF en SEM-EDX

- **Micro-XRF**

- Elementrange Na - ...
- Gevoeligheid afhankelijk van instellingen X-ray tube
- Informatiediepte (afh. van matrix – grotere penetratiediepte voor X-rays in vgl tot  $e^-$ )
- Laterale resolutie 40  $\mu\text{m}$  (niet instelbaar)
- Analyse op geleidende en niet geleidende substrata
- Positionering op basis van microscoop beelden

- **SEM-EDX**

- Elementrange C - ...
- Gevoeligheid afhankelijk van energie  $e^-$
- Informatiediepte ook matrix afh.
- Laterale resolutie +/- 100 nm (instelbaar)
- Analyse enkel op geleidende substrata (staalprep)
- Positionering op basis van SE-beeld (topografie)

# Vergelijk Micro-XRF en SEM-EDX

- **Micro-XRF**

- Elementrange Na - ...
- Gevoeligheid afhankelijk van instellingen X-ray tube
- Informatiediepte (afh. van matrix – grotere penetratiediepte voor X-rays in vgl tot e<sup>-</sup>)
- Laterale resolutie 40 µm (niet instelbaar)
- Analyse op geleidende en niet geleidende substrata
- Positionering op basis van microscoop beelden

- **SEM-EDX**

- Elementrange C - ...
- Gevoeligheid afhankelijk van energie e<sup>-</sup>
- Informatiediepte ook matrix afh.
- Laterale resolutie +/- 100 nm (instelbaar)
- Analyse enkel op geleidende substrata (staalprep)
- Positionering op basis van SE-beeld (topografie)

# Vergelijk Micro-XRF en SEM-EDX

- **Micro-XRF**

- Elementrange Na - ...
- Gevoeligheid afhankelijk van instellingen X-ray tube
- Informatiediepte (afh. van matrix – grotere penetratiediepte voor X-rays in vgl tot e<sup>-</sup>)
- Laterale resolutie 40 µm (niet instelbaar)
- Analyse op geleidende en niet geleidende substrata
- Positionering op basis van microscoop beelden

- **SEM-EDX**

- Elementrange C - ...
- Gevoeligheid afhankelijk van energie e<sup>-</sup>
- Informatiediepte ook matrix afh.
- Laterale resolutie +/- 100 nm (instelbaar)
- Analyse enkel op geleidende substrata (staalprep)
- Positionering op basis van SE-beeld (topografie)

# Vergelijk Micro-XRF en SEM-EDX

- **Micro-XRF**

- Elementrange Na - ...
- Gevoeligheid afhankelijk van instellingen X-ray tube
- Informatiediepte (afh. van matrix – grotere penetratiediepte voor X-rays in vgl tot e<sup>-</sup>)
- Laterale resolutie 40 µm (niet instelbaar)
- Analyse op geleidende en niet geleidende substrata
- Positionering op basis van microscoop beelden

- **SEM-EDX**

- Elementrange C - ...
- Gevoeligheid afhankelijk van energie e<sup>-</sup>
- Informatiediepte ook matrix afh.
- Laterale resolutie +/- 100 nm (instelbaar)
- Analyse enkel op geleidende substrata (staalprep)
- Positionering op basis van SE-beeld (topografie)

# Vergelijk Micro-XRF en SEM-EDX

- **Micro-XRF**

- Elementrange Na - ...
- Gevoeligheid afhankelijk van instellingen X-ray tube
- Informatiediepte (afh. van matrix – grotere penetratiediepte voor X-rays in vgl tot e<sup>-</sup>)
- Laterale resolutie 40 µm (niet instelbaar)
- Analyse op geleidende en niet geleidende substrata
- Positionering op basis van microscoop beelden

- **SEM-EDX**

- Elementrange C - ...
- Gevoeligheid afhankelijk van energie e<sup>-</sup>
- Informatiediepte ook matrix afh.
- Laterale resolutie +/- 100 nm (instelbaar)
- Analyse enkel op geleidende substrata (staalprep)
- Positionering op basis van SE-beeld (topografie)

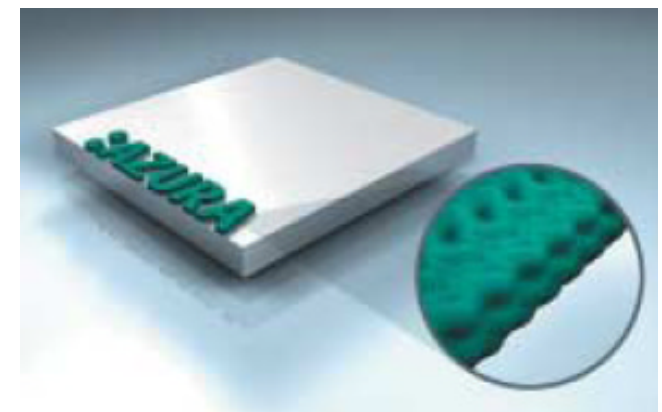
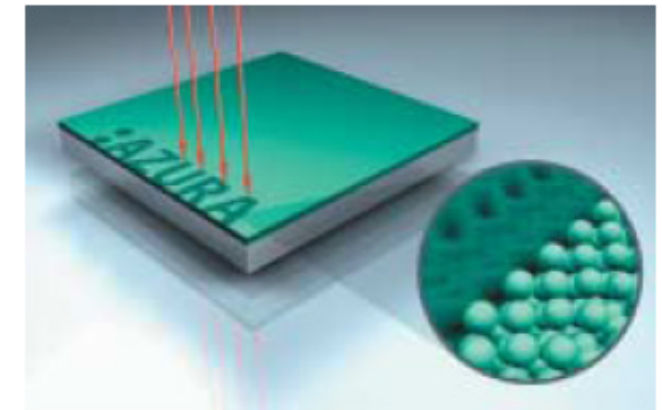
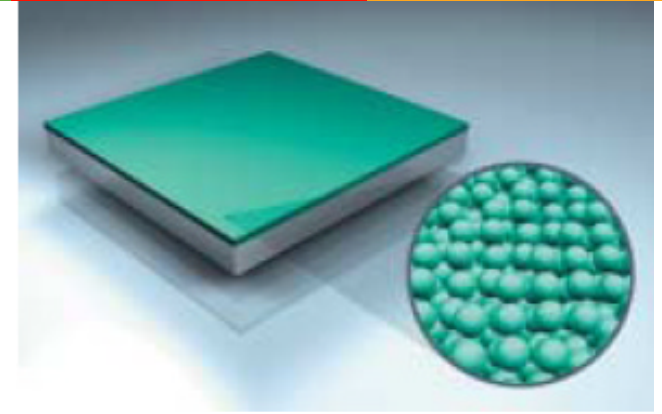
# Micro-XRF toepassingen

- Overzicht van toepassingen:
  - Analyse van deeltjes in papier
  - Elementdistributie in Ba(Sr) (F,Br,I) poeders (2D-mapping)
  - Analyse van deeltjes in PET film



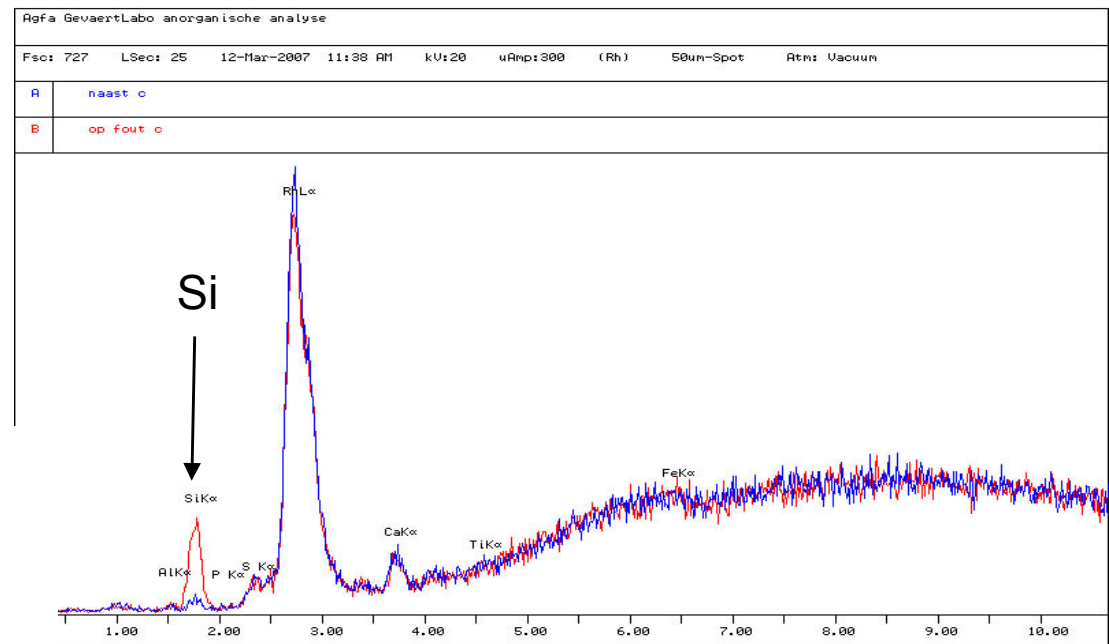
# Toepassing 1: deeltjes in papier

- Toepassingsgebied:
  - Tussenlegpapier bij printplaten:  
Aluminium substrata met organische coating
  - Functie is bescherming van de organische coating, vermijden van kleven van de platen
  - Probleem van knotjes in papier zijn krassen die optreden in de organische coating



# Toepassing 1: deeltjes in papier

- Analyse papier:
  - Combinatie van Micro-XRF (1) en FTIR (2) (duidelijk complementair)
  - Terugvinden van de fout op basis van microscoopbeeld is tamelijk eenvoudig (afzetting blauwe kleur door overdracht van plaat)



SiO<sub>2</sub> gedetecteerd in FTIR  
Na afzonderen van het deeltje

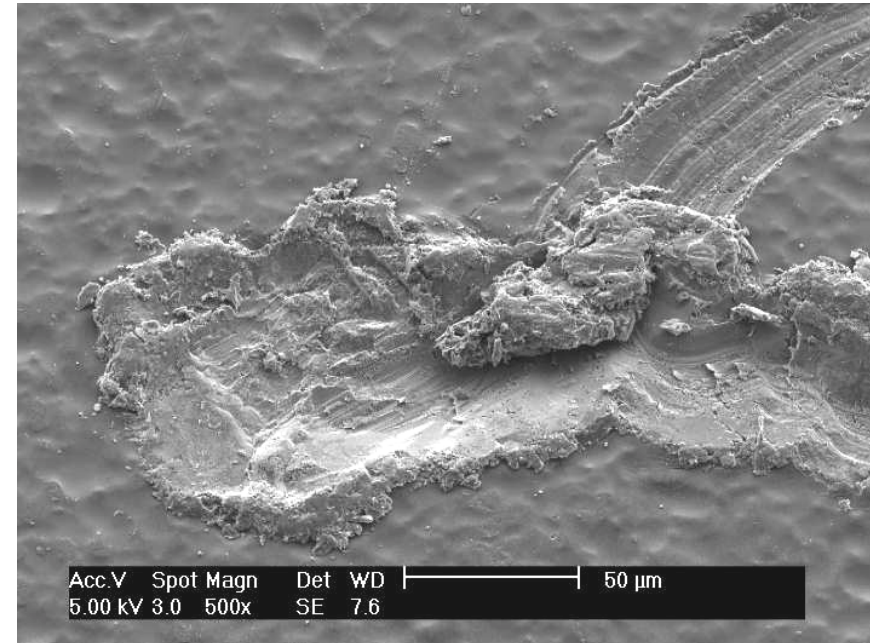
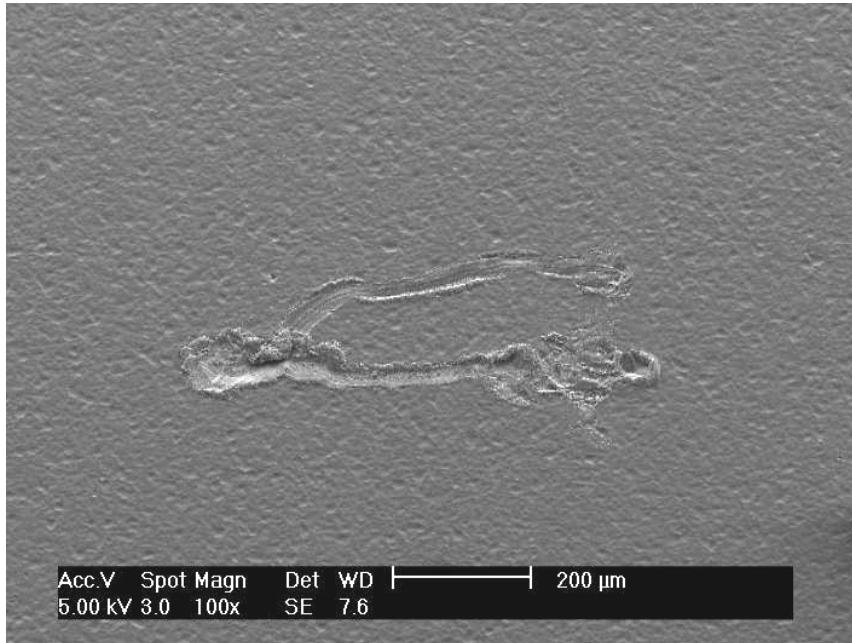
nt 25 oktober 2007

# Toepassing 1: deeltjes in papier

- Waarom Micro-XRF i.p.v. SEM ?
  - Niet geleidend substraat
  - Retrievability is vermoedelijk een probleem voor SEM – eventueel via verdikking wel terug te vinden
  - Deeltjes zitten vaak in de massa (SEM mogelijk te beperkt qua info diepte) – staalpreparatie noodzakelijk om deeltje aan het oppervlak te brengen
  - Snelheid van analyse (opstart) is beter bij Micro-XRF

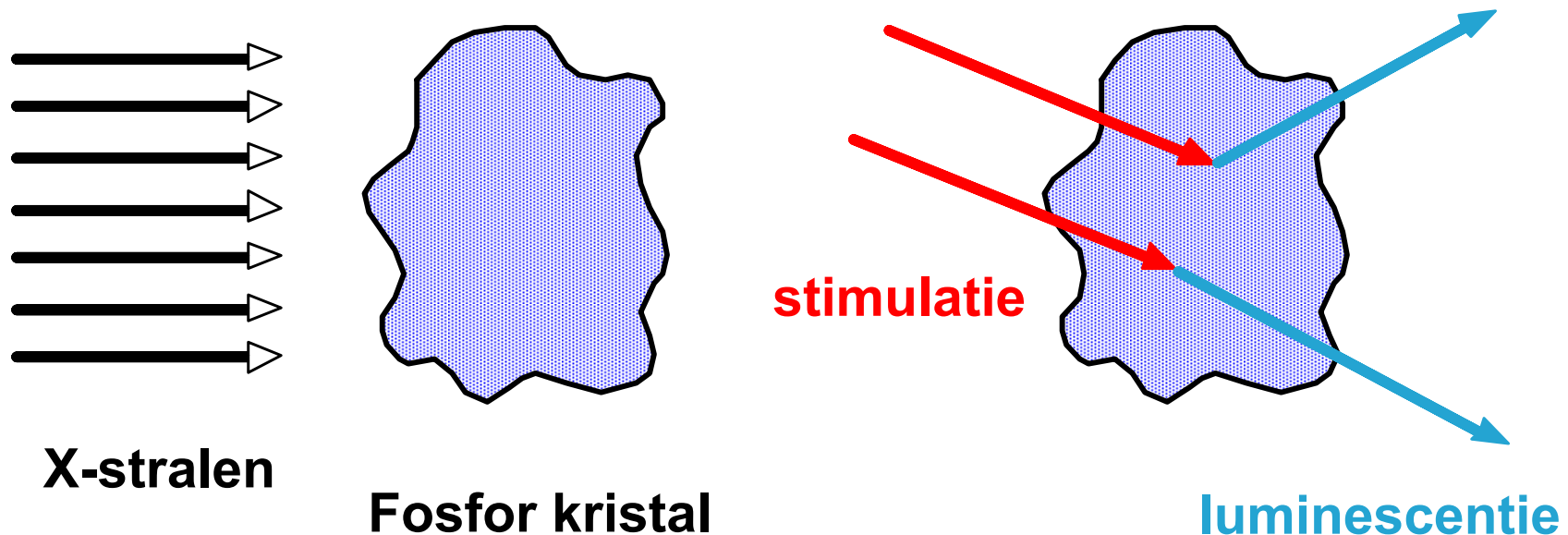
# Toepassing 1: deeltjes in papier

- Analyse van beschadiging op de plaat meest aangewezen via SEM - (EDX)



# Toepassing 2: Ba(Sr)(F,Br,I) (2D mapping)

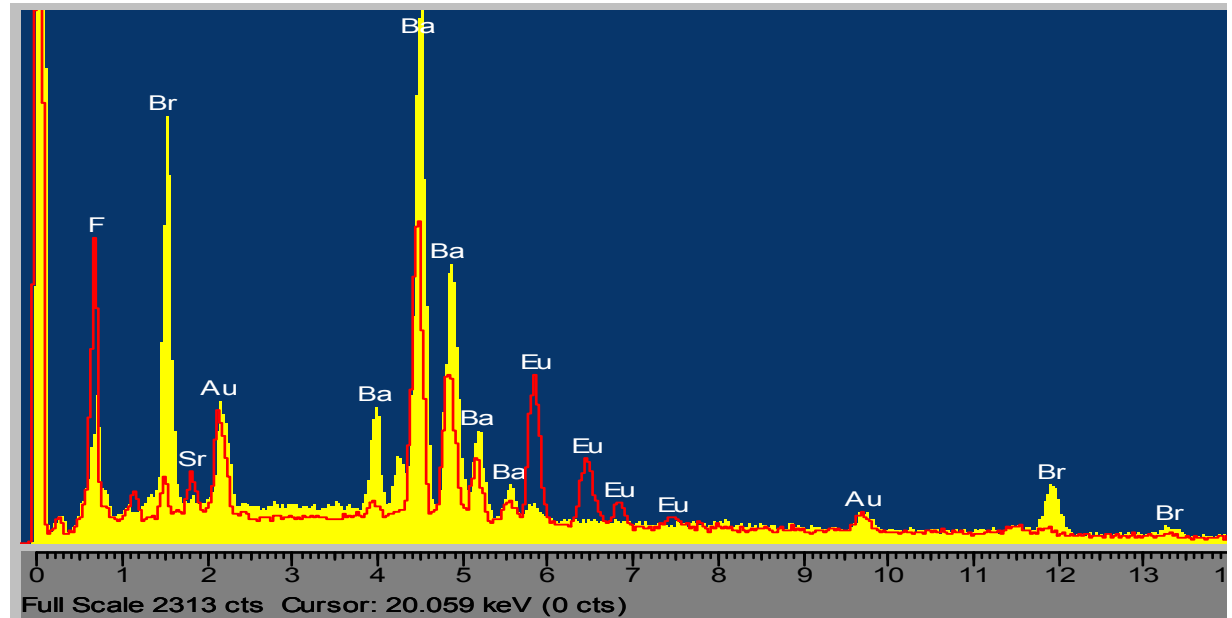
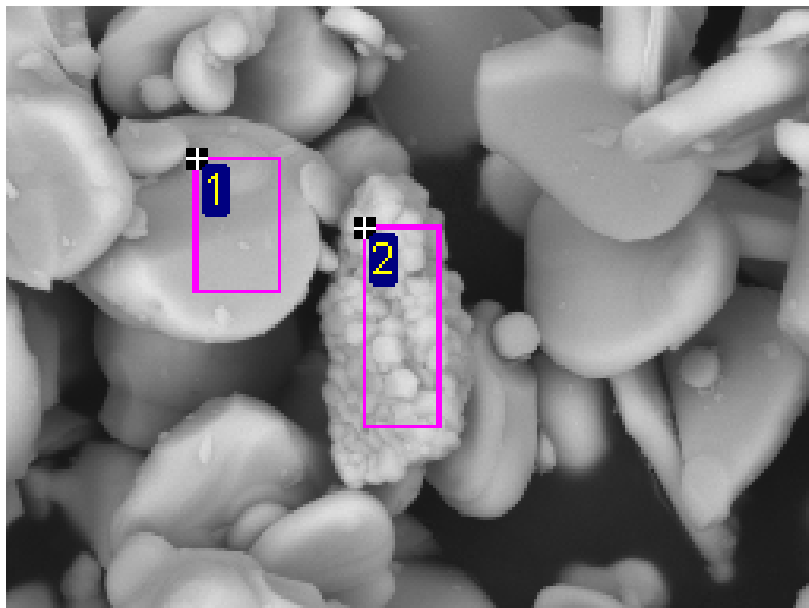
- Toepassingsgebied:
  - Fosforen voor medische beeldvorming bestaande uit Eu gedopeerde Ba(Sr)(Br,F,I) poeders



- Synthese via thermische stook @ 800 - 850° C
- Homogeniteit van de systemen is van belang

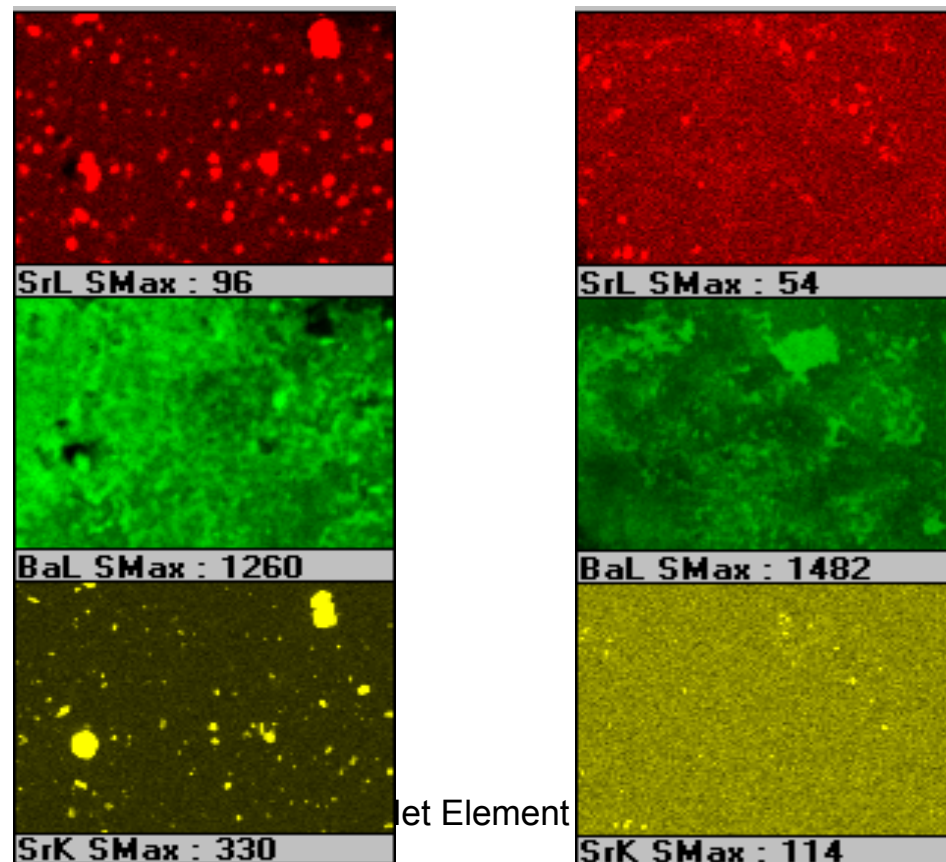
# Toepassing 2: Ba(Sr)(F,Br,I) (2D mapping)

- Studie van Ba(Sr)(F, Br,I) met SEM-(EDX)
  - Analyse op een veld van +/- 100  $\mu\text{m}^2$
  - Na inzoomen is er duidelijk heterogeniteit aantoonbaar (zowel morfologisch als chemische samenstelling)
  - Steeds een lokaal beeld, moeilijk statistische info uit af te leiden
  - Duidelijk visuele voorstelling van verschillen in morfologie en grootte



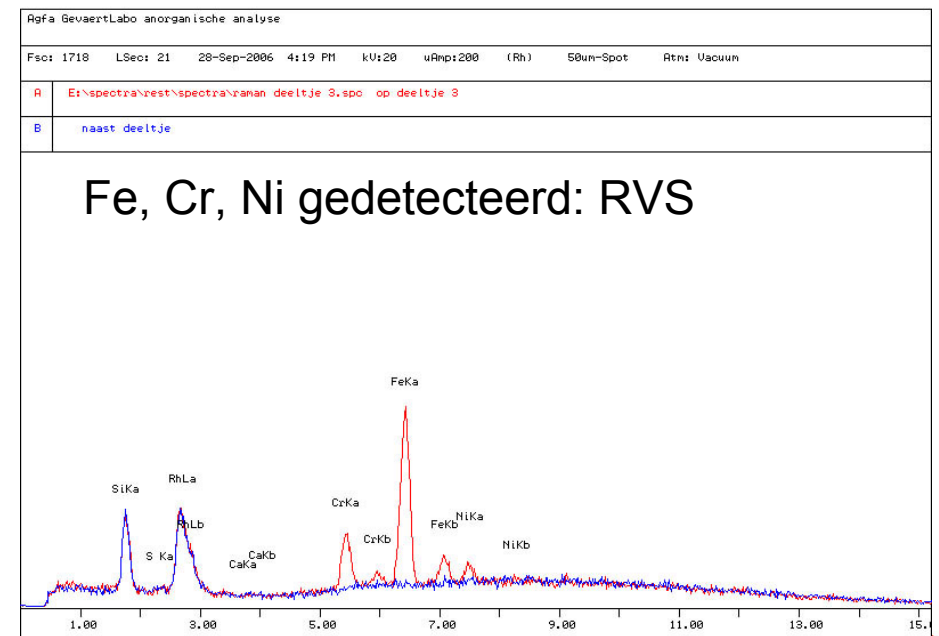
# Toepassing 2: Ba(Sr)(F,Br,I) (2D mapping)

- Studie van Ba(Sr)F<sub>2</sub> uitgangspunt met Micro-XRF
  - Mapping over een veld van mm<sup>2</sup>
  - Ook duidelijk heterogeniteiten aantoonbaar (a.d.h.v. spikes)
  - Verschillend # spikes voor verschillende stalen
  - Statistisch beter dan SEM, maar morfologisch geen info



# Toepassing 3: deeltjes in PET film

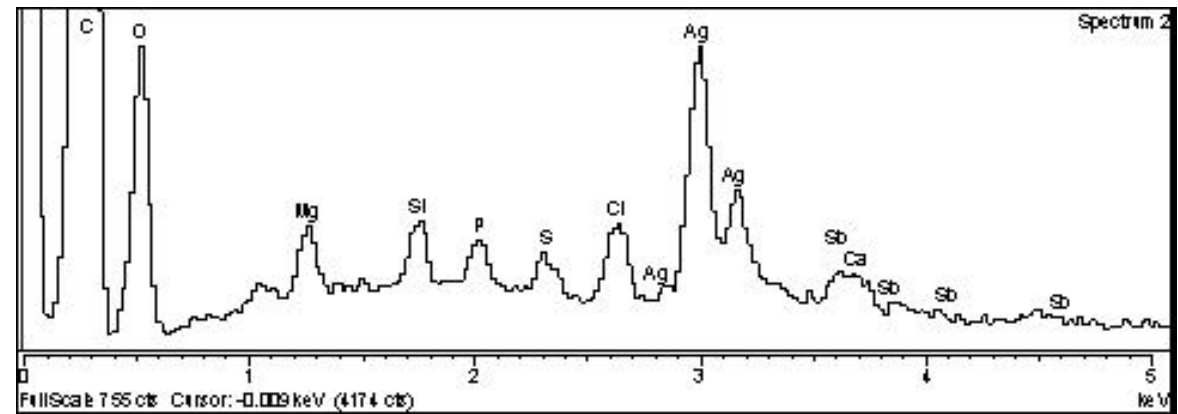
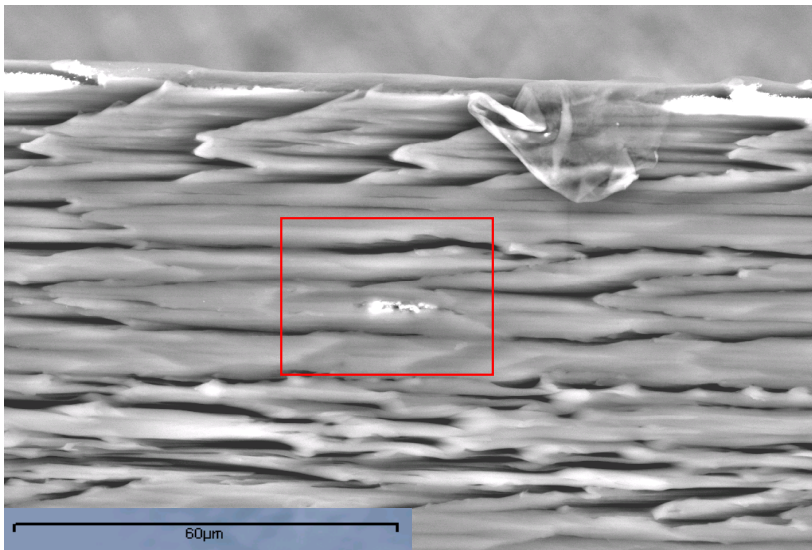
- Zwarte punten in PET :
  - Deeltjes in de PET massa – niet topografisch te herkennen
  - Micro-XRF analyse rechtstreeks op film voor deeltjes tot +/- 30  $\mu\text{m}$  groot
  - Informatiediepte is geen probleem
  - Anorganische identificatie in enkele minuten





# Toepassing 3: deeltjes in PET film

- SEM-EDX analyse: rechtstreekse analyse is moeilijk want
  - Lokalisatie deeltje niet voor de hand liggend
  - Staal moet geleidbaar gemaakt worden
  - Beperkte indringdiepte  $e^-$  bundel (enkele  $\mu\text{m}$ )
- SEM-EDX biedt wel extra info op coupe
  - Exacte positie van het deeltje in de diepte
  - Toepasbaar op kleinere deeltjes



- Keuze tussen SEM-EDX en Micro-XRF is duidelijk afhankelijk van het probleem en wordt bepaald door volgende factoren:
  - Grootte van het te onderzoeken staal
  - Positie van het te onderzoeken gebied (in of op een materiaal)
  - Gewenste gevoeligheid
  - Lokale analyse of eerder statistische uitspraken
  - Gewenste snelheid