**Une image contenant texte, graphisme, affiche, Graphique

Description générée automatiquement**

*Toute utilisateur du FEG-SEM QUATTRO s’engage à :*

* *Avoir suivi la formation théorique de 2 jours sur l’instrument*
* *Avoir validé les 2 journées de prise en main individuelle supervisées*
* *Avoir lu la présente notice d’utilisation*
* *S’Y CONFORMER*
* *Remplir le cahier de manip à chaque séance.*

**Règles de sécurité (ce n’est pas négociable) :**

* Les contaminations de la chambre (en particulier les poussières) sont les principales causes de pannes graves sur la colonne / détecteurs
* **Gants** pour manipuler plots / lames et supports
* Nettoyage plots éthanol (si possible) + **air comprimé systématique** (soufflette) sur plots / lames montés sur support **avant insertion dans la chambre**.
* Toujours vérifier que **le capillaire XRF est rétracté (+10 mm)** en début de séance (image IR).

🡺 Risque de collision grave avec l’échantillon ou le BSE rétractable.

Par ailleurs, ne jamais monter/démonter le BSE-GAD avec le capillaire XRF inséré (attention au passage du câble du GAD, il ne faut jamais toucher ni même effleurer le capillaire : il est recommandé de demander à un membre de la plateforme d’effectuer l’opération).

* **Toujours rétracter les détecteurs EDS** 
  + AVANT de casser le vide,
  + Lors des passages Low-vac / High-vac
  + De façon générale, lorsqu’on ne s’en sert plus.
* Après pompage, **la toute première action** est toujours **de lier WD ⬄ Z** (ce qui active les sécurités automatiques anticollision).
* Toujours déclarer les accessoires insérés manuellement avant pompage de la chambre.
* Utilisation des accessoires avec cône (cônes Low-vacc/Low-keV, Low-vac/X-ray, BSE-GAD) :

En raison de la faible distance entre le cône et la WD (parfois < 2mm…) **tout déplacement latéral doit se faire sous contrôle de la caméra IR** pour éviter tout risque de collision.

**Raccourcis :**

* F3 = Mode Oscilloscope : contraste/intensité fin sur image (20 < gamme < 80%)
* F5 = Mode plein écran du quadrant sélectionné (ctrl-F5 sur le 2e écran).
* F7 = Mode fenêtré : optimisation du signal pour réglages
* F9 = Auto-contraste
* F12 = Rotation faisceau / (ctrl) rotation platine compucentrique

**Apertures :**

* **N°7 = 30 µm** : Imagerie / Imagerie haute résolution
* N°6 = 30 µm – INTERDIT
* **N°3 = 100 µm** : Analyse élémentaire rapide (spots / cartographies)

**Distances de travail (WD) :**

* **10 mm** : REGLAGES FAISCEAU et Imagerie
* **11 mm** : µ-fluorescence X
* **11.8 mm** : EDS

**Le microscope :**

**Une image contenant machine, texte, intérieur, câble

Description générée automatiquement**

**L’interface :**

Une image contenant texte, capture d’écran

Description générée automatiquement Le serveur xT :

Cette fenêtre est toujours ouverte en arrière-plan. En cas de plantage, l’interface de contrôle se relance via « Start UI » « Stop UI ».

Si les voyants sont gris, prévenir l’un des membres de la plateforme.

**/!\ Ne jamais mettre le MEB en stand-by /!\**

**Une image contenant capture d’écran, texte, Logiciel multimédia, Logiciel de graphisme

Description générée automatiquement**

**I - Séquence de démarrage :**

**--- NETTOYAGE ECHANTILLON + SUPPORT + GANTS ---**

1. **Vérifier sur quadrant IR que tous les détecteurs sont rétractés (EDS + µ-fluo).**

****

1. Importer les paramètres de base de l’interface (« Standard Parameters »).



1. Ouvrir l’Interface de changement d’échantillon :
   1. Régler dans « File saving settings » : choisir le répertoire de travail (Z:/MEB/Laboratoire/Nom/Date), remplir le nom de l’échantillon + numeric seed = 1
   2. Choisir le mode de vide :

Mode High-vacuum : échantillons métallisés / conducteurs.

Mode Low-vacuum : échantillons isolants. Gaz = Water, P = 30 Pa – 100 Pa.

* 1. Vérifier que la case « Take Navcam Picture » est activée.
  2. Cliquer sur « PUMP ».
  3. Déclarer les accessoires insérés manuellement.

1. Se placer sur l’échantillon (double-click dans le quandrant NavCam) et monter la platine à ~10 mm de la surface (trait jaune) : click molette + déplacement souris dans quadrant IR.



1. « BEAM ON ».
2. Réglage focus fin (zoom + focus) sur la surface de l’échantillon (ou sur le point le plus haut d’un échantillon en relief).



1. **Cliquer sur « Link FWD ⬄ Z » (le « ? » disparait).**



1. Déplacer la platine à **Z = 10 mm** (doigt sur Echap…) pour les réglages faisceau.
2. Reprendre une photo NavCam sans décalage : Menu « Stage 🡪 Take NavCam Picture »
3. Insertion du détecteur BSE :



* 1. Vérifier (image IR, dégeler) qu’il y a l’espace nécessaire pour le déploiement du BSE. Le détecteur arrive très vite en position, il ne faut RIEN sur le chemin.
  2. Onglet latéral « Détecteur » 🡪 Insert BSE detector.



* 1. Pour ESPRIT, déclarer le BSE dans le quadrant 1 (via la barre interactive).

1. Une image contenant rotor, machine, Pièce auto, argent

   Description générée automatiquementSélectionner manuellement l’Aperture (3=100 µm – 7 = 30 µm) : Molette en bas de colonne sur le MEB.
2. Réglage manuel de l’Aperture :
   1. Se mettre à 20 KeV, Spot 3.
   2. Remettre à 0 le « Beam Shift » : Onglet latéral « Faisceau » 🡪 click droit dans la fenêtre « Beam shift » 🡪 remise à 0.
   3. Remettre à 0 l’aperture : Onglet latéral « Colonne » 🡪 click droit dans la fenêtre « Lens Alignment » 🡪 remise à 0.
   4. Pour les Apertures 30, 40 et 50 µm :
      1. Trouver un objet à grossissement ~ x23.000 (poussière).
      2. Ajuster focus propre, balayage réactif, mode fenêtré, éventuellement astigmatisme grossier.
      3. Activer le « Wooble ».
      4. Centrage manuel fin avec les molettes X puis Y en bas de colonne MEB.

Pour l’Aperture 100 µm :

* + 1. Dezoomer au maximum sur une zone ~homogène de l’échantillon.
    2. Contraste au maximum pour visualiser le gradient d’intensité centre/bords du faisceau.
    3. Centrage manuel fin avec les molettes X puis Y en bas de colonne MEB pour amener la zone la plus lumineuse au centre de l’image.

1. Choix des conditions faisceau :
   1. Tension d’accélération
   2. Spot-size
2. Vérification du centrage fin de l’Aperture :
   1. Ajuster le focus.
   2. Pour les Apertures 30, 40 et 50 µm :
      1. Activer le «Wobble », mode fenêtré, choisir un balayage réactif.
      2. Éventuellement ajuster finement en X puis Y en déplaçant la cible verte.
      3. Désactiver le « Wobble ».

Pour l’Aperture 100 µm :

* + 1. Dezoomer au maximum sur une zone ~homogène.
    2. Centrage fin de la zone la plus lumineuse au centre de l’écran avec la fenêtre « Lens Alignment » (Onglet latéral « Colonne »).
  1. Affiner l’astigmatisme.
  2. Affiner le focus.

Repeat e-f.

**II – En cours de séance :**

A chaque changement d’Aperture, reprendre la séquence de **11 à 14**.

A chaque changement de conditions (Tension, Spot-size, Passage low-vac / high-vac), reprendre la séquence de **13 à 14**.

**III – Logiciel MAPS (piles et mosaïques d’images) :**

Une image contenant capture d’écran, symbole, cercle, conception

Description générée automatiquement

1. Création d’un projet : « *New* », sélectionner le répertoire de travail.
2. Menu « *Microscope* » 🡪 *« Import from NavCam…* ».
3. Les déplacements :

Click-gauche & Drag : déplacement dans la pile.

Mollette : Zoom dans l’image.

Double Click-gauche : **déplacement platine**.

Shift Click-gauche : **rotation faisceau**.

1. Importer une Image du MEB (en mode pause) dans la pile :

Menu « *Microscope* » 🡪 « *Get Image from XTUI…* ».

1. (N.B. : il est possible d’importer n’importe quelle image via Menu « File » 🡪 « Import Image ».)
2. Configurer une mosaïque :

Une image contenant capture d’écran, texte, motif, conception

Description générée automatiquement« ***Add Tile Set*** » depuis la barre d’actions (rectangle, cercle ou freeform), dessiner la forme.

Régler l’image désirée sur le MEB, optimisation champ / vitesse de balayage / résolution.

![Une image contenant texte, Police, capture d’écran, nombre

Description générée automatiquement]()

Configurer le Tile (de gauche à droite) :

Cliquer sur « ***From Microscope*** », optimisation du champ / temps total.

Une image contenant texte, capture d’écran, Police, nombre

Description générée automatiquementDéfinir la stratégie de Focus :

* + - 1. Fixe (fixer Z à la bonne WD).
      2. Interpolée (fixer 3 repères en Z, en triangle aux bornes du Tile).

Une image contenant texte, capture d’écran, Police

Description générée automatiquementSélectionner le(s) canal désiré :

* + - 1. Display 1 ou 2.
      2. Activer / Désactiver plusieurs fois « *Store Detector* ».
      3. Choisir le Display sur lequel le stitching sera calculé.

1. Les Tiles peuvent être dupliqués avant d’être lancer (pour une même configuration d’acquisition, mais sur des zones différentes) :

🡺 Click droit sur le Tile, 🡪 « *Copy Grid* ».

Déplacer le nouveau Tile sur la nouvelle zone, ajuste la taille si nécessaire.

Redéfinir la stratégie de focus.

Rerégler le contraste/intensité et le re-sauver dans « *Store Detector* ».

1. Vérifier la séquence programmée, onglet en bas à gauche :

Vérifier les actions post-séquence à activer/désactiver : En particulier Beam Off et Shift to High-vaccum pour les séquences longues.

1. Une image contenant texte, capture d’écran, Police, nombre

   Description générée automatiquementLancer la séquence (« ***RUN*** »).
2. Pour exporter une image de mosaïque en résolution native :
   1. Une image contenant texte, Police, capture d’écran, logo

      Description générée automatiquementNe sélectionner que la couche active
   2. 🡪 « *Save Image to File* ».

*Variante sous Maps Offline Viewer :*

*Créer une ROI*

*Sélectionner la couche ROI et Click-droit 🡪 « Save Image to file »*

**/!\ Merci d’expurger vos projets de toute donnée inutile** (Ne garder que les Tiles « Stitched », effacer les canaux inutiles (SE, …), etc…

**IV – Logiciel Esprit (EDS) :**

1. Passer en aperture = **100 µm**, refaire la séquence de démarrage 11 et 12 (avec **WD = 11.8 mm**).
2. Choisir ses conditions de travail : **Tension = 15,** 8 ou 25 KeV), **spotsize =~4-5** (pour commencer).
3. Une image contenant texte, logiciel, Page web, Icône d’ordinateur

   Description générée automatiquementRenseigner le nom d’échantillon, le type de coating et son épaisseur.

Une image contenant texte, logiciel, Icône d’ordinateur, Page web

Description générée automatiquement

1. *Si quantification avec standards, charger la bibliothèque pour la bonne constante de temps.*

*Les bibliothèques sont disponibles à 8 keV, 15 keV et 25 keV, à 60, 130 et 600 kcps.*

1. Une image contenant texte, capture d’écran, logiciel, Page web

   Description générée automatiquementInsérer les deux détecteurs EDS et choisir la constante de temps :
   1. Pointés en mode objet : **130 kcps**.
   2. Mapping ou Live Map : **600 kcps**.
   3. Plage :
      1. A 15 keV : **20 keV**.
      2. A 25 keV : **40 keV**.
      3. A 8 keV : **10 keV**.
2. Une image contenant texte, capture d’écran, Police, blanc

   Description générée automatiquementUne image contenant texte, Police, logo, blanc

   Description générée automatiquementOptimisation du nombre de coups par détecteur EDS :
   1. Mode **« Spectra »** 🡪 « Preview » 🡪sélectionner le spectre et afficher « Spectrum Information » (petit triangle).
   2. *Si quantification sans standards :* zoomer dans la zone la plus dense (claire en BSE) de l’échantillon et optimiser le signal en jouant sur le Spotsize (**Input** <= constante de temps x2).
   3. *Si quantification avec standards :* idem sur scotch Cu (/!\ Attention : WD = 11.8 mm !).
   4. Refaire centrage fin de l’aperture, puis astigmatisme pour ces conditions.
3. *Si quantification avec standards*: Calibrer chacun des détecteur EDS :
   1. Cliquer sur un détecteur pour le désactiver (grisé).
   2. « Microscope », réglette, 🡪 « Standards and Standardless », « Copper », 🡪 « Start ».

Une image contenant texte, capture d’écran, logiciel, Logiciel multimédia

Description générée automatiquement

1. Une image contenant texte, logiciel, capture d’écran, Icône d’ordinateur

   Description générée automatiquementDéfinir les résolutions, Dwell Time et stratégies de correction de Drift :
   1. Le seul canal visible est le **canal 1**.
   2. Imaging : Dwell-Time **> 4 µs**.
   3. Mapping : Dwell-Time **>16 µs** (ajuster pour un balayage d’environ 30 sec).

Attention : un intervalle de correction de Drift trop court peut très fortement impacter le temps d’acquisition (en particulier lors d’une cartographie : recommandé =180 s).

***/!\ Attention : Pensez à geler l’image IR lors de l’utilisation des détecteurs EDS.***

1. *Facultatif : En quantification avec standards, il est possible de « calibrer » l’épaisseur du dépôt carbone pour réaliser des mesures de l’oxygène très propres. Après calibration des EDS :*
   1. *Trouver un quartz propre dans l’échantillon (ou un autre minéral déjà identifié à stoechiométrie simple…)*
   2. *Mode Spectra 🡪 acquérir un spectre propre à 6 000 000 cps.*
   3. *Quantifier le spectre avec la méthode Standards, seulement Si et O, en % atomiques.*
   4. *Click-droit sur C, ajuster l’épaisseur du dépôt C pour obtenir la stoechiométrie parfaite du quartz.*

Une image contenant texte, capture d’écran, Police, conception

Description générée automatiquement

***Mode « Objets » :***

1. **« Preview »** : régler contraste + intensité de l’image du canal 1 (BSE).
2. **« Capture »** : acquisition de l’image du canal 1.
3. Une image contenant texte, capture d’écran, Police, nombre

   Description générée automatiquementPlacer les différents objets sur l’image (point, cercle, etc…).

*Il est possible d’agrandir l’image et de zoomer pour placer précisément les objets.*

*Attention à la taille de la poire d’interaction…*

Une image contenant texte, nombre, Police, reçu

Description générée automatiquement

1. « Select All ».
2. Configurer l’acquisition :
   1. Vérifier que « Sum Spectrum » est coché.
   2. Recommandé : « Counts » **= 6 000 000 cps**.
3. Lancer l’acquisition **« Acquire ».**
4. **« Quantify ».**
5. **« I/O »** (en haut) 🡪 « Add to project ».
6. Project 🡪 « I/O » 🡪 Save.

***Mode « Mapping » :***

1. Une image contenant texte, Police, logo, blanc

   Description générée automatiquementDéfinir le Pixel Size optimal :

Passer en mode **« Spectra »** :

* 1. « Acquire » sur une zone représentative de l’échantillon
  2. Une image contenant texte, Police, blanc, typographie

     Description générée automatiquement« Quantify » avec les éléments identifiés, et noter la profondeur de la poire d’interaction calculée.
  3. Optimal Pixel Size = Interaction Depth / 3.
  4. Ajuster la résolution de la cartographie pour approcher l’Optimal Pixel Size (menu « Scan »).

**Une image contenant texte, Rectangle, capture d’écran, Caractère coloré

Description générée automatiquement**

Passer en mode **« Mapping » :**

1. **« Preview »** : régler contraste + intensité de l’image du canal 1 (BSE).
2. **« Capture »** : acquisition de l’image du canal 1.
3. Déterminer le temps d’acquisition :
   1. Configurer l’acquisition en « Manuel » (ne pas cocher « Save Data ») dans un premier temps, et lancer l’acquisition : **« Acquire ».**
   2. Placer un point dans une zone sombre en BSE (= le minimum de signal), afficher le spectre correspondant (onglet « Spectrum), et afficher l’onglet « Spectrum Information » de ce spectre.
   3. En fonction du nombre de coups (« Pulses ») obtenus en un temps donné (« Real Time ») pour ce pixel, calculer le temps total nécessaire.

Recommandé : Éléments majeurs : **> 1500 cps/pixel**.

Éléments majeurs + mineurs : **> 3000 cps/pixel**.

Éléments majeurs + mineurs + traces : **> 6000 cps/pixel**.

* 1. Stopper l’acquisition : **« Stop ».**

1. Une image contenant capture d’écran, texte, reçu

   Description générée automatiquementConfigurer l’acquisition :
   1. « Measurement Time » = temps total calculé.
   2. Sélectionner la stratégie en fin de cartographie :

Cocher « Set Microscope » 🡪 « Beam off » ou « Blank ».

Cocher « Save Data » et définir chemin de fichier.

1. Lancer l’acquisition **« Acquire ».**
2. **« Qmap ».**
3. **« I/O »** (en haut) 🡪 Save (.bcf).

*/!\ Attention : les données hyperspectrales ne peuvent être ajoutées à un projet, seules les images seront sauvées. Il est recommandé de sauver systématiquement les cartographies en format. bcf après l’acquisition (donnée brute),* ***de les re-sauver une 2e fois en .bcf sous un autre nom après le calcul de la Qmap*** *(et de ne plus y toucher).*

*Une image contenant texte, capture d’écran, Police, nombre

Description générée automatiquement****« Quantify » ou « Qmap » :***

Choisir et charger une méthode existante :

Répertoire = « Advanced/ ».

*Éventuellement : il est possible de modifier la méthode (« Edit ») avant de la lancer. Pour valider les changements pour la session en cours, cliquer sur « Apply ». /!\* ***NE JAMAIS LA SAUVER.***

* 1. Algorithme :

**P/B -ZAF** (sans standard).

**Standards** (= rho/phi/Z avec standards).

* 1. Type :

**AutoID** : recherchera systématiquement tous les éléments additionnels présents en plus de ceux déclarés.

**Elements**: ne quantifiera que les éléments déclarés par l’utilisateur.

* 1. Mode :

*/!\ Attention : les éléments présélectionnés via le tableau « Elements » seront* ***toujours*** *ajoutés à ceux de la méthode. Ne jamais présélectionner le* ***C*** *s’il n’y en a pas dans la matrice.*

**Automatique** : aucune interface ne s’affiche, il est impossible d’ajuster le background, la sélection des éléments, le choix des standards, etc…

**Interactive** : paramétrage de la quantification

Une image contenant logiciel, Logiciel de graphisme, Logiciel multimédia, Icône d’ordinateur

Description générée automatiquement

Click **« All »** en haut à gauche (visualisation du background).

1. **« Elements »** :

Click gauche : Active/désactive un élément.

Click droit 🡪 « Element Properties » : choix de la raie pour la quantification, éventuellement déconvolution seule (sans quanti) ou quantification par stœchiométrie.

1. ***« Standards »****: pour rho/phi/Z avec standards, choix du standard pour chaque élément (ou standardless).*
2. **« Background »** :

Auto : mise à jour des ancres en fonction des éléments sélectionnés.

Sélectionner la ligne et **X** : supprime une ancre.

**+** et click-droit & drag sur le spectre : ajoute une ancre.

**V – Logiciel Esprit (µ-Fluorescence X) :**

L’utilisation d’Esprit avec l’ XTrace est très similaire au mode EDS (section IV), si ce n’est que :

* Le **détecteur BSE-GAD doit être monté et déclaré avant pompage de la chambre**.

**/!\ IL EST FORMELLEMENT INTERDIT D’UTILISER LE DETECTEUR BSE RETRACTABLE.**

* Le capillaire XRF doit être inséré manuellement en position d’analyse (- 6.6 mm) **après montage du BSE-GAD** (attention au passage du câble du GAD, il ne faut jamais toucher ni même effleurer le capillaire : il est recommandé de demander à un membre de la plateforme d’effectuer l’opération)**.**
* **Le générateur X doit être démarré selon la procédure de ramping**:

30 min en mode « standby » à 20 keV.

Paliers de 5 keV / 3 min jusqu’à 50 keV / 600 µA.

* **Tout déplacement platine** (X, Y, et surtout Z) doit faire l’objet d’une vigilance particulière, **avec un contrôle systématique de l’espace disponible via la caméra IR**.

**En particulier, lorsque le BSE-GAD est monté.**

* Les détecteurs EDS doivent être réglé en 130 (ou 60 kcps), avec une plage de 40 keV.
* Le switch entre les modes EDS et XRF s’effectue en sélectionnant soit le générateur « X-Ray Source » soit « Microscope » (la source inactive est grisée).

Une image contenant texte, capture d’écran, Police, logiciel

Description générée automatiquement

* Les méthodes de quantification EDS et XRF se chargent indépendamment et s’activent automatiquement selon le mode.
* Les méthodes de quantifications XRF sont calibrées à l’installation et ne nécessitent pas de recalibration ni de bibliothèques de standards.
* Les méthodes « Dual » nécessitent l’acquisition de deux spectres successifs, l’un en EDS l’autre en XRF.
* Les modes « LineScan » et « Mapping » ne sont « utilisables » qu’avec la Rapid Stage (ou sinon excessivement lents).
* **Le montage de la Rapid Stage ne peut être effectué que par un membre de la plateforme de minéralogie de GEOPS**.
* Dès qu’il n’est plus utilisé, **l’utilisateur doit systématiquement rétracter manuellement le capillaire XRF (> + 10 mm), avant de démonter le détecteur BSE-GAD.**

**VI – En fin de séance :**



* Dégeler l’image IR.
* (Si EDS, Sauver le projet, les cartos, etc….).
* **Rétracter les détecteurs EDS et mise en veille (diodes des détecteurs en rouge) :**

🡪Si Esprit est ouvert, fermer ESPRIT, **🡪 Cocher « Rétracter les détecteurs EDS »**, **« Standby »**.

* (Si µ-fluo, **Rétracter manuellement le capillaire XRF 🡪 > +10 mm**).
* Rétracter le BSE.
* Après avoir vérifié que tous les détecteurs sont rétractés, cliquer sur « VENT ».
* Sortir l’échantillon.
* **Refaire le vide en High-Vacuum.**
* **Mettre tous les quadrants en PAUSE.**
* Fermer la bouteille d’Azote dans le couloir technique.

….

* Remplir le cahier de manip.

**Routines installées**(terminal du PC Bruker) **:**

1. Exportation automatique des Snapshots Maps avec barre d’information et d’échelle :
   1. Taper dans le terminal : « julia scalebar.jl »
   2. Sélectionner le dossier du projet Maps
   3. Toutes les images sont sauvées dans un nouveau dossier « ScaleBar » dans ce dossier.
2. Calcul du bouclage des stochiométries des minéraux (spectres et cartographies).
   1. Après quantification sous Esprit, exporter les résultats **en % atomiques** :
      1. En mode ponctuel, sous la forme d’un tableur excel unique en **.xlsx**.
      2. En cartographie, toutes les cartographies élémentaires (y compris le canal 1 = BSE) en **.txt**.
   2. Taper dans le terminal : « julia spirit.jl »
   3. Charger les données dans l’interface.