
**Analyse par microfaisceaux — Analyse
par microsonde électronique (Microsonde
de Castaing) — Lignes directrices pour la
détermination des paramètres
expérimentaux pour la spectrométrie à
dispersion de longueur d'onde**

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

*Microbeam analysis — Electron probe microanalysis — Guidelines for
the determination of experimental parameters for wavelength dispersive
spectroscopy*

ISO 14594:2003

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f95e659e-0d16-4e3b-8396-31f6b53e3068/iso-14594-2003>



PDF – Exonération de responsabilité

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 14594:2003](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f95e659e-0d16-4e3b-8396-31f6b53e3068/iso-14594-2003)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f95e659e-0d16-4e3b-8396-31f6b53e3068/iso-14594-2003>

© ISO 2003

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax. + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Version française parue en 2007

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Abréviations	2
5 Paramètres expérimentaux	2
5.1 Généralités	2
5.2 Paramètres liés au faisceau primaire	2
5.3 Paramètres liés aux spectromètres à dispersion de longueur d'onde	3
5.4 Paramètres liés à l'échantillon	5
6 Modes opératoires et mesures	5
6.1 Généralités	5
6.2 Courant de faisceau	5
6.3 Paramètres liés aux pics mesurés	6
6.4 Paramètres liés à l'échantillon	9
7 Rapport d'essai	9
Annexe A (informative) Méthodes d'estimation de l'aire d'analyse	11
Annexe B (informative) Méthodes d'estimation de la profondeur d'analyse	13
Annexe C (informative) Méthode d'estimation du volume analysé par simulation de Monte-Carlo (MC)	14
Bibliographie	18

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

L'ISO 14594 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 202, *Analyse par microfaisceaux*, sous-comité SC 2, *Microanalyse par sonde à électrons* (standards.iteh.ai)

ISO 14594:2003
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f95e659e-0d16-4e3b-8396-31f6b53e3068/iso-14594-2003>

Analyse par microfaisceaux — Analyse par microsonde électronique (Microsonde de Castaing) — Lignes directrices pour la détermination des paramètres expérimentaux pour la spectrométrie à dispersion de longueur d'onde

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie les lignes directrices générales pour déterminer les paramètres expérimentaux liés au faisceau primaire, au spectromètre à dispersion de longueur d'onde et à l'échantillon, paramètres qu'il faut prendre en compte lors de l'analyse par microsonde de Castaing. Elle définit également les modes opératoires pour déterminer le courant de faisceau, la densité de courant, le temps mort, la résolution en longueur d'onde, le fond continu, l'aire, la profondeur et le volume d'analyse.

La présente Norme internationale concerne l'analyse d'un échantillon correctement poli sous incidence de faisceau normale; dans d'autres conditions expérimentales, les paramètres obtenus ne peuvent être qu'indicatifs.

La présente Norme internationale ne concerne pas la spectrométrie de rayons X à sélection d'énergie.

2 Références normatives

ISO 14594:2003

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/95e659e-0d16-4e3b-8396-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/95e659e-0d16-4e3b-8396-31f6b53e3068/iso-14594-2003)

[31f6b53e3068/iso-14594-2003](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/95e659e-0d16-4e3b-8396-31f6b53e3068/iso-14594-2003)

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO/CEI Guide 25:1990, *Prescriptions générales concernant la compétences des laboratoires d'étalonnage et d'essais*.

3 Termes et définitions

Pour les besoins de la présente Norme internationale, les termes et définitions suivants s'appliquent.

3.1

aire d'analyse

zone bidimensionnelle de la surface de l'échantillon d'où est détectée la totalité du signal ou un pourcentage spécifié de ce signal

3.2

profondeur d'analyse

distance entre la surface de l'échantillon et la profondeur mesurée perpendiculairement à la surface, d'où est détectée la totalité du signal ou un pourcentage spécifié de ce signal

3.3

volume d'analyse

zone à trois dimensions d'un échantillon, d'où est détectée la totalité du signal ou un pourcentage spécifié de ce signal

- 3.4**
fond continu
composant non caractéristique d'un spectre de rayons X provenant de l'émission continue de photons X
- 3.5**
courant de faisceau
courant d'électrons contenu dans le faisceau focalisé
- 3.6**
densité du courant de faisceau
courant de faisceau incident par unité de surface de l'échantillon
- 3.7**
temps mort
temps consacré à la mesure du signal correspondant à la détection d'un photon et/ou son comptage, représentant le temps pendant lequel le système ne peut mesurer le photon suivant
- 3.8**
résolution en longueur d'onde
largeur mesurée à mi-hauteur du pic, correspondant à une transition d'émission X

4 Abréviations

- EPMA: analyse par microsonde de Castaing
- FWHM: largeur à mi-hauteur du pic
- WD: à dispersion de longueur d'onde

ITEH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

5 Paramètres expérimentaux

ISO 14594:2003

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f95e659e-0d16-4e3b-8396-31f6b53e3068/iso-14594-2003>

5.1 Généralités

Il convient que les paramètres indiqués de 5.2.1 à 5.2.4 soient connus et enregistrés. Il convient d'intégrer le contrôle de l'étalonnage de l'énergie du faisceau, du courant de faisceau et du grandissement, ainsi que le temps mort des compteurs dans la maintenance périodique de l'instrument.

5.2 Paramètres liés au faisceau primaire

5.2.1 Énergie du faisceau

L'énergie du faisceau peut généralement être comprise entre 2 keV et 30 keV. Dans la plupart des cas, l'étalonnage de l'énergie de faisceau n'est pas critique pour l'analyse qualitative.

NOTE L'étalonnage est très critique dans le cas d'utilisation de faibles taux d'excitation ou lors de mesures portant sur l'épaisseur de couche ou sur la distribution en profondeur de l'émission.

5.2.2 Courant de faisceau

L'intensité du pic d'émission X étant directement proportionnelle au courant de faisceau, il convient que la précision de la mesure du courant de faisceau soit meilleure que celle requise pour l'analyse quantitative.

NOTE La stabilité du courant de faisceau sur de longues périodes est absolument essentielle pour que l'analyse quantitative soit cohérente. Il convient d'effectuer périodiquement un essai de stabilité du courant de faisceau, en particulier avant l'étalonnage et les analyses quantitatives. Il est possible de compenser de petites variations du courant de faisceau si on l'enregistre avant ou après chaque mesure. Il convient ensuite de pondérer correctement toutes les mesures de pic et de fond continu par I_i/I_m , où I_i est le courant de faisceau initial et I_m , le courant de faisceau au moment de la mesure.

5.2.3 Densité du courant de faisceau

La densité du courant de faisceau est surtout importante pour l'analyse des matériaux sensibles au faisceau. La densité de courant dans un faisceau focalisé peut être supérieure à 10^4 Am^{-2} . La densité de courant effective peut être réduite pour une mesure en diminuant le courant de faisceau d'électrons incident ou, lorsque la résolution latérale n'est pas critique, par défocalisation ou balayage de la sonde. Si l'on utilise une sonde balayée, il convient d'effectuer un balayage identique pour les mesures comparatives entre les étalons et les échantillons, car l'efficacité réelle du spectromètre pour la longueur d'onde choisie décroît en fonction de la déflection du faisceau. Voir NOTE 3 en 5.3.5.

5.2.4 Grandissement

Pour définir correctement l'échelle dimensionnelle des balayages en ligne et des images obtenues par déflection du faisceau d'électrons primaire, il est essentiel d'étalonner l'échelle de grandissement lorsque l'on utilise l'appareil comme microscope électronique à balayage.

5.3 Paramètres liés aux spectromètres à dispersion de longueur d'onde

5.3.1 Généralités

Un instrument peut être équipé d'un ou de plusieurs spectromètres à dispersion de longueur d'onde, chacun ayant un nombre de cristaux de diffraction qui peut être choisi de manière à couvrir une gamme donnée de longueur d'onde de rayons X, fonction de la raie de l'élément analysé. Les paramètres suivants sont importants pour un bon fonctionnement de ces spectromètres.

5.3.2 Angle d'émergence

L'angle d'émergence influe sur l'analyse quantitative. Il convient d'en tenir compte pour toutes les comparaisons entre des mesures effectuées avec des instruments n'ayant pas le même angle d'émergence et de noter les modes opératoires utilisés dans le rapport d'analyse.

NOTE La valeur de cet angle, qui est normalement fixe, est fournie par le fabricant de l'instrument.

5.3.3 Résolution en longueur d'onde

La résolution spectrale dépend de plusieurs paramètres:

- le matériau du cristal (et les indices de Miller des plans du cristal);
- le rayon de courbure du cristal diffractant (parfaitement focalisant par rapport au cristal semi-focalisant);
- la présence d'un cache de cristal (dans le cas d'un cristal semi-focalisant);
- les dimensions et l'emplacement de la fenêtre d'entrée du compteur, ou de la fente d'entrée, s'il y en a une.

Tous ces paramètres déterminent la résolution en longueur d'onde du spectre mesuré et la largeur de raie observée (FWHM) des pics caractéristiques des rayons X.

La résolution peut aussi influencer sur la capacité du système à distinguer les pics se chevauchant, le fond continu, et la sensibilité des mesures à la hauteur de l'échantillon et à la position du faisceau sur l'échantillon.

5.3.4 Détecteur de photons X et chaîne de comptage

La plupart des spectromètres utilisent un compteur proportionnel rempli de gaz pour détecter les photons X. L'amplitude des impulsions de sortie de ces détecteurs est déterminée par l'énergie incidente des photons X et/ou par la tension appliquée aux compteurs. Deux discriminateurs sont utilisés pour sélectionner la bonne impulsion, un faible pour éliminer les impulsions dues au bruit et un élevé pour éliminer les impulsions provenant de la réflexion de rayons X d'ordre multiple. Le réglage optimal dépend des raies X considérées.

Il est important de régler les discriminateurs de manière que toute dérive imprévue de l'amplitude de l'impulsion, due par exemple à des taux de comptage élevés ou à des variations de température et de pression atmosphériques (compteur à flux gazeux), n'ait pas d'incidence significative sur le taux de comptage mesuré.

NOTE Plus le taux de comptage est important, plus l'efficacité de comptage des photons X diminue; il est donc important de corriger le taux de comptage mesuré pour tenir compte du temps mort. Dans un système automatisé, les réglages des discriminateurs peuvent être automatiques. Il convient de vérifier systématiquement ces réglages pour garantir un bon fonctionnement automatique.

5.3.5 Position du pic (longueur d'onde)

On utilise habituellement la longueur d'onde qui correspond à l'intensité de pic maximale pour définir la position d'un pic de rayon X. Il est nécessaire de vérifier et de corriger à intervalles réguliers, en utilisant des témoins appropriés, l'écart entre la position théorique d'un pic et sa position réelle sur un spectromètre donné et un cristal donné. La périodicité des vérifications dépendra de la stabilité des spectromètres.

Les intensités maximales mesurées des pics qui présentent une faible largeur énergétique varient beaucoup en cas d'erreur de position du pic. L'intensité du pic peut être modifiée par l'état chimique et par des effets de polarisation.

NOTE 1 Si l'élément de l'échantillon considéré est dans un état chimique différent de celui du matériau de référence, la forme du pic peut être différente pour l'échantillon et l'étalon. Dans ce cas, le maximum du pic peut ne pas représenter une mesure fiable de l'intensité totale du pic et une autre approche, comme des mesures de l'aire de pic, peut être nécessaire pour obtenir des résultats fiables. Ces effets liés à l'état chimique sont particulièrement importants pour les pics de rayons X de faible énergie.

NOTE 2 Si un échantillon cristallin provoque des effets de polarisation en raison de sa position par rapport au cristal d'analyse, la forme du pic et son emplacement peuvent changer. On peut le vérifier en faisant tourner l'échantillon sur un axe perpendiculaire au faisceau d'électrons et en observant l'effet produit sur la forme du pic et sa position. Le problème peut se poser dans des systèmes dont la symétrie est moins bonne que celle du système cubique et meilleure que celle du système triclinique et il est important lorsque l'angle de Bragg est proche de 45°. Le phénomène a été constaté dans les graphites [1] et dans certains borures [2]. Des mesures de l'aire de pic permettent de réduire sensiblement ce phénomène.

NOTE 3 La position du maximum du pic varie lorsque la sonde dévie du foyer du spectromètre sur l'échantillon. Il convient d'effectuer les mesures d'étalonnage et l'analyse quantitative de l'échantillon avec la sonde dans la même position par rapport à ce foyer et avec la même défocalisation ou le même balayage, le cas échéant. Pour toutes les analyses quantitatives et qualitatives effectuées en utilisant un faisceau défocalisé ou balayé, il convient de limiter l'aire de la surface d'échantillon afin de ne pas provoquer une chute significative du taux de comptage par rapport à celui obtenu avec le faisceau d'électrons statique focalisé.

5.3.6 Fond continu

Les pics caractéristiques de rayons X sont superposés à un fond continu.

Pour calculer correctement les intensités des rayons X caractéristiques, il faut déterminer l'amplitude de ce fond continu et le corriger s'il est statistiquement significatif.

5.4 Paramètres liés à l'échantillon

5.4.1 Platine support d'échantillon

Des platines X, Y, Z de haute précision permettent à l'échantillon et aux étalons d'être positionnés correctement sous le faisceau d'électrons. En utilisant un microscope optique, l'utilisateur peut régler la hauteur de l'échantillon de sorte que l'axe du spectromètre à dispersion de longueur d'onde et la position du faisceau primaire coïncident sur la surface de l'échantillon. L'orthogonalité entre le faisceau d'électrons (l'axe optique) et la platine de l'échantillon est essentielle pour obtenir une analyse quantitative correcte. Il convient d'inclure dans l'entretien de l'instrument un contrôle du réglage du microscope optique.

En mode automatique, où les mesures doivent être effectuées en des points pré-réglés sur les étalons et sur l'échantillon, il est important de connaître la reproductibilité avec laquelle la platine retrouve les points pré-réglés et d'adopter les stratégies appropriées pour surmonter les limites évidentes.

5.4.2 Rugosité de surface

Pour obtenir les meilleurs résultats, il convient de réduire la rugosité de surface de l'échantillon.

5.4.3 Volume d'analyse

Le volume d'analyse est déterminé par l'aire du faisceau incident, la profondeur de pénétration du faisceau, la diffusion du faisceau incident dans l'échantillon et l'énergie de la raie X caractéristique. Ce volume d'analyse peut être sensiblement accru par des effets de fluorescence secondaire dus aux rayons X caractéristiques et au fond continu.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

6 Modes opératoires et mesures

6.1 Généralités

Il convient d'adopter les modes opératoires suivants pour déterminer un certain nombre de paramètres critiques.

6.2 Courant de faisceau

6.2.1 Mesure

Mesurer le courant de faisceau à l'aide d'une cage de Faraday. Il convient qu'elle soit placée après le diaphragme final. Si la mesure est effectuée à un autre niveau, la relation entre la position ci-dessus mentionnée et celui-ci doit être connue.

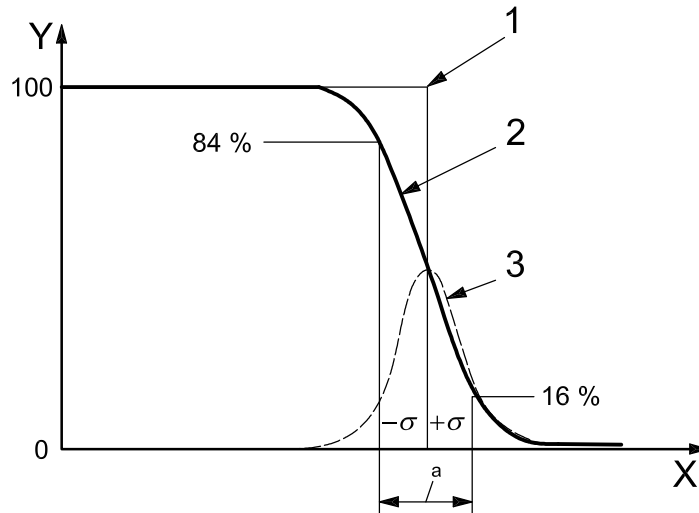
6.2.2 Densité

Ce mode opératoire permet d'obtenir une densité de courant moyenne dans le faisceau. La densité locale de courant peut être calculée en supposant un profil Gaussien du faisceau et en utilisant la valeur mesurée en 6.2.2.1 a) ou en 6.2.2.1 b).

6.2.2.1 Le diamètre du faisceau doit être défini selon l'une des méthodes suivantes:

- a) le diamètre du faisceau d'électrons doit être défini comme étant l'intervalle où l'intensité des électrons secondaires émise chute de 84 % à 16 % de l'intensité maximale, ce qui équivaut à deux écarts-types (2σ) de la courbe d'erreur (voir Figure 1). Il convient d'effectuer cette mesure de sorte que le faisceau d'électrons primaire coupe le fil d'un rasoir à angle droit;
- b) le diamètre de l'aire révélant la cathodoluminescence d'un matériau comme l'oxyde d'aluminium, l'oxyde de zirconium ou l'oxyde de thorium, ce diamètre étant déterminé à l'aide d'un microscope optique. Il convient d'effectuer cette mesure lorsque le diamètre du faisceau est supérieur à 5 μm .

6.2.2.2 Calculer la densité du courant de faisceau en divisant le courant de faisceau incident (tel que défini en 6.2.1) par l'aire du faisceau d'électrons. Pour un faisceau défocalisé circulaire, l'aire serait de $\pi d^2/4$, où d est le diamètre du faisceau.



Légende

- X distance
- Y intensité des électrons secondaires
- 1 limite vraie
- 2 courbe mesurée
- 3 fonction d'erreur

^a Diamètre.

Iteh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 14594:2003
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f95e659e-0d16-4e3b-8396-
Figure 1 — Méthode de mesure du diamètre de faisceau

6.3 Paramètres liés aux pics mesurés

6.3.1 Correction de temps mort

Mesurer le courant de faisceau, i , conformément au 6.2.1 et le taux de comptage (N).

6.3.1.1 Comme le montre la Figure 2, tracer la courbe d'étalonnage donnant le taux de comptage, N , divisé par le courant de faisceau, i , en ordonnée, en fonction du taux de comptage, N , en abscisse.

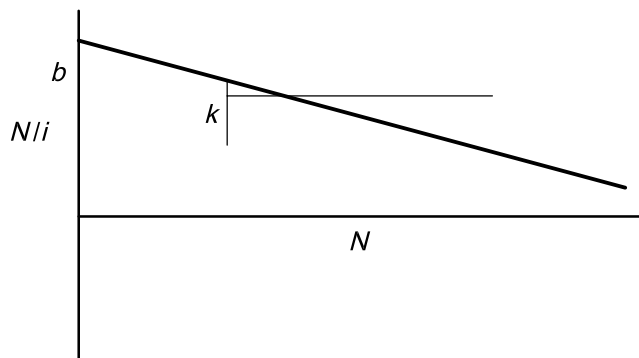


Figure 2 — Perte de comptage due au temps mort

Pour confirmer la linéarité du dispositif de mesure du courant, il est conseillé de contrôler le taux de comptage, n , d'une raie à faible intensité en même temps que le taux de comptage, N , d'une raie à forte intensité; il convient que le rapport n/i soit constant dans toute la plage de mesures.

Une raie $K\alpha$ peut être utilisée pour déterminer N , et la raie $K\beta$ correspondante pour déterminer n .

NOTE Si le courant de la sonde ne peut pas être mesuré avec précision, le temps mort peut être déterminé en mesurant le rapport des deux intensités de rayons X, comme une fonction du taux de comptage, sur deux spectromètres de rayons X [2], [3].

6.3.1.2 Déterminer la pente, k , et l'ordonnée à l'origine, b , sur la courbe d'étalonnage.

Calculer le temps mort, τ , selon l'Équation (1).

$$\tau = \frac{-k}{b} \quad (1)$$

6.3.1.3 Calculer le taux de comptage vrai, N_0 , selon l'Équation (2).

$$N_0 = \frac{N}{1 - N \times \tau} \quad (2)$$

Pour des mesures plus précises, il convient de limiter le taux de comptage pour que la correction de temps mort n'excède pas 5 %.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

6.3.2 Résolution en longueur d'onde des pics de rayons X caractéristiques détectés

6.3.2.1 Mesurer l'intensité caractéristique de rayons X pour l'élément considéré en mesurant l'intensité des rayons X pendant un balayage en longueur d'onde.

6.3.2.2 Calculer la résolution en longueur d'onde des rayons X caractéristiques détectés en utilisant la définition suivante.

Après soustraction du fond continu (voir 6.3.3), la résolution en longueur d'onde est égale à la largeur à mi-hauteur du pic, comme le montre la Figure 3.