
**Analyse par microfaisceaux —
Spécifications instrumentales pour
spectromètres de rayons X à sélection
d'énergie avec détecteurs à
semi-conducteurs**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

*Microbeam analysis — Instrumental specification for energy dispersive
X-ray spectrometers with semiconductor detectors*

ISO 15632:2002

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4978b842-8089-472d-b020-0c33c5e8cded/iso-15632-2002>



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 15632:2002](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4978b842-8089-472d-b020-0c33c5e8cded/iso-15632-2002)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4978b842-8089-472d-b020-0c33c5e8cded/iso-15632-2002>

© ISO 2002

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 au 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 2004

Imprimé en Suisse

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 3.

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 de la présente Norme internationale 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.

La Norme internationale ISO 15632 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 202, *Analyse par microfaisceaux*.

Les annexes A et B constituent des éléments normatifs de la présente Norme internationale.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 15632:2002
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4978b842-8089-472d-b020-0c33c5e8cded/iso-15632-2002>

Introduction

De récents progrès dans le domaine de la spectrométrie de rayons X à sélection d'énergie (EDS) notamment au moyen de technologies de fabrication améliorées des cristaux détecteurs, de nouveaux matériaux pour la fenêtre d'entrée des rayons X du détecteur et l'application des techniques avancées de traitement de l'impulsion ont augmenté les performances générales des spectromètres et ont étendu leur application aux basses énergies (au-dessous de 1 keV).

Dans le passé, un spectromètre était spécifié par sa résolution en énergie définie comme étant la largeur à mi-hauteur (FWHM) de la raie Mn- α . Pour caractériser les propriétés dans la gamme des basses énergies, les valeurs des FWHM de C-K, de F-K ou le pic zéro sont données par les fabricants. Certains fabricants indiquent également le rapport signal sur bruit de fond, qui peut être défini comme le rapport du pic sur le fond continu dans un spectre obtenu à partir d'une source de Fe⁵⁵ ou comme le rapport d'amplitude «pic à vallée» dans un spectre de bore. Les définitions d'un même paramètre peuvent être différentes selon les constructeurs. La sensibilité du spectromètre aux basses énergies par rapport à celle aux hautes énergies dépend fortement de la construction du cristal détecteur et de la fenêtre d'entrée des rayons X utilisées. Bien qu'une sensibilité élevée aux basses énergies soit importante pour l'utilisation du spectromètre dans l'analyse des composés à élément légers, généralement les fabricants n'indiquent pas de dépendance en fonction de l'énergie de l'efficacité du spectromètre.

La présente Norme internationale a été développée en réponse à une demande mondiale concernant les spécifications minimales des spectromètres EDS. L'EDS est l'une des méthodes les plus employées pour analyser la composition chimique des solides et des couches minces. La présente Norme internationale permet de comparer la performance de différentes conceptions de spectromètre sur la base d'une spécification uniforme et d'aider à trouver le spectromètre optimal pour une application particulière. De plus, la présente Norme internationale contribue à l'harmonisation des performances dans les différents laboratoires d'essais. Selon l'ISO/CEI 17025, de tels laboratoires doivent périodiquement vérifier la calibration de leur équipement selon une procédure définie. La présente Norme internationale peut servir de guide pour appliquer des procédures semblables dans tous les laboratoires d'essais concernés.

Analyse par microfaisceaux — Spécifications instrumentales pour spectromètres de rayons X à sélection d'énergie avec détecteurs à semi-conducteurs

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale définit les paramètres les plus importants qui caractérisent un spectromètre de rayons X à sélection d'énergie (EDS) consistant en un détecteur semi-conducteur, un préamplificateur et une unité de traitement des signaux en tant que parties essentielles. La présente Norme internationale s'applique uniquement aux spectromètres ayant des détecteurs semi-conducteurs fonctionnant selon le principe de l'ionisation à l'état solide. La présente Norme internationale définit les exigences minimales pour de tels spectromètres reliés à un microanalyseur à sonde électronique (EPMA) ou à un microscope électronique à balayage (MEB). La réalisation de l'analyse se situe en dehors de la portée de la présente Norme internationale.

2 Termes et définitions

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

NOTE À l'exception de 2.1, ces définitions sont données sous la même forme ou une forme analogue dans l'ISO 18115.

2.1

spectromètre à sélection d'énergie

spectromètre qui enregistre simultanément tout le spectre de rayons X

[ISO 15632:2002](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1978b842-8089-472d-b020-0c33c5e8cded/iso-15632-2002)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1978b842-8089-472d-b020-0c33c5e8cded/iso-15632-2002>

NOTE Le spectromètre consiste en un détecteur à l'état solide, un préamplificateur et un processeur d'impulsions qui permet de convertir les photons des rayons X en impulsions électroniques, l'analyse de la hauteur de l'impulsion étant employée pour trier les impulsions formées par le processeur en fonction de l'énergie des rayons X dans les canaux spectraux.

2.2

canal spectral

intervalle d'énergie pour un spectre donné, d'une largeur définie par un incrément d'énergie régulier

2.3

rendement de détection instrumental

rapport entre la quantité de photons détectés et la quantité de photons disponibles pour la mesure

2.4

intensité du signal

intensité du signal exprimée en coups ou en coups par seconde à la sortie du spectromètre après le traitement d'impulsion

2.5

intensité du pic

intensité du signal d'un pic spectral, mesurée comme étant la hauteur du pic située au-dessus d'un fond continu

2.6

aire de pic

aire de pic nette

aire située sous un pic dans un spectre après élimination du fond continu

2.7

signal de fond continu

signal présent dans un canal spectral provoqué par le rayonnement de freinage (bremsstrahlung) ou par le bruit de fond de l'instrument

2.8

bruit de fond de l'instrument

perturbation du signal, généralement non voulue, provenant d'une ou de plusieurs parties du spectromètre qui s'ajoute au signal émis de l'échantillon, déformant ainsi le spectre mesuré

3 Exigences

3.1 Description générale

Le fabricant doit décrire, en utilisant les textes de référence appropriés, les éléments constitutifs essentiels du spectromètre afin de permettre à l'utilisateur d'évaluer la performance du spectromètre. Les éléments constitutifs qui sont indispensables pour évaluer si un spectromètre est approprié pour un certain domaine d'applications doivent être donnés explicitement. Ces éléments sont le type de matériau du cristal (silicium ou germanium), l'épaisseur du cristal, l'aire active du cristal et le type de la fenêtre (béryllium, fenêtre de type couche mince ou sans fenêtres). Les paramètres qui peuvent ne pas être concernés par la présente Norme internationale, mais qui peuvent influencer la performance du détecteur; par exemple les taux de comptage maximaux, le principe du mode de refroidissement, etc., doivent être expliqués dans le texte de référence.

3.2 Résolution en énergie

La résolution en énergie doit être indiquée par la FWHM du pic de la raie Mn-K α et être déterminée selon l'Annexe A. Les spectromètres qui permettent la détection de rayons X inférieurs à 1 keV doivent également être définis par les FWHM des raies C-K et F-K. Les FWHM spécifiées doivent être une limite supérieure. La résolution déterminée selon l'Annexe A est garantie pour être inférieure à la valeur spécifiée. La figure représentant la résolution doit être accompagnée d'une indication du taux de comptage pour lequel la spécification est valide (par exemple < 1 000 coups/s)

3.3 Rapport signal sur bruit de fond

Le rapport signal sur bruit de fond doit être obtenu à partir d'un spectre acquis à l'aide d'une source de Fe⁵⁵ en tant que paramètre caractéristique du spectromètre. Le rapport doit être donné comme étant l'intensité du pic de la raie Mn-K α divisée par le bruit de fond de l'instrument. Le bruit de fond de l'instrument doit être calculé comme le nombre moyen de coups par canal dans la gamme d'énergie allant de 0,9 keV à 1,1 keV. Suffisamment de coups doivent être enregistrés dans le spectre pour rendre la mesure statistiquement significative et l'électronique doit être installée pour être efficace à 100 %, en répondant aux impulsions produites par des signaux situés dans la bande d'énergie allant de 0,9 keV à 1,1 keV.

NOTE 1 Le rapport signal sur bruit de fond dépend de la résolution du spectromètre. Par conséquent, le rapport est seulement approprié pour la comparaison de spectromètres ayant une performance de résolution semblable.

NOTE 2 Dans un microscope électronique, le fond continu du rayonnement de freinage (bremsstrahlung) à partir d'un échantillon de manganèse peut être considérablement plus important que le fond continu de l'instrument, cela étant causé par des activités dégradées. Par conséquent, un échantillon de manganèse ne peut pas être employé pour mesurer le rapport signal sur fond continu.

3.4 Dépendance du rendement de détection instrumental en fonction de l'énergie

Les spécifications minimales pour la dépendance du rendement de détection instrumental en fonction de l'énergie doivent être le rapport d'intensité d'une raie de basse énergie et d'une raie de haute énergie dans le spectre de rayons X caractéristique d'un matériau donné. Ce rapport doit être donné comme étant le rapport de l'aire de pic nette des raies L et K α dans le spectre d'un échantillon de nickel pur ou de cuivre pur, excité par un faisceau

d'électrons de 20 keV perpendiculaire à la surface de l'échantillon et collecté par le détecteur à un angle d'émergence de 35°.

NOTE 1 Ces mesures sont seulement appropriées pour un détecteur assez épais pour absorber au moins 95 % de l'énergie des rayons X incidents à 8 keV.

NOTE 2 Si la chambre d'analyse contenant des ports pour fixer le détecteur ne permet pas un angle d'émergence de 35°, le rapport L/K à n'importe quel autre angle d'émergence peut être converti en celui correspondant à 35° en appliquant le formalisme de correction d'absorption de la microanalyse quantitative par sonde électronique (voir l'Annexe B).

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 15632:2002](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4978b842-8089-472d-b020-0c33c5e8cded/iso-15632-2002)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4978b842-8089-472d-b020-0c33c5e8cded/iso-15632-2002>

Annexe A (normative)

Mesure des largeurs de raie (FWHM) pour déterminer la résolution en énergie du spectromètre

A.1 Échantillons

Les échantillons doivent être une source encapsulée de Fe^{55} pour mesurer la raie $K\alpha$ du manganèse et un morceau ou une feuille en polytétrafluoroéthylène (PTFE, Teflon[®]) pour les raies K du carbone et du fluor. Afin de vérifier les FWHM dans le laboratoire de l'utilisateur, un échantillon de manganèse poli peut être employé si du Fe^{55} n'est pas disponible ou ne peut pas être employé dans le laboratoire en raison d'exigences de sécurité. Des alternatives au PTFE pour mesurer les raies K du carbone et du fluor sont respectivement le carbone vitreux et un minéral contenant du fluor tel que CaF_2 .

A.2 Préparation de l'échantillon

L'échantillon de PTFE doit être recouvert d'une couche de carbone évaporée ou pulvérisée ayant une épaisseur d'approximativement 20 nm afin de rendre la surface conductrice. Si du Fe^{55} est employé avec le spectromètre déjà installé sur un microscope électronique à balayage, des sources semblables à la source de référence VZ-1977 de rayons gamma du Fe^{55} commercialisée par Amersham Buchler doivent être également recouvertes de carbone d'un côté seulement. Cela permet de trouver plus facilement la position de la pastille radioactive encapsulée et de localiser la source dans le microscope à une distance de travail correcte pour la spectrométrie des rayons X.

A.3 Travaux préparatoires

[ISO 15632:2002](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4978b842-8089-472d-b09f-3311a106e37e/iso-15632-2002)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4978b842-8089-472d-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4978b842-8089-472d-b09f-3311a106e37e/iso-15632-2002)

Calibrer l'échelle d'énergie du spectromètre en utilisant la procédure recommandée par le fabricant et enregistrer les raies de rayons X et les énergies utilisées pour cette calibration.

A.4 Conditions de mesure

- Choisir une largeur de canal ≤ 10 eV.
- Utiliser une énergie d'électrons primaires de 10 keV pour enregistrer les raies C-K et F-K.

NOTE Dans ces conditions, les intensités des pics de carbone et de fluor dans un spectre de PTFE étant proches, cela permet la détermination de la FWHM des deux raies à partir d'un seul spectre.

- Travailler avec des électrons de 15 keV dans le cas d'un échantillon de manganèse, pour enregistrer le spectre de $Mn-K\alpha$.
- Ajuster le courant du faisceau de sorte que le taux de comptage pendant la mesure ne dépasse pas la limite du taux de comptage (par exemple 1 000 coups/s) pour laquelle la spécification est valable.
- Les intensités des pics doivent dépasser 10 000 coups.

A.5 Soustraction du fond continu

Le fond continu doit être négligé dans les spectres issus d'une source de Fe^{55} , d'échantillons de PTFE ou de carbone vitreux.

NOTE Le rapport signal sur fond continu pour les raies K dans le cas d'un échantillon de PTFE ou de carbone vitreux est supérieur à 100. Négliger le fond continu surestime légèrement la FWHM du pic d'environ 1 eV ou moins, mais évite tous les problèmes liés à la modélisation et à la soustraction du fond continu. Il peut être considéré comme une mesure fiable et reproductible pour une comparaison système à système.

Un fond continu linéaire doit être soustrait avant le calcul de la FWHM dans le cas d'échantillons minéraux contenant du fluor et du manganèse. Le fond continu linéaire doit être mesuré de chaque côté du pic à une distance correspondant au moins à la $FWHM \times 2$ avec des valeurs de comptage prises comme étant la valeur moyenne de cinq canaux voisins représentant le signal du fond continu.

A.6 Calcul de FWHM

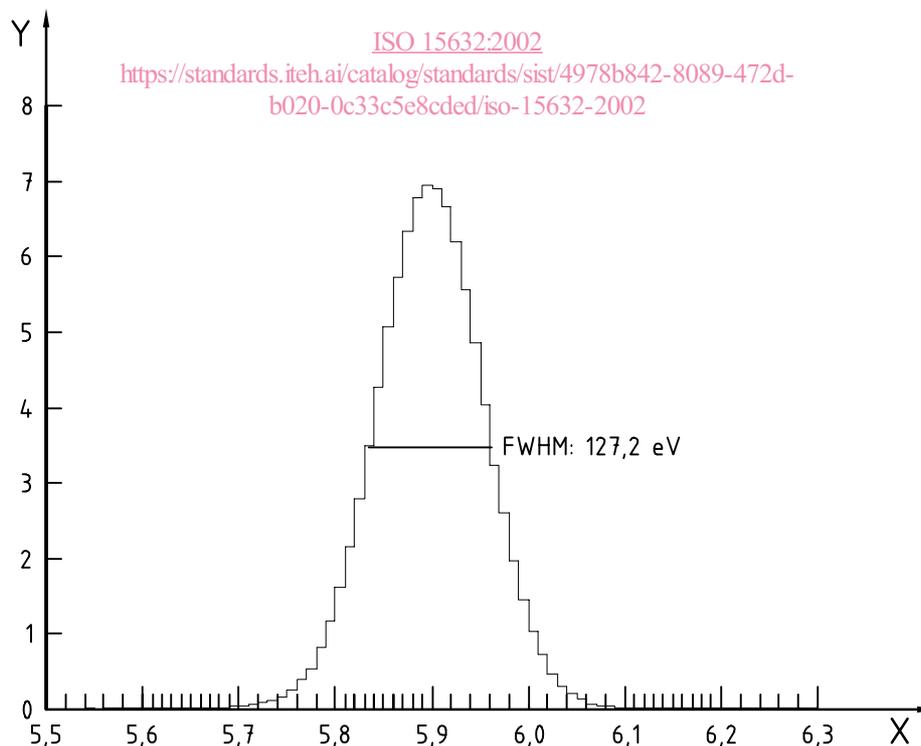
Pour le calcul de la FWHM, le procédé suivant doit être appliqué (en accord avec [3] ou [4]). Trouver les deux canaux correspondant à chaque côté du pic pour lesquels le nombre de coups est juste au-dessus et juste au-dessous de la moitié du nombre de coups obtenu pour le maximum du pic. Faire une interpolation entre chaque paire pour trouver les fractions de la largeur du canal qui correspondent exactement à la moitié du maximum. Mesurer la distance en canaux entre les positions à mi-hauteur. Multiplier cette distance par la largeur du canal en eV définie lors du paramétrage du spectromètre.

Le résultat final doit être la moyenne d'au moins 5 mesures différentes.

NOTE Pour certaines conceptions spéciales de processeur d'impulsions, la résolution peut montrer une dépendance mineure vis-à-vis de l'intensité du signal et du contenu du spectre. Dans de tels cas, il se peut que la FWHM mesurée dépende légèrement de l'échantillon utilisé.

A.7 Exemple

Les Figures A.1 et A.2 donnent des exemples d'un spectre du manganèse à partir d'une source de Fe^{55} mesuré avec une largeur de canal de 10 eV et un spectre de PTFE mesuré à une tension de faisceau de 10 kV, une largeur de canal de 5 eV et un $TOA = 30^\circ$, ainsi que les FWHM calculées.



Légende

- X énergie, keV
- Y intensité, coups par canal $\times 10^4$

Figure A.1 — Spectre de la raie $K\alpha$ du manganèse émis à partir d'une source de Fe^{55} et FWHM calculées