
**Analyse par microfaisceaux — Analyse
par microsonde électronique
(Microsonde de Castaing) — Lignes
directrices pour l'analyse qualitative
ponctuelle par spectroscopie de rayons X
à dispersion de longueur d'onde**

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)
*Microbeam analysis — Electron probe microanalysis — Guidelines for
qualitative point analysis by wavelength dispersive X-ray spectrometry*

ISO 17470:2004

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a94526d1-0bce-42ea-9c8c-1adef8223842/iso-17470-2004>



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 17470:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a94526d1-0bce-42ea-9c8c-1adef8223842/iso-17470-2004)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a94526d1-0bce-42ea-9c8c-1adef8223842/iso-17470-2004>

© ISO 2004

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

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
Introduction	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Termes abrégés	2
5 Appareillage	2
6 Procédure d'identification	2
6.1 Généralités	2
6.2 Définition des conditions d'analyse	3
6.3 Méthode d'analyse d'un spectre de rayons X	4
6.4 Limite de détection	5
7 Rapport d'essai	6
Annexe A (informative) Exemple de procès-verbal d'analyse qualitative par microsonde de Castaing	8
Bibliographie	11

[ISO 17470:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a94526d1-0bce-42ea-9c8c-1adef8223842/iso-17470-2004)
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a94526d1-0bce-42ea-9c8c-1adef8223842/iso-17470-2004>

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 17470 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 17470:2004
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a94526d1-0bce-42ea-9c8c-1adef8223842/iso-17470-2004>

Introduction

L'analyse par microsonde électronique (microsonde de Castaing) est utilisée pour identifier qualitativement les éléments présents dans un échantillon à l'échelle micrométrique. Il est nécessaire de spécifier les conditions de mesure et la méthode d'identification pour éviter de consigner des résultats erronés ou incohérents.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 17470:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a94526d1-0bce-42ea-9c8c-1adef8223842/iso-17470-2004)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a94526d1-0bce-42ea-9c8c-1adef8223842/iso-17470-2004>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 17470:2004

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a94526d1-0bce-42ea-9c8c-1adef8223842/iso-17470-2004>

Analyse par microfaisceaux — Analyse par microsonde électronique (Microsonde de Castaing) — Lignes directrices pour l'analyse qualitative ponctuelle par spectroscopie de rayons X à dispersion de longueur d'onde

1 Domaine d'application

La présente Norme Internationale donne des recommandations pour l'identification des éléments et la recherche d'éléments particuliers présents dans un volume micrométrique spécifique d'un échantillon, par l'analyse des spectres de rayons X obtenus en utilisant des spectromètres à dispersion de longueur d'onde montés sur une microsonde de Castaing ou sur un microscope électronique à balayage.

2 Références normatives

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 14594:2003, *Analyse par microfaisceaux — Microanalyse par sonde à électrons — Lignes directrices pour la détermination des paramètres expérimentaux pour la spectroscopie à dispersion de longueurs d'onde*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

3.1

réflexions d'ordre supérieur

pics apparaissant aux angles diffractés correspondant à $n = 2, 3, 4 \dots$

NOTE En spectrométrie de rayons X à dispersion de longueur d'onde (WDS), les rayons X sont dispersés suivant la loi de Bragg, $n\lambda = 2d\sin\theta$, où λ est la longueur d'onde des rayons X, d est la distance interréticulaire du cristal de diffraction, θ est l'angle de diffraction et n est un entier. Les réflexions d'ordre supérieur sont les pics qui apparaissent aux angles diffractés correspondant à $n = 2, 3, 4 \dots$

3.2

analyse ponctuelle

analyse lors de laquelle le faisceau primaire est fixe, irradiant ainsi une région sélectionnée de la surface d'un échantillon

NOTE La méthode consistant à balayer rapidement le faisceau primaire sur une très petite région de la surface de l'échantillon est également incluse. Il convient de choisir le diamètre maximal du faisceau ou la surface balayée de façon à ce que les intensités relatives des rayons X ne se modifient pas lors de l'élargissement de la surface d'analyse.

3.3

cercle de Rowland

(dans un spectromètre de rayons X à dispersion de longueur d'onde) le cercle de focalisation sur lequel la source de rayons X, le diffracteur et le détecteur doivent tous se trouver pour satisfaire à la loi de Bragg et obtenir des interférences additives

3.4

table des raies de rayons X

table des raies de rayons X utilisée pour l'analyse qualitative par microsonde de Castaing (EPMA)

NOTE La table des raies de rayons X pour l'analyse qualitative par microsonde de Castaing (EPMA) indique les longueurs d'onde des raies K-, L- et M- des éléments observés sur chaque cristal de diffraction. Elle peut aussi indiquer leurs intensités relatives, la largeur à mi-hauteur de chaque pic, les distances interréticulaires des cristaux de diffraction, ainsi que les longueurs d'onde des pics satellites.

4 Termes abrégés

EPMA analyse par microsonde électronique (microsonde de Castaing)

WDS spectrométrie de rayons X à dispersion de longueur d'onde ou spectroscopie WDX

5 Appareillage

Il convient de s'assurer que l'instrument est correctement réglé. Il est notamment recommandé de s'assurer que le faisceau d'électrons est stable et qu'il est dans l'axe optique de chaque lentille et de chaque diaphragme, que le courant du faisceau et la tension d'accélération sont appropriés à l'échantillon, que la surface de l'échantillon a été convenablement préparée en vue de l'analyse qualitative, que la distance de travail est correcte et que les cristaux analyseurs et les compteurs sont alignés, étalonnés et produisent des signaux ayant des spectres et des intensités appropriés.

NOTE 1 Il convient de rappeler aux opérateurs que les paramètres tels que la position des pics, leur hauteur relative, leur résolution, les largeurs à mi-hauteur, etc. peuvent varier légèrement d'un instrument à l'autre et d'un échantillon à l'autre. Ceci peut, dans une large mesure, être corrigé en comparant régulièrement les valeurs avec une table des raies de rayons X appropriée et avec les données obtenues à partir de matériaux de référence appropriés pour laboratoire.

NOTE 2 Si la surface de l'échantillon n'est pas plane ou polie ou perpendiculaire au faisceau, il convient de prêter attention d'une part, à la valeur réelle de l'angle d'émergence local et d'autre part, à l'aptitude du spectromètre à analyser convenablement ce type d'échantillon.

6 Procédure d'identification

6.1 Généralités

Le faisceau incident d'électrons étant placé sur le point à analyser de la surface de l'échantillon, les spectres de rayons X sont obtenus par déplacement des spectromètres sur une plage spécifiée de longueurs d'onde. L'analyse qualitative s'effectue en identifiant chacun des pics du spectre de rayons X.

Il y a lieu de vérifier si le pic identifié interfère avec un pic engendré par un autre élément. Il faut notamment faire preuve de vigilance vis-à-vis de réflexions d'ordre supérieur éventuellement dues à d'autres éléments présents dans l'échantillon, généralement à des concentrations plus élevées, sans que cela soit toujours le cas.

6.2 Définition des conditions d'analyse

6.2.1 Faisceau primaire

L'énergie du faisceau primaire doit être supérieure aux énergies d'ionisation des éléments analysés, mais elle doit être suffisamment faible pour réduire autant que possible la détérioration de l'échantillon, sa contamination et la saturation des détecteurs de rayons X.

NOTE 1 La section efficace d'ionisation de Bethe passe par un maximum pour un taux d'excitation égal au nombre de Neper (environ 2,7). Compte tenu de la perte d'énergie des électrons primaires, l'excitation optimale se produit aux taux d'excitation légèrement supérieurs au nombre de Neper. Cependant, dans le cas d'éléments très légers et de rayons X de faible énergie émis par d'autres éléments (c'est-à-dire les raies L et M de faible énergie), l'absorption par les couches superficielles peut modifier significativement le taux d'excitation optimal et l'augmenter jusqu'à beaucoup plus de 2,7.

NOTE 2 L'intensité, I , des rayons X caractéristiques générés est donnée approximativement par l'Équation (1).

$$I = C \times i \left[\frac{(E_0 - E_c)}{E_c} \right]^{1,7} = C \times i (U - 1)^{1,7} \quad (1)$$

où

C est une constante;

i est le courant du faisceau primaire, exprimé en ampères (A);

E_0 est l'énergie du faisceau primaire, exprimée en kiloélectronvolts (keV);

E_c est l'énergie d'excitation critique, exprimée en kiloélectronvolts (keV);

U est le taux d'excitation E_0/E_c .

Il est à noter que l'intensité des rayons X générés augmente avec l'énergie du faisceau primaire. Étant donné que la profondeur d'émission augmente, ainsi que l'absorption des rayons X émis par l'échantillon, les intensités des rayons X détectés n'augmentent pas nécessairement en proportion. Dans les échantillons pour lesquels l'absorption est particulièrement élevée, comme dans le cas des éléments légers Be à F, il est recommandé d'utiliser une énergie de faisceau primaire maximale de 15 keV pour réduire la profondeur de génération des rayons X et par là même, l'effet d'absorption. Dans le cas d'un échantillon de couche mince ou de poudre, il convient de déterminer l'énergie du faisceau primaire en se référant à 5.2 de l'ISO 14594:2003.

Il convient que le courant du faisceau primaire soit également réglé de sorte que la détérioration et la contamination de l'échantillon ainsi que la saturation des détecteurs de rayons X soient réduites le plus possible.

6.2.2 Spectromètre pour rayons X

6.2.2.1 Sélection des cristaux analyseurs

Il convient que les cristaux analyseurs choisis permettent de détecter les éléments voulus avec un rapport pic sur fond et une résolution de pic maximaux, mais avec un minimum d'interférences engendrées par les autres éléments présents dans l'échantillon. Étant donné qu'il n'est pas toujours possible d'optimiser tous ces paramètres simultanément, il convient que l'analyste choisisse le cristal analyseur qui permettra d'obtenir le meilleur compromis pour satisfaire aux exigences spécifiques de l'analyse.

6.2.2.2 Vitesse de balayage

Il convient que la vitesse de balayage du spectromètre choisie permette de détecter les éléments probables à leur concentration prévisible.