

---

---

**Analyse par microfaisceaux — Analyse  
par microsonde de Castaing — Analyse  
quantitative ponctuelle d'échantillons  
massifs par spectrométrie X à dispersion  
de longueur d'onde**

*Microbeam analysis — Electron probe microanalysis — Quantitative  
point analysis for bulk specimens using wavelength-dispersive X-ray  
spectroscopy*

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 22489:2006

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/01948add-66f1-42ec-9937-a2fc872cb773/iso-22489-2006>



**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 22489:2006](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/01948add-66f1-42ec-9937-a2fc872cb773/iso-22489-2006)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/01948add-66f1-42ec-9937-a2fc872cb773/iso-22489-2006>

© ISO 2006

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](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Publié en Suisse

## Sommaire

Page

<b>1</b>	<b>Domaine d'application</b> .....	<b>1</b>
<b>2</b>	<b>Références normatives</b> .....	<b>1</b>
<b>3</b>	<b>Abréviations</b> .....	<b>2</b>
<b>4</b>	<b>Mode opératoire de quantification</b> .....	<b>2</b>
<b>4.1</b>	<b>Mode opératoire général pour la microanalyse quantitative</b> .....	<b>2</b>
<b>4.2</b>	<b>Préparation de l'échantillon</b> .....	<b>3</b>
<b>4.3</b>	<b>Étalonnage de l'instrument</b> .....	<b>3</b>
<b>4.4</b>	<b>Conditions d'analyse</b> .....	<b>4</b>
<b>4.5</b>	<b>Méthode de correction basée sur des modèles analytiques</b> .....	<b>7</b>
<b>4.6</b>	<b>Méthode par droite d'étalonnage</b> .....	<b>8</b>
<b>4.7</b>	<b>Incertitude</b> .....	<b>9</b>
<b>5</b>	<b>Rapport d'essai</b> .....	<b>9</b>
	<b>Annexe A (informative) Effets physiques et correction</b> .....	<b>10</b>
	<b>Annexe B (informative) Aperçu de diverses techniques de correction</b> .....	<b>11</b>
	<b>Annexe C (normative) Mesurage des rapports dans le cas d'«effets chimiques»</b> .....	<b>13</b>
	<b>Bibliographie</b> .....	<b>14</b>

ISO 22489:2006

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/01948add-66f1-42ec-9937-a2fc872cb773/iso-22489-2006>

## 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 22489 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 22489:2006  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/01948add-66f1-42ec-9937-a2fc872cb773/iso-22489-2006>

## Introduction

La microsonde de Castaing est largement utilisée pour l'analyse quantitative de la composition élémentaire de matériaux. C'est un instrument d'analyse typique et la microsonde de Castaing a été considérablement améliorée afin d'être plus conviviale. Pour obtenir des résultats exacts avec cet outil puissant, il faut l'utiliser correctement. Pour obtenir des données fiables, cependant, des modes opératoires optimaux doivent être appliqués. Ces modes opératoires tels que la préparation de l'échantillon, le mesurage de l'intensité des rayons X caractéristiques et la concentration calculée à partir de l'intensité des rayons X, sont enregistrés comme modes opératoires types dans la présente Norme internationale.

## iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 22489:2006](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/01948add-66f1-42ec-9937-a2fc872cb773/iso-22489-2006)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/01948add-66f1-42ec-9937-a2fc872cb773/iso-22489-2006>

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 22489:2006

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/01948add-66f1-42ec-9937-a2fc872cb773/iso-22489-2006>

# Analyse par microfaisceaux — Analyse par microsonde de Castaing — Analyse quantitative ponctuelle d'échantillons massifs par spectrométrie X à dispersion de longueur d'onde

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie des exigences pour la quantification d'éléments dans un volume d'échantillon de l'ordre du micromètre, identifiés par l'analyse des rayons X produits par un faisceau d'électrons au moyen d'un spectromètre à dispersion de longueur d'onde (WDS) monté sur une microsonde de Castaing ou sur un microscope électronique à balayage (SEM).

Elle décrit

- le principe de l'analyse quantitative,
- l'utilisation générale de cette technique en termes d'éléments, de fractions massiques et d'échantillons de référence,
- les exigences générales relatives à l'instrument, et
- les modes opératoires fondamentaux concernant la préparation de l'échantillon, le choix des conditions expérimentales, les mesurages, l'analyse de ces derniers et le rapport.

La présente Norme internationale est destinée à l'analyse quantitative d'un échantillon massif plat et homogène au moyen d'un faisceau d'incidence normale. Elle ne spécifie pas les exigences détaillées auxquelles doivent répondre les instruments ou le logiciel de traitement des données. Il convient que les opérateurs obtiennent des informations, telles que les conditions d'installation, les modes opératoires détaillés et les spécifications de l'instrument, auprès des fabricants de tout produit utilisé.

## 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, *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*

ISO 14595, *Analyse par microfaisceaux — Microanalyse par sonde à électrons — Lignes directrices pour les spécifications des matériaux de référence certifiés (CRM)*

ISO/IEC 17025:2005, *Exigences générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais*

ISO 17470, *Analyse par microfaisceaux — Analyse par microsonde électronique (Microsonde de Castaing) — Lignes directrices pour l'analyse qualitative ponctuelle par spectrométrie de rayons X à dispersion de longueur d'onde (WDX)*

ISO 22309:2006, *Analyse par microfaisceaux — Analyse élémentaire quantitative par spectrométrie à sélection d'énergie (EDS)*

### 3 Abréviations

EPMA Microsonde de Castaing

PHA Analyseur d'amplitude des impulsions

P/B Rapport pic sur fond

### 4 Mode opératoire de quantification

#### 4.1 Mode opératoire général pour la microanalyse quantitative

##### 4.1.1 Principe et mode opératoire de microanalyse quantitative

Les intensités des rayons X caractéristiques provenant des interactions du faisceau d'électrons avec un solide sont approximativement proportionnelles à la fraction massique des éléments contenus dans le volume d'interaction. Par mesurage des intensités des rayons X caractéristiques, on peut déterminer les fractions massiques des éléments qui composent un échantillon.

Une analyse quantitative est réalisée en comparant l'intensité d'une raie X caractéristique d'un élément de l'échantillon avec celle d'un matériau de référence contenant une fraction massique connue de l'élément, les mesurages étant réalisés dans des conditions expérimentales identiques. Le rapport entre l'intensité et la fraction massique n'est pas linéaire sur une large gamme de fractions massiques; des calculs de correction sont donc nécessaires à la fois pour l'échantillon et pour le matériau de référence.

L'absorption des rayons X dans l'échantillon et les matériaux de référence a pour conséquence des intensités émises inférieures aux intensités produites; il faut donc effectuer une correction. Une correction est également effectuée pour la fluorescence des rayons X caractéristiques dans le volume d'analyse et pour la perte d'émission X due à la rétrodiffusion des électrons. Lorsque les électrons pénètrent dans l'échantillon, ils perdent de l'énergie lors de leur interaction avec les atomes qui constituent le matériau. Le taux de perte d'énergie est non seulement dépendant de l'énergie des électrons, mais il est également fonction du numéro atomique moyen. Le mode opératoire de correction de matrice se compose donc de trois éléments correspondant au numéro atomique ( $Z$ ), à l'absorption ( $A$ ) et à la fluorescence caractéristique ( $F$ ).

L'exactitude de l'analyse quantitative dépend du choix des matériaux de référence, de la méthode de préparation de l'échantillon, des conditions et de la méthode de mesure, de la stabilité et de l'étalonnage de l'instrument et de l'utilisation de modèles pour la correction quantitative.

##### 4.1.2 Paramètres de l'analyse quantitative

Les matériaux de référence et les échantillons inconnus doivent remplir les conditions suivantes:

- être stables sous le faisceau d'électrons et sous vide;
- avoir une surface plane perpendiculaire au faisceau d'électrons;
- être homogènes dans le volume d'analyse;
- ne pas avoir de domaines magnétiques.

Pour le volume d'analyse, voir l'ISO 14594 (aire, profondeur et volume d'analyse).

Il est possible de réaliser une analyse élémentaire quantitative pour les éléments ayant un numéro atomique supérieur ou égal à 4 (béryllium).

La limite de détection pour l'analyse quantitative dépend de nombreux paramètres tels que la raie X choisie, la matrice, les conditions de travail (intensité du faisceau, tension d'accélération et paramètres de comptage). Elle varie de quelques  $\mu\text{g}/\text{kg}$ <sup>1)</sup> à quelques centaines de  $\mu\text{g}/\text{kg}$ .

NOTE 1 Les limites de détection sont traitées dans l'ISO 17470.

NOTE 2 Pour l'analyse d'un élément léger ou dans des conditions de forte absorption des rayons X, la limite de détection peut être supérieure à 1 % (par exemple  $K\alpha$  du B dans une matrice de silicium).

L'exactitude pouvant être obtenue est régie par la fraction massique de l'élément, les conditions de mesure et le calcul de correction. Il est généralement considéré que la fidélité relative et l'exactitude relative pour les éléments principaux peuvent être respectivement meilleures que 1 % et 2 %.

NOTE 3 Pour l'analyse d'éléments dans une matrice fortement absorbante avec un matériau de référence dont la composition n'est pas semblable à celle de l'échantillon, l'exactitude peut être sensiblement moins bonne que 2 %.

#### 4.1.3 Choix des matériaux de référence

Les matériaux de référence doivent être conformes aux spécifications de l'ISO 14595.

En général, des éléments purs sont utilisés, mais les corrections des effets de matrice sont minimisées lorsque la composition du matériau de référence est proche de celle de l'échantillon inconnu.

Lorsque l'échantillon nécessite d'être métallisé (4.2), le matériau de référence doit être métallisé dans les mêmes conditions.

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

#### 4.2 Préparation de l'échantillon

L'échantillon (de référence et inconnu) doit être propre et non poussiéreux.

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/01948add-66f1-42cc-9937-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/01948add-66f1-42cc-9937-a2f6872cb773/iso-22489-2006)

La surface de l'échantillon doit être plane. Si nécessaire, l'échantillon doit être intégré dans un milieu conducteur et poli métallographiquement.

L'échantillon doit avoir une bonne conductivité électrique. L'effet de charge sous irradiation par le faisceau d'électrons peut être évité en métallisant l'échantillon avec une couche conductrice très mince de matériau approprié. Un chemin conducteur doit être établi entre la surface de l'échantillon et le porte-échantillon métallique.

Un revêtement de carbone est généralement utilisé, mais dans des cas spécifiques (par exemple l'analyse d'un élément léger), il convient de considérer d'autres matériaux (Au, Al, etc.). On peut utiliser du carbone avec une épaisseur d'environ 20 nm.

Il est recommandé de métalliser à la fois le matériau de référence et l'échantillon inconnu avec le même élément et la même épaisseur.

#### 4.3 Étalonnage de l'instrument

##### 4.3.1 Tension d'accélération

Il est important de vérifier que la tension d'accélération est correcte pour que l'analyse quantitative soit exacte.

Des erreurs de quantification se produiront si la tension d'accélération n'est pas connue avec exactitude et si elle n'est pas stable. La tension d'accélération doit donc être étalonnée et stable.

1) Le ppm n'est plus utilisé, 1 ppm = 1  $\mu\text{g}/\text{kg}$ .

NOTE Si un système EDS est monté sur l'EPMA, la tension vraie peut être déterminée par le mesurage de la limite de Duane-Hunt <sup>[6]</sup>. Dans le cas contraire, aucune méthode d'étalonnage n'est généralement disponible. Il est recommandé de demander au fabricant de vérifier périodiquement les valeurs de tension.

#### 4.3.2 Courant de sonde

Des erreurs de quantification se produiront si le courant de sonde n'est pas connu avec exactitude et si sa stabilité est faible. Le courant de sonde doit donc être stable et contrôlé avec exactitude.

Le courant de sonde est normalement mesuré dans un cylindre de Faraday.

#### 4.3.3 Spectromètre à rayons X

Il est nécessaire de confirmer le réglage exact du spectromètre à rayons X avant son utilisation pour le mesurage. Il convient de procéder ainsi pour tous les spectromètres et tous les cristaux en suivant les instructions données par le fabricant de l'instrument.

La proportionnalité du détecteur de rayons X doit être vérifiée.

NOTE La proportionnalité du détecteur de rayons X est spécifiée dans l'ISO 14594.

#### 4.3.4 Temps mort

Il est nécessaire de corriger la perte de coups de rayons X due au temps mort de la chaîne de comptage. Une droite d'étalonnage du temps mort doit être établie conformément à l'ISO 14594.

### 4.4 Conditions d'analyse

ISO 22489:2006

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/01948add-66f1-42ec-9937-a2fc872cb773/iso-22489-2006>

#### 4.4.1 Tension d'accélération

La tension d'accélération, typiquement entre 5 kV et 30 kV, doit être choisie de façon à répondre aux critères suivants:

- la tension d'accélération doit être supérieure à 1,5 fois l'énergie d'ionisation de la raie X de plus forte énergie utilisée dans l'analyse;
- le volume à analyser doit être plus grand que le volume ionisé;
- la tension d'accélération ne doit pas être trop élevée au point d'induire des dommages thermiques ou électrostatiques ou de nécessiter une correction d'absorption élevée.

Il convient que, pour chaque élément, les mesurages effectués sur l'échantillon de référence et sur l'échantillon inconnu soient réalisés à la même tension d'accélération. Dans des cas particuliers, il est possible d'effectuer une analyse quantitative en utilisant des tensions d'accélération différentes pour optimiser les intensités des rayons X d'éléments dans la même gamme d'énergie.

#### 4.4.2 Courant de sonde

Le courant de sonde doit être choisi pour répondre aux critères suivants:

- l'intensité des rayons X doit être suffisamment élevée pour obtenir un résultat exact;
- l'intensité des rayons X ne doit pas être élevée au point de saturer le détecteur de rayons X;
- la contamination ainsi que les dommages thermiques et électrostatiques doivent être minimisés.

La stabilité du courant de sonde doit être vérifiée avant le mesurage.

Les verres et certains minéraux (par exemple les plagioclases) contiennent des éléments alcalins tels que du Na, K, etc., lesquels migrent sous un faisceau focalisé; il convient donc de les analyser au moyen d'un faisceau défocalisé.

#### 4.4.3 Position d'analyse

Si l'instrument possède un microscope optique, l'élément à analyser doit être placé au centre du champ optique et la hauteur de l'échantillon ajustée jusqu'à ce qu'il soit focalisé. En plus l'opérateur doit s'assurer de la stabilité de la position de la sonde.

Le point focal du spectromètre doit être réglé de manière à être identique au point focal du microscope optique, au centre du microscope optique et au centre de l'image électronique.

Si les spectromètres sont montés verticalement, leur sensibilité chute rapidement lorsque la hauteur de l'échantillon n'est pas correcte. Par conséquent, il est essentiel d'utiliser le microscope optique de l'instrument car sa faible profondeur de plan focal garantit un positionnement correct de l'échantillon lorsque l'on obtient une image nette. Avec des spectromètres inclinés tels que ceux montés généralement dans les microscopes électroniques à balayage (SEM), la sensibilité est beaucoup moins dépendante des variations verticales et il suffit de localiser l'échantillon à 100 µm près.

Dans un microscope électronique à balayage (SEM) équipé d'un spectromètre à dispersion de longueur d'onde (WDS) ne possédant pas de microscope optique, on peut procéder de la façon suivante. Dans un premier temps, choisir un endroit dans l'échantillon (porte-échantillon) de référence que l'on sait être au point focal du WDS, à la distance de travail d'analyse, puis amener le porte-échantillon à cette distance de travail; choisir l'imagerie en électrons secondaires ou en électrons rétrodiffusés et focaliser l'image avec un grossissement relativement élevé. Ensuite introduire l'échantillon inconnu sous le faisceau d'électrons et focaliser l'image électronique en ajustant uniquement la hauteur de l'échantillon.

#### 4.4.4 Diamètre de sonde

ISO 22489:2006

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/01948add-66f1-42ec-9937->

<a2fc872cb773/iso-22489-2006>

Le diamètre de sonde doit être aussi petit que possible pour donner des résultats exacts tout en répondant à l'objectif de l'analyse. Le même diamètre doit être appliqué pendant le mesurage effectué sur l'échantillon de référence et sur l'échantillon inconnu. Si nécessaire, le diamètre de sonde peut être agrandi pour éviter d'endommager l'échantillon et réduire la contamination.

NOTE Le diamètre de sonde et le volume d'analyse sont spécifiés dans l'ISO 14594.

Comme les éléments alcalins tels que le Na, K, etc. migrent sous un faisceau d'électrons focalisé, il convient d'utiliser un faisceau d'électrons défocalisé pour l'analyse de ces éléments.

#### 4.4.5 Balayage du faisceau d'électrons focalisé

Pour analyser un volume supérieur à la taille normale du point, défocaliser ou bien utiliser le microscope en mode de balayage. Si cette dernière solution est adoptée, les mêmes modes opératoires doivent être considérés pour l'analyse ponctuelle, dans les mêmes limites.

Il convient que l'aire analysée corresponde à l'aire pour laquelle la sensibilité du spectromètre est maximale. Si la surface de balayage est trop grande, la sensibilité du spectromètre chutera aux extrémités de cette surface; ainsi l'analyse ponctuelle est préférable pour une exactitude élevée.

#### 4.4.6 Surface de l'échantillon

En microanalyse quantitative, la surface de l'échantillon doit être plane et perpendiculaire à l'axe du faisceau d'électrons. L'échantillon doit être poli pour être le plus plat possible et exempt d'éraflures. L'échantillon (de référence ou inconnu) doit être propre et non poussiéreux. L'échantillon à analyser ne doit pas être attaqué afin de ne pas altérer sa topographie ou sa chimie de surface.