
**Analyse par microfaisceaux —
Analyse par microsonde électronique
(microsonde de Castaing) — Méthodes
d'analyse par cartographie élémentaire
en utilisant la spectrométrie à dispersion
de longueur d'onde**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

*Microbeam analysis — Electron probe microanalysis — Methods for
elemental-mapping analysis using wavelength-dispersive spectroscopy*

ISO 11938:2012

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a8ea02b0-5e77-4974-9ad0-741190f6aa65/iso-11938-2012>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 11938:2012

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a8ea02b0-5e77-4974-9ad0-741190f6aa65/iso-11938-2012>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2012

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 Mode opératoire de l'analyse par cartographie | 2 |
| 4.1 Généralités | 2 |
| 4.2 Préparation de l'échantillon | 2 |
| 4.3 Mode opératoire de mesure | 3 |
| 5 Méthodes d'affichage des cartographies élémentaires | 6 |
| 5.1 Généralités | 6 |
| 5.2 Méthode de l'intensité brute des rayons X | 6 |
| 5.3 Méthode du <i>k</i>-ratio | 6 |
| 5.4 Méthode de la courbe d'étalonnage | 7 |
| 5.5 Méthode de corrélation | 7 |
| 5.6 Méthode de correction des effets de matrice | 7 |
| 6 Évaluation de l'incertitude | 7 |
| 7 Rapport | 8 |
| Annexe A (normative) Comparaison des effets d'absorption pour un élément léger | 9 |
| Bibliographie..... | 10 |

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a8ea02b0-5e77-4974-9ad0-741190f6aa65/iso-11938-2012>
 ISO 11938:2012

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 11938 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 202, *Analyse par microfaisceaux*, sous-comité SC 2, *Microanalyse par sonde à électrons*.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 11938:2012](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a8ea02b0-5e77-4974-9ad0-741190f6aa65/iso-11938-2012)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a8ea02b0-5e77-4974-9ad0-741190f6aa65/iso-11938-2012>

Introduction

L'analyse par microsonde électronique (microsonde de Castaing) (EPMA) a été développée au cours des 50 dernières années^{[1][2][3][4]} et présente de nombreux champs d'application en science et dans l'industrie. L'analyse qualitative et l'analyse quantitative précise sont toutes deux couramment utilisées en minéralogie et dans les études métallurgiques, par exemple. Ces dernières années, avec les avancées dans le domaine des ordinateurs, des techniques de traitement numérique de l'image ont été développées et contrairement à la technique d'imagerie X par points utilisée pour observer qualitativement la distribution des éléments, des techniques de cartographie numérique couleur^[5] sont maintenant souvent utilisées. Celles-ci permettent de comparer des produits et de les évaluer de façon à en maîtriser la qualité. L'analyse des particules et/ou l'analyse des phases utilisant la cartographie nécessitent un choix rigoureux des paramètres expérimentaux et il est essentiel qu'une norme traitant de ce sujet soit adoptée afin d'obtenir des résultats compatibles et fiables.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 11938:2012](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a8ea02b0-5e77-4974-9ad0-741190f6aa65/iso-11938-2012)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a8ea02b0-5e77-4974-9ad0-741190f6aa65/iso-11938-2012>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 11938:2012

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a8ea02b0-5e77-4974-9ad0-741190f6aa65/iso-11938-2012>

Analyse par microfaisceaux — Analyse par microsonde électronique (microsonde de Castaing) — Méthodes d'analyse par cartographie élémentaire en utilisant la spectrométrie à dispersion de longueur d'onde

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale décrit des modes opératoires pour l'analyse par cartographie élémentaire utilisant une microsonde électronique avec spectrométrie à dispersion de longueur d'onde. Le choix entre la cartographie par déplacement numérique du faisceau d'électrons dans l'échantillon (cartographie par balayage du faisceau d'électrons) et la cartographie impliquant uniquement le mouvement de la platine (cartographie sur zone large) est évalué. La présente Norme internationale décrit cinq types de traitement des données: la méthode de l'intensité brute des rayons X, la méthode du k -ratio, la méthode de la courbe d'étalonnage, la méthode de corrélation et la méthode de correction des effets de matrice.

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 5725-6, *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure — Partie 6: Utilisation dans la pratique des valeurs d'exactitude*

[ISO 11938:2012](#)

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 16592:2006, *Analyse par microfaisceaux — Analyse par microsonde électronique (microsonde de Castaing) — Lignes directrices pour le dosage du carbone dans les aciers par la droite d'étalonnage*

ISO/CEI 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 22489, *Analyse par microfaisceaux — Analyse par microsonde de Castaing — Analyse quantitative ponctuelle d'échantillons massifs par spectrométrie X à dispersion de longueur d'onde*

ISO 23833, *Analyse par microfaisceaux — Analyse par microsonde électronique (microsonde de Castaing) — Vocabulaire*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'ISO 23833 ainsi que les suivants s'appliquent.

3.1 zone cartographiée
trame orthogonale de pixels espacés de manière régulière dans les directions X et Y, définissant la zone de cartographie de l'échantillon

NOTE Chaque pixel est analysé pendant la même période de temps et l'intégrité des données de chaque pixel est maintenue dans les données stockées de sorte que l'affichage graphique des données montre la distribution de chacun des éléments analysés.

3.2 balayage du faisceau
mouvement contrôlé du faisceau d'électrons à la surface de l'échantillon, avec synchronisation sur l'écran d'affichage

3.3 cartographie en pseudo couleur
cartographie en fausse couleur
cartographie en niveaux de gris
affichage de la concentration des éléments en utilisant différents niveaux de gris ou différentes couleurs, chaque niveau de gris ou valeur de couleur représentant l'amplitude de l'intensité de l'élément mesurée à la position de ce pixel

3.4 pixel
point de données unique sur une cartographie

3.5 cartographie par déplacement de la platine
production d'une cartographie X en déplaçant mécaniquement la platine sous un faisceau d'électrons fixe selon un modèle de trame orthogonale prédéfini

4 Mode opératoire de l'analyse par cartographie

4.1 Généralités

Il convient de sélectionner les paramètres expérimentaux à utiliser durant l'analyse à l'aide des lignes directrices détaillées dans l'ISO 14594.

Pour réaliser une analyse par cartographie, l'instrument d'analyse doit être suffisamment stable pour que l'on puisse raisonnablement supposer que toute variation due à la dérive de l'instrument au cours de la période totale de cartographie est nettement inférieure à la variation due aux écarts des intensités des éléments mesurés. La stabilité de l'instrument est définie à partir d'un test de performance de l'instrument. Il convient de mesurer la stabilité au cours d'une période de temps similaire à celle utilisée pour l'analyse par cartographie.

NOTE 1 Une plaquette de Si est suffisamment homogène et adaptée pour vérifier la stabilité.

NOTE 2 La mesure du fond continu peut être effectuée de deux façons. La première méthode consiste à mesurer à la fois les intensités des pics et l'intensité du fond continu pixel par pixel. Cette méthode minimise les effets de dérive de la platine et/ou de l'énergie du faisceau, mais nécessite que le spectromètre passe de la position des pics à celle du fond continu à chaque pixel, augmentant significativement la durée de l'analyse et introduisant une dérive potentielle dans le positionnement du spectromètre. La seconde méthode consiste à faire l'acquisition d'une cartographie complète des pics et d'une cartographie complète du fond continu. Cette méthode réduit significativement la durée totale de l'analyse et élimine le risque de dérive du spectromètre, mais est plus sujette à une dérive de la platine et/ou de l'énergie du faisceau.

4.2 Préparation de l'échantillon

L'échantillon doit être préparé de manière à réduire le plus possible les effets des artefacts et des erreurs sur l'analyse par cartographie, sans toutefois nuire à l'intégrité de l'échantillon (voir l'ISO 22489).

Les échantillons (échantillon de référence et échantillon inconnu) doivent être propres et exempts de poussière.

L'échantillon doit être aussi plat que possible. Si nécessaire, l'échantillon doit être inclus dans un enrobage et poli métallologiquement.

L'échantillon doit avoir une bonne conductivité électrique. L'effet de charge sous irradiation du faisceau d'électrons peut être évité en métallisant l'échantillon par une couche conductrice de matériau approprié. La métallisation doit être aussi mince que possible tout en fournissant une dissipation de charge suffisante. 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 particuliers, il convient de considérer d'autres matériaux (Au, Al, etc.). Du carbone avec une épaisseur d'environ 10 nm à 20 nm est généralement suffisant pour établir une bonne conduction. Il est recommandé de procéder à la métallisation du matériau de référence et de l'échantillon inconnu en utilisant le même élément et la même épaisseur.

4.3 Mode opératoire de mesure

4.3.1 Généralités

L'analyse par cartographie doit être réalisée comme suit.

- Choisir l'emplacement et la taille de la zone cartographiée requise sur l'échantillon.
- Choisir le nombre de pixels pour obtenir la résolution spatiale voulue, et la méthode d'acquisition (cartographie par déplacement de la platine ou par balayage du faisceau).
- Choisir et appliquer les conditions relatives à l'élément et à l'instrument.
- Recueillir à chaque pixel, les signaux des rayons X des pics caractéristiques et du fond continu et de tout électron requis (par exemple électrons rétrodiffusés, électrons secondaires, courant absorbé) et stocker toutes les données point par point dans la mémoire de l'ordinateur^[1].
- Appliquer la méthode de correction choisie aux données des rayons X (voir l'Article 5).
- Les données peuvent ensuite être affichées sous forme de cartographies en pseudo couleur, comme illustré à la Figure 1.
- Le mode opératoire de cartographie est résumé à la Figure 2.

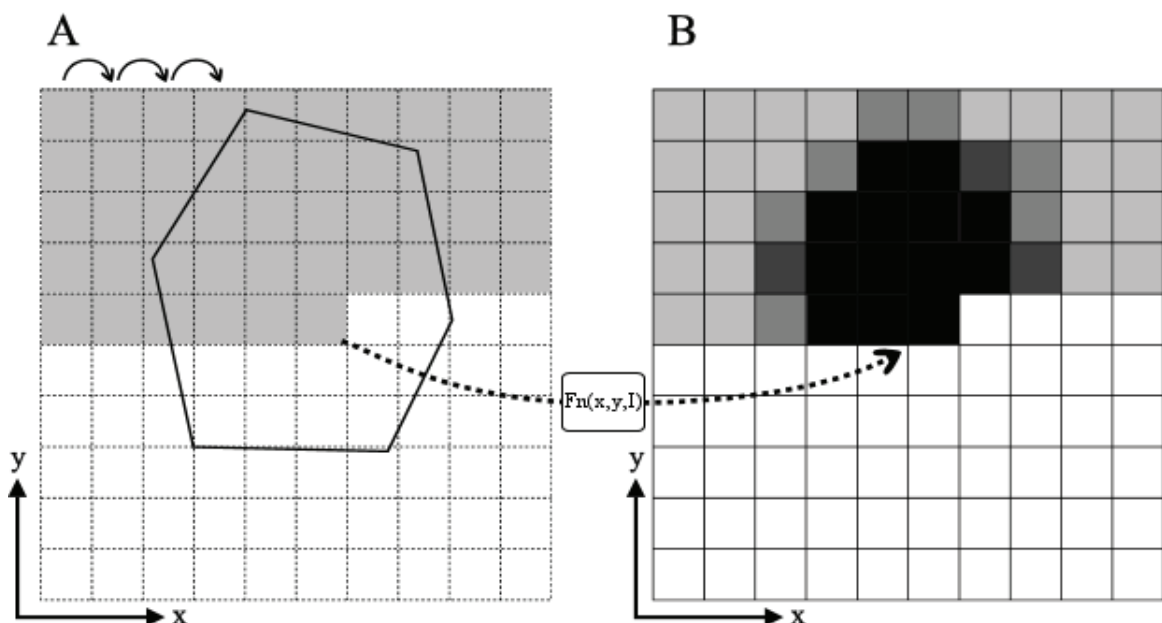


Figure 1 — Procédure de conversion des données de cartographie en cartographies en pseudo couleur