

---

---

**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**

*Microbeam analysis — Electron probe microanalysis — Guidelines for  
determining the carbon content of steels using a calibration curve method*

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

[ISO 16592:2012](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e80ebd1d-f8ea-4f83-a2e9-e8bb0dbe57bc/iso-16592-2012)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e80ebd1d-f8ea-4f83-a2e9-e8bb0dbe57bc/iso-16592-2012>



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

ISO 16592:2012

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e80ebd1d-f8ea-4f83-a2e9-e8bb0dbe57bc/iso-16592-2012>



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

Publié en Suisse

**Sommaire**

Page

<b>Avant-propos</b> .....	<b>iv</b>
<b>1</b> <b>Domaine d'application</b> .....	<b>1</b>
<b>2</b> <b>Mode opératoire</b> .....	<b>1</b>
<b>2.1</b> <b>Généralités</b> .....	<b>1</b>
<b>2.2</b> <b>Matériaux de référence</b> .....	<b>1</b>
<b>2.3</b> <b>Préparation de l'échantillon</b> .....	<b>2</b>
<b>2.4</b> <b>Mesure de l'intensité des rayons X de la raie <math>K\alpha</math> du carbone</b> .....	<b>2</b>
<b>2.5</b> <b>Soustraction du fond</b> .....	<b>4</b>
<b>2.6</b> <b>Établissement de la droite d'étalonnage</b> .....	<b>5</b>
<b>3</b> <b>Évaluation de l'incertitude</b> .....	<b>6</b>
<b>4</b> <b>Rapport d'essai</b> .....	<b>6</b>
<b>Annexe A</b> (informative) <b>Méthode d'estimation de l'incertitude de la valeur calculée à partir d'une droite d'étalonnage</b> .....	<b>8</b>
<b>Annexe B</b> (informative) <b>Exemple de la détermination de la fraction massique de carbone et de l'évaluation de l'incertitude dans un acier</b> .....	<b>10</b>
<b>Bibliographie</b> .....	<b>12</b>

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

ISO 16592:2012

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e80ebd1d-f8ea-4f83-a2e9-e8bb0dbe57bc/iso-16592-2012>

## 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 16592 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 202, *Analyse par microfaisceaux*, sous-comité SC 2, *Microanalyse par sonde à électrons*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 16592:2006), dont elle constitue une révision mineure comportant les modifications suivantes:

- des instructions relatives à l'établissement d'un chemin conducteur entre l'échantillon et la masse pour empêcher tout effet de charge et des instructions relatives à la réduction du dégazage de l'échantillon une fois monté ont été ajoutées en 2.3.2;
- en 2.3.3, la signification de nettoyage à ultrasons avec un liquide exempt de carbone a été clarifiée;
- en 2.4.2, la deuxième phrase a été reformulée pour indiquer clairement que les exigences s'appliquent au matériau de référence et à l'échantillon inconnu.

# 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

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale donne des lignes directrices pour une méthode permettant de déterminer la teneur en carbone dans des aciers qui comprennent d'autres éléments d'alliage (en une quantité inférieure à 1 % à 2 % en masse) par la méthode de droite d'étalonnage. Elle spécifie la préparation de l'échantillon, la détection des rayons X, l'établissement de la droite d'étalonnage et le procédé de détermination de l'incertitude de la teneur en carbone mesurée. Elle est applicable aux aciers contenant une fraction massique de carbone inférieure à 1,0 %. La méthode n'est pas applicable aux aciers ayant des teneurs plus élevées en carbone, car cela affecterait de manière significative l'exactitude des résultats d'analyse.

La présente Norme internationale s'applique aux analyses effectuées en utilisant un faisceau en incidence normale par spectrométrie de rayons X à dispersion de longueur d'onde; elle n'est pas prévue pour être utilisée en spectrométrie de rayons X à sélection d'énergie.

## 2 Mode opératoire

### 2.1 Généralités

Afin de déterminer la teneur en carbone dans les aciers en utilisant une droite d'étalonnage, il convient de préparer des matériaux de référence appropriés. Pour une analyse précise, il est recommandé d'apporter une attention extrême pour empêcher la contamination en carbone qui peut augmenter la teneur apparente en carbone de l'échantillon.

Il convient d'effectuer la mesure de l'intensité de la raie  $K\alpha$  du C en utilisant les mêmes modes opératoires pour l'échantillon et les matériaux de référence, c'est-à-dire la préparation de l'échantillon, l'énergie du faisceau, le courant du faisceau, le diamètre du faisceau, le mode de comptage par points, l'écart entre les points en cas d'analyse en ligne et également la méthode de soustraction du fond.

### 2.2 Matériaux de référence

Afin d'établir la droite d'étalonnage pour déterminer la teneur en carbone, il est recommandé d'utiliser un matériau de référence approprié ou un ensemble de matériaux de référence. Des exemples de matériaux de référence sont:

- matériaux de référence de solution solide Fe-C qui sont fabriqués par trempe de l'austénite à température élevée; il convient que ces matériaux de référence soient homogènes et aient différentes concentrations en carbone;
- composé de Fe-C  $Fe_3C$  [1].

Il est recommandé de ne pas utiliser des matériaux de référence ayant une forme du pic  $K\alpha$  du C différente des matériaux inconnus parce que l'utilisation de ces matériaux de référence entraîne une diminution de l'exactitude quantitative.

## 2.3 Préparation de l'échantillon

### 2.3.1 Généralités

La présence du carbone et/ou de ses composés en tant que contamination sur la surface de l'échantillon suite à la préparation de l'échantillon affecte de manière significative l'exactitude de l'analyse du carbone. Il est recommandé d'apporter une attention particulière pour empêcher cette contamination. Il convient que les modes opératoires de préparation de l'échantillon (enrobage, surfaçage et polissage) soient identiques pour le matériau de référence et le matériau inconnu.

### 2.3.2 Enrobage de l'échantillon

Bien qu'il soit souvent possible d'analyser un échantillon sans utiliser d'enrobage, cela est nécessaire pour des échantillons de petite taille ou de forme irrégulière. Il est important de se rendre compte que le matériau d'enrobage peut agir en tant que source de contamination en carbone. Divers enrobages sont disponibles, tels que la bakélite et les résines chargées de cuivre ou d'aluminium (ou même de graphite), et il est recommandé que l'utilisateur évalue les différents types.

Lorsqu'un enrobage est utilisé, il convient que les zones choisies pour l'analyse soient, si possible, proches du centre de l'échantillon pour éviter des effets de beurrage de la résine proche de l'interface échantillon/enrobage.

Un chemin conducteur doit être établi entre l'échantillon ou le matériau de référence et la masse pour empêcher tout effet de charge.

Il convient de réduire au minimum le dégazage de l'enrobage de l'échantillon. En effet, la porosité de l'échantillon, et des défauts dans l'interface échantillon/enrobage dégraderont le vide et conduiront à des niveaux plus élevés de contamination.

(standards.iteh.ai)

### 2.3.3 Polissage et nettoyage de l'échantillon

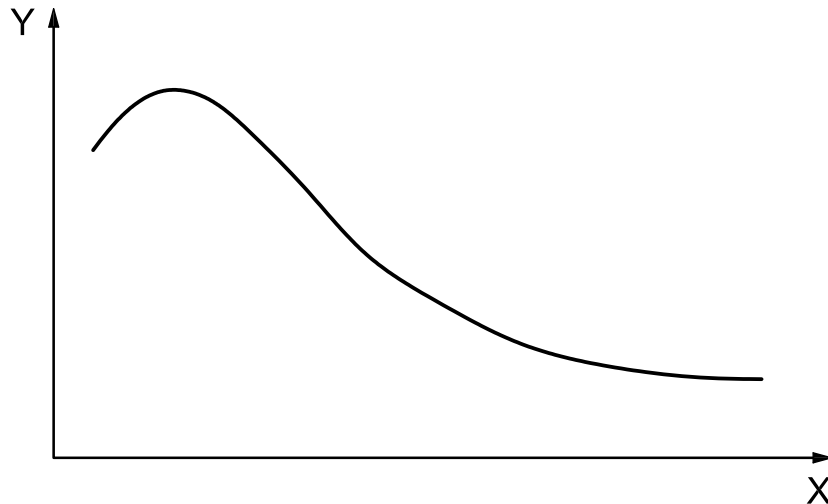
ISO 16592:2012

Il est recommandé que la finition de surface de l'échantillon à examiner soit plate, propre et sèche. Il convient que l'échantillon subisse une préparation métallographique normalisée à l'aide de papiers au carbure de silicium pour le surfaçage et de draps diamantés pour le polissage. Il convient que le polissage final soit effectué avec un matériau exempt de carbone tel que de la poudre d'alumine. Après le polissage, il est important de nettoyer minutieusement l'échantillon afin d'éliminer tout résidu résultant de la préparation en effectuant un nettoyage à ultrasons avec un liquide exempt de carbone comme par exemple de l'eau ultrapure.

## 2.4 Mesure de l'intensité des rayons X de la raie $K\alpha$ du carbone

### 2.4.1 Énergie du faisceau et courant du faisceau

Le niveau d'émission des rayons X du carbone est faible en raison d'une faible probabilité d'ionisation et aussi parce que l'absorption du rayonnement  $K\alpha$  du C est très forte dans presque tous les matériaux de matrice. Le fait d'augmenter l'énergie du faisceau au-dessus du potentiel d'excitation de la raie  $K\alpha$  du C augmente la profondeur de la pénétration des électrons, ce qui augmente le nombre de rayons X générés. Cependant, la fraction de rayons X émise est fortement diminuée comparée à l'intensité générée en raison de l'absorption élevée des rayons X avant d'atteindre la surface (voir Figure 1). L'énergie du faisceau optimale, qui produit l'intensité maximale des rayons X émis, dépend de l'échantillon. Bien que l'énergie du faisceau optimale pour de nombreux types de carbure, qui se rencontrent généralement dans les aciers, se situe dans la région de 6 keV [2], dans la pratique une valeur de 10 keV à 15 keV est plus habituellement utilisée lors de la mesure de la concentration en carbone pour l'intensité de la raie  $K\alpha$  du C et le diamètre du faisceau. L'utilisation d'un courant de faisceau élevé augmente le nombre total de rayons X mais s'accompagne d'une augmentation du diamètre du faisceau. À moins que le diamètre du faisceau soit un problème, il convient de fixer le courant du faisceau pour analyser le carbone dans les aciers à une valeur élevée pour avoir une bonne statistique de comptage. Il est recommandé de maintenir constant le courant du faisceau lors de la mesure de l'échantillon inconnu et de référence. La normalisation des comptages est acceptable si le courant est mesuré à intervalles rapprochés.



#### Légende

X énergie du faisceau, keV

Y intensité mesurée de la raie  $K\alpha$  du C, cps/nA

**Figure 1 — Effet de l'énergie du faisceau sur l'intensité mesurée de la raie  $K\alpha$  du C** (voir Référence [2])

#### 2.4.2 Temps de comptage

Pour de meilleurs résultats, il convient que l'appareillage EPMA ait un dispositif efficace d'anticonamination avec une plaque refroidie à l'azote liquide et/ou une microfuite d'air ou d'oxygène sur l'échantillon pour limiter la contamination. Dans ce cas, il est recommandé que le mode opératoire inclue un temps fixe (selon l'instrument) sur chaque point afin de stabiliser le taux de comptage avant de commencer la mesure, aussi bien pour le matériau de référence que pour l'échantillon inconnu.

NOTE 1 Pour un instrument avec des taux élevés de contamination, la meilleure stratégie pourrait être de collecter autant de photons en un temps aussi court que possible, avant que la contribution des photons dus à la contamination n'atteigne un niveau inacceptable. La stratégie préférée est différente d'un instrument à un autre.

NOTE 2 Les origines du carbone qui pourrait contaminer la surface de l'échantillon par l'irradiation des électrons sont nombreuses (l'échantillon lui-même, le gaz résiduel à l'intérieur de la chambre de l'échantillon, les huiles associées aux pompes à vide, la lubrification de la mécanique du spectromètre, etc.). Comme mentionné plus haut, la contamination qui est due à l'irradiation des électrons peut être réduite à l'aide d'une plaque refroidie à l'azote liquide et/ou d'un jet d'air ou d'oxygène sur l'échantillon [2].

#### 2.4.3 Réglage de l'analyseur d'amplitude des impulsions (PHA)

Il convient d'ajuster les réglages du PHA pour éliminer toutes raies de diffraction d'ordre supérieur à la longueur d'onde utilisée pour la mesure de la raie  $K\alpha$  du C.

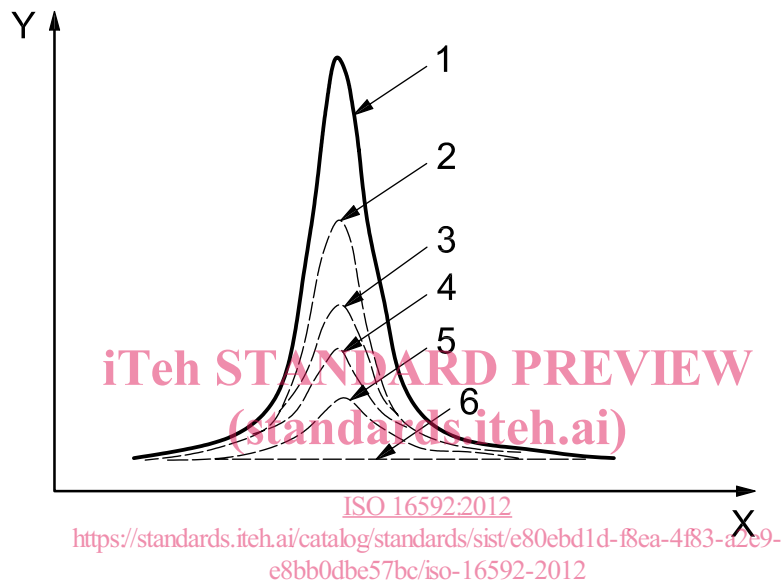
NOTE Il est plus facile d'ajuster les réglages du PHA en utilisant un échantillon ayant une teneur élevée en carbone tel que  $Fe_3C$ .

#### 2.4.4 Choix du cristal

Pour obtenir de bonnes statistiques de comptage, il convient que le cristal utilisé fournisse un taux de comptage élevé et un bon rapport pic sur fond à la longueur d'onde utilisée pour la mesure de la raie  $K\alpha$  du C. Les instruments plus anciens utilisent un cristal de stéarate de plomb, mais les cristaux multicouches synthétiques avec une distance  $d$  optimisée et une intensité et des valeurs pic sur fond bien meilleures sont de nos jours disponibles.

### 2.5 Soustraction du fond

En réalisant des analyses quantitatives d'éléments plus lourds, il est recommandé de faire attention au choix des positions appropriées de mesure du fond de chaque côté du pic à mesurer. Le choix des positions est déterminé de façon à éviter des pics d'autres éléments qui pourraient être présents dans l'échantillon. Dans le cas de l'analyse du carbone, cependant, l'intensité mesurée de la raie  $K\alpha$  du C est la somme de cinq intensités de rayons X, comme le montre la Figure 2. Ces cinq contributions à l'intensité totale mesurée sont l'intensité provenant des atomes de carbone dans l'échantillon, l'intensité de la contamination en carbone sur la surface de l'échantillon due à la préparation de l'échantillon (courbe 4 à la Figure 2), l'intensité de la contamination en carbone due à l'irradiation des électrons pendant la mesure (courbe 3), l'intensité des rayons X continus (courbe 6) et l'intensité de tout pic superposé (courbe 5). Afin de déterminer l'intensité nette de la raie  $K\alpha$  du C générée dans le matériau inconnu et de référence, il est recommandé de soustraire ces intensités additionnelles de l'intensité totale mesurée.



**Légende**

- X longueur d'onde
- Y intensité mesurée de la raie  $K\alpha$  du C
- 1 intensité totale mesurée
- 2 intensité nette issue du carbone dans l'échantillon
- 3 intensité de la contamination due à l'irradiation des électrons pendant la mesure
- 4 intensité de la contamination due à la préparation de l'échantillon
- 5 intensité du pic superposé
- 6 intensité des rayons X continus

**Figure 2 — Contributions à l'intensité mesurée de la raie  $K\alpha$  du C**

La méthode du profil de pic peut être utilisée pour déterminer le niveau du fond continu (courbe 6). Mais la hauteur et/ou la surface du pic résultante ne donnent pas l'intensité nette dans l'échantillon parce que les intensités résultant de la contamination (courbes 3 et 4) sont toujours incluses. Pour estimer l'intensité nette produite dans l'échantillon sans les contributions dues à la contamination (courbes 3 et 4), il est très utile de mesurer l'intensité de la raie  $K\alpha$  du C sur un échantillon de référence de fer pur dans des conditions identiques à celles utilisées pour l'échantillon inconnu. Cette méthode implique d'effectuer un comptage sur du fer pur à la position de l'intensité maximale du pic de la raie  $K\alpha$  du C, sans se déplacer aux positions du fond, pour déterminer l'intensité des rayons X associée à une teneur nulle en carbone. Lorsque des pics superposés sont présents, la contribution apportée par l'élément ou les éléments doit être estimée en utilisant des matériaux de référence appropriés.



## 2.6 Établissement de la droite d'étalonnage

Il convient d'établir la droite d'étalonnage pour la détermination de la teneur en carbone dans les aciers à partir de la relation entre l'intensité nette de la raie  $K\alpha$  du C et un certain nombre de matériaux de référence certifiés ayant des teneurs en carbone différentes, comme le montre la Figure 3.

Compte tenu du fait qu'il existe une relation linéaire entre la teneur en carbone et l'intensité de la raie  $K\alpha$  du C dans la gamme allant de 0 % à 1,0 % en masse de carbone, la courbe d'étalonnage est donnée par l'Équation (1):

$$I_i = b_0 + b_1 C_i \quad (1)$$

où

$I_i$  est l'intensité des rayons X mesurée sur le matériau de référence;

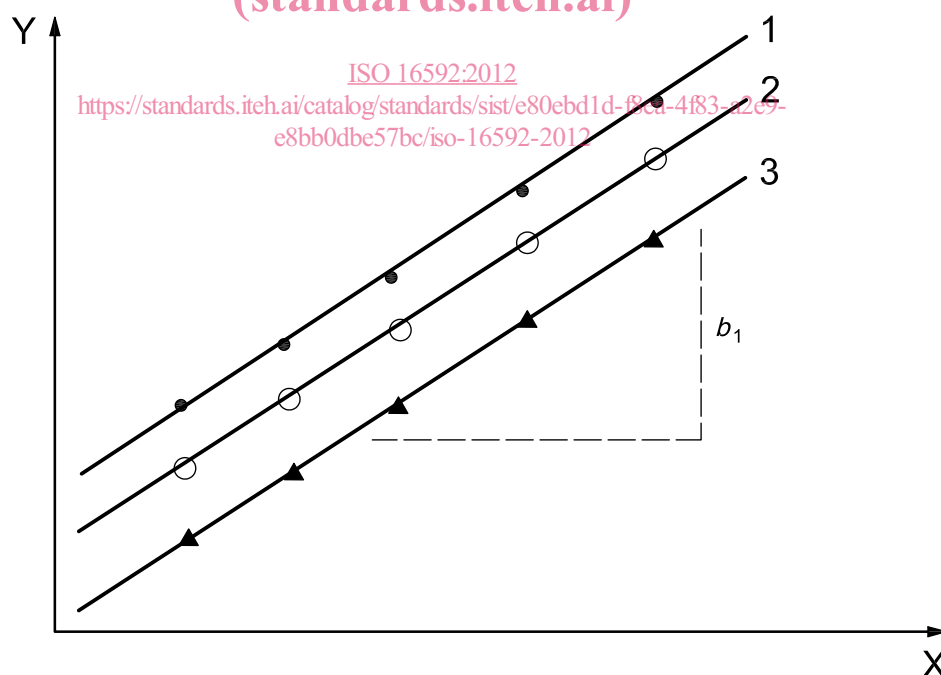
$C_i$  est la fraction massique de carbone dans le matériau de référence;

$b_0$  est l'intersection avec l'axe d'intensité;

$b_1$  est la pente de la courbe d'étalonnage.

Les coefficients  $b_0$  et  $b_1$  peuvent être calculés par ajustement linéaire par moindres carrés (voir Annexe A).

En utilisant du fer pur pour la soustraction du fond, l'intensité nette lorsque la teneur en carbone est nulle devrait théoriquement correspondre à zéro, mais elle a toujours une valeur finie en raison des effets de la contamination. Pour cette raison, il est recommandé d'apporter une attention particulière pour réduire la contamination en carbone.



### Légende

X fraction massique de carbone, %

Y intensité mesurée de la raie  $K\alpha$  du C, cps/nA

1 intensité totale mesurée de la raie  $K\alpha$  du C

2 intensité de la raie  $K\alpha$  du C après soustraction des contributions des pics superposés et du fond continu

3 intensité nette de la raie  $K\alpha$  du C après soustraction du fond obtenu sur du fer pur

$b_1$  pente

Figure 3 — Droite d'étalonnage pour déterminer la teneur en carbone dans les aciers