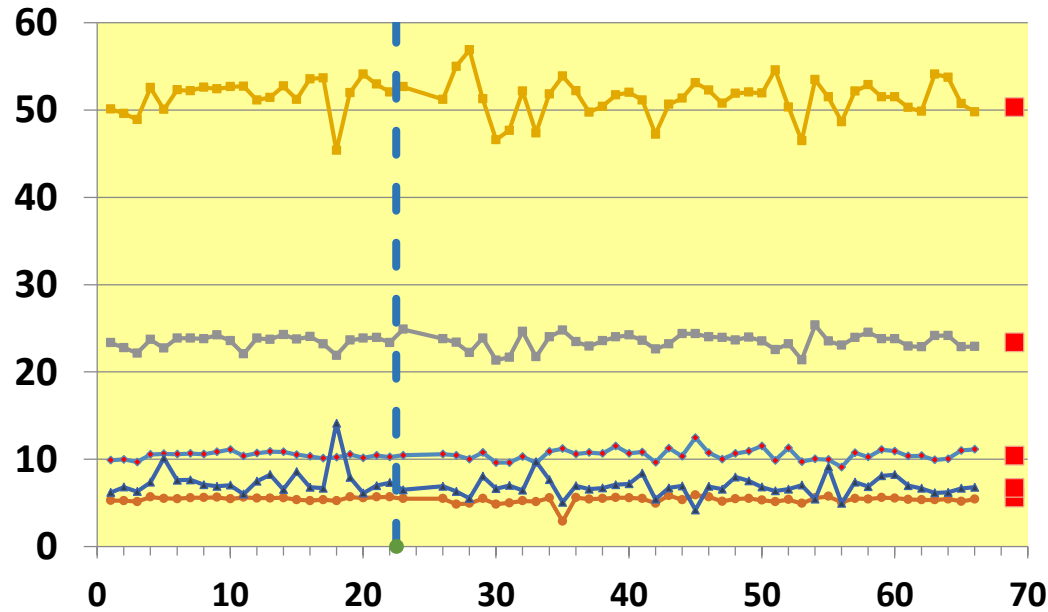


# Echantillon test :

## Proposition d'un nouveau circuit d'intercomparaison GN-MEBA



Après 2004, 2009 et 2012, nous vous proposons un nouveau circuit d'intercomparaison (« échantillon test ») durant l'année 2016

2004 : alliage de maillechort (Cu-Zn-Ni)

2009 : pièce de 10 cts d'euro (alliage Cupro-aluminium Cu-Al-Zn traces de Sn)

2012 : Verre métallique (Ni – Co – Cr – Fe – Mo - B)



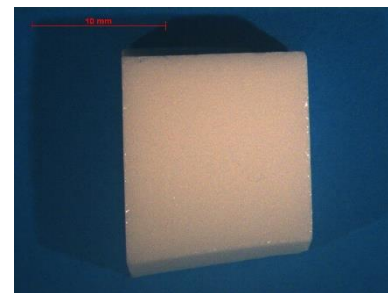
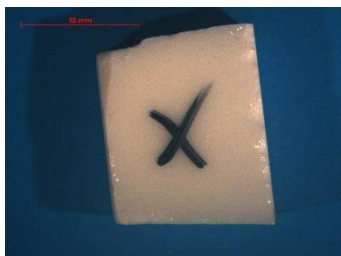
**2016 :** un vase en céramique<sup>(1)</sup>...

L'échantillon sera fourni sous la forme d'un parallélépipède de 1cm de côté et de quelques mm d'épaisseur.

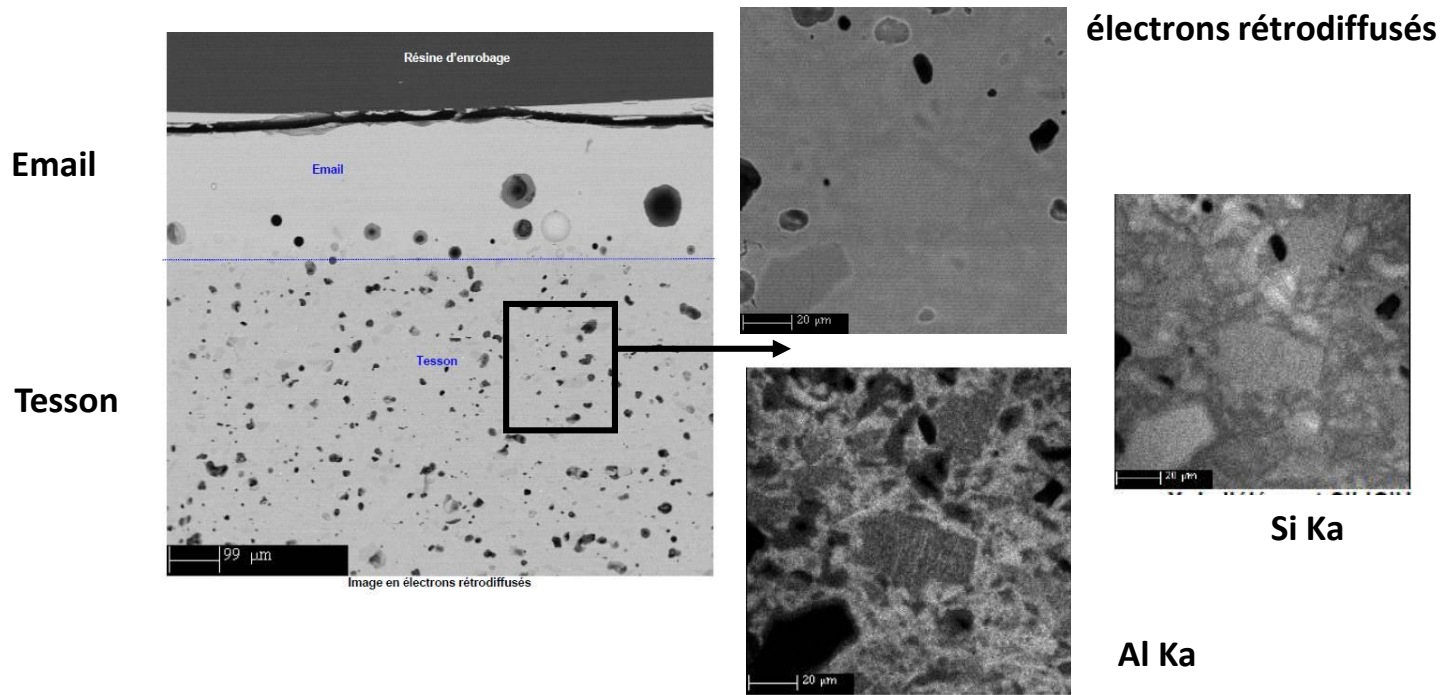
De part et d'autre une couche d'environ 300µm constitue l'émail qui entoure le tesson.

Seule la face convexe (extérieure) est à analyser

*La face concave (intérieure) est marquée d'une croix*



(1) Fourni gracieusement par La Société Française de Céramique (Marie Eline Couturier)



## Programme de travail

1 - Ce circuit est ouvert à tous les instruments :

- MEB équipé d'un EDS
- MEB équipé d'un EDS + WDS
- Microsondes électroniques
- et même, pourquoi pas, à d'autres moyens d'analyse ( $\mu\text{fluo}$ , SIMS...)

# Programme

## 1 - Préparation :

L'échantillon devra être de préférence enrobé et poli, de façon à pouvoir être analysé sur la tranche (seul l'émail sur la partie convexe est à analyser).

Isolant il devra être métallisé (ou, si on dispose d'un MEB à pression variable ou environnemental, il pourra être analysé non métallisé mais sous atmosphère gazeuse)

*Dans tous les cas, assurez vous de la bonne conductibilité de votre échantillon par l'observation de la limite de Duane-Hunt(\*)*

2 – Réaliser une image en électrons rétrodiffusés de l'émail pour vérifier l'homogénéité

3 – Analyse qualitative de l'émail afin de déterminer la présence des différents éléments (majeur et traces si possible)

4 – Analyse quantitative des éléments détectés

Conditions d'analyse :

- tension d'accélération : 15 kV
- 10 comptages minimum (ou spectres) avec ou sans témoin
- les temps d'acquisition, l'intensité électronique sont laissés à votre choix

*(\*) La limite de Duane Hunt correspond à la limite de l'émission de fond continu ; pour l'observer en EDS il faut visualiser le spectre dans une gamme d'énergie supérieure à la tension d'accélération (20 keV pour une tension de 15 kV), cette limite doit correspondre à l'énergie primaire des électrons s'il n'y a pas de problème de charge.*

**5 – Vous pouvez utiliser tous les instruments à votre disposition  
(chaque instrument fera l'objet d'un rapport séparé)**

*Il sera indispensable de renseigner le plus précisément possible à la fois les caractéristiques de votre spectromètre que les paramètres d'analyse qui figureront sur le questionnaire qui vous sera envoyé.*

### Questions subsidiaires

*La partie centrale (tesson) étant hétérogène, elle pourra être utilisée pour d'autres tests non obligatoires mais qui pourraient être intéressants :*

**1 – Constitution d'une base de données sur les contrastes obtenus avec différents détecteurs :**

**effectuer à l'aide de tous vos détecteurs d'électrons (secondaires et rétrodiffusés) une image du tessou dans des conditions identiques (champ imagé entre 100 et 150  $\mu\text{m}$ )**

*Pour chaque image, préciser clairement la nature du détecteur*

**2 – Cartographies X des différents éléments (au même grandissement)**

## Organisation et « timing »

1 – Les labos intéressés présents à la réunion et qui se sont inscrits directement ont reçu un échantillon mais il leur est demandé de confirmer par mail à mon adresse :

[jacky.ruste@free.fr](mailto:jacky.ruste@free.fr)

(avec copie à François Brisset :

[francois.brisset@u-psud.fr](mailto:francois.brisset@u-psud.fr))

- *Un fichier explicatif avec les informations à fournir leur sera envoyé par la suite*

2 – Pour les laboratoires non présents mais qui souhaitent participer, ils devront s'inscrire par mail à l'adresse ci-dessus, ils recevront rapidement l'échantillon et le fichier explicatif.

3 – Dès que les analyses seront faites, ces labos devront m'adresser les résultats (si possible avant la fin juin 2016) et renvoyer si nécessaire l'échantillon à l'adresse qui leur sera communiquée

4 – La synthèse des résultats (anonyme) sera présentée lors de la réunion de décembre 2016

***Ce circuit n'est pas réservé uniquement aux laboratoires  
« expérimentés » mais à tous !***

***Au contraire, les laboratoires « néophytes » trouveront un  
grand intérêt à participer afin de se tester et de mettre  
(éventuellement) en évidence quelques problèmes  
« opérationnels »***

**2004 : 55 laboratoires 😊**

**2009 : 50 laboratoires ☹️**

**2012 : 56 laboratoires 😊**

***et combien en 2016 ?***