

***LES NORMES ISO DANS LE DOMAINE
DE LA MICROSCOPIE ELECTRONIQUE A
BALAYAGE ET ANALYSES ASSOCIEES***

NORMALISATION

La Normalisation dans le domaine du MEB et de la microanalyse X est effectuée au niveau international dans le cadre du **comité technique ISO / TC 202 "Analyse par micro-faisceaux"** (créé en 1991).

13 pays participent à l'élaboration des normes ISO /TC 202, dont la France (AFNOR - *Association Française de NORmalisation*)

→ publication de 19 normes

Domaine des travaux :

Normalisation dans le domaine de l'analyse par microfaisceaux qui utilise des électrons comme rayonnement incident

(mesures, paramètres, méthodes et matériaux de référence)

Structure de l'ISO/TC 202 « Analyse par microfaisceaux »

WG1

Procédures générales
et gestion des
données

WG4

Spectrométrie à
sélection d'énergie

WG6, WG7

Diffraction des e⁻
rétrodiffusés

ISO/TC 202

SC 1

Terminologie

SC 2

Analyse par microsonde
électronique de Castaing
WG 6 quantitative
WG 7 cartographie X

SC 3

MET analytique

SC 4

MEB

Toutes les normes internationales sont réexaminées 1 fois tous les 5 ans

→ confirmation, révision ou annulation

ISO/TC 202 - NORMES PUBLIEES au 31 octobre 2017

ISO/TC 202/ SC 1 – TERMINOLOGIE (3 normes)

<u>ISO 15932:2013</u>	Analyse par microfaisceaux -- Microscopie électronique analytique -- Vocabulaire
<u>ISO 22493:2014</u>	Analyse par microfaisceaux -- Microscopie électronique à balayage -- Vocabulaire
<u>ISO 23833:2013</u>	Analyse par microfaisceaux -- Analyse par microsonde électronique (microsonde de Castaing) -- Vocabulaire

ISO/TC 202/ SC 2 – MICROANALYSE PAR SONDE A ELECTRONS (6 normes)

<u>ISO 11938:2012</u>	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
<u>ISO 14594:2014</u>	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
<u>ISO 14595:2014</u>	Analyse par microfaisceaux -- Microanalyse par sonde à électrons -- Lignes directrices pour les spécifications des matériaux de référence certifiés (CRM)
<u>ISO 16592:2012</u>	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/TC 202 - NORMES PUBLIEES au 31 octobre 2017 (suite 1)

[ISO 17470:2014](#)

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 22489:2016](#)

Analyse par microfaisceaux -- Microsonde de Castaing -- Analyse quantitative ponctuelle d'échantillons massifs par spectrométrie à dispersion de longueur d'onde

ISO/TC 202/ SC 3 – MICROSCOPIE ANALYTIQUE A ELECTRONS (3 normes)

[ISO 19214:2017](#)

Analyse par microfaisceaux -- Microscopie électronique analytique -- Méthode de détermination de la direction apparente de croissance des cristaux filiformes par microscopie électronique en transmission

[ISO 25498:2010](#)

Analyse par microfaisceaux -- Microscopie électronique analytique -- Analyse par diffraction par sélection d'aire au moyen d'un microscope électronique en transmission

[ISO 29301:2010](#)

Analyse par microfaisceaux -- Microscopie électronique en transmission analytique -- Méthodes d'étalonnage du grandissement d'image au moyen de matériaux de référence de structures périodiques

ISO/TC 202/ SC 4 – MICROSCOPIE ELECTRONIQUE A BALAYAGE (7 normes)

[ISO 16700:2016](#)

Analyse par microfaisceaux -- Microscopie électronique à balayage -- Lignes directrices pour l'étalonnage du grandissement d'image

[ISO/TS
24597:2011](#)

Analyse par microfaisceaux -- Microscopie électronique à balayage -- Méthodes d'évaluation de la netteté d'image

ISO/TC 202 - NORMES PUBLIEES au 31 octobre 2017 (suite 2)

[ISO 13067:2011](#)

Analyse par microfaisceaux -- Diffraction d'électrons rétrodiffusés -- Mesurage de la taille moyenne des grains

[ISO 15632:2012](#)

Analyse par microfaisceaux -- Paramètres de performance instrumentale sélectionnés pour la spécification et le contrôle des spectromètres X à sélection d'énergie utilisés en microanalyse par sonde à électrons

[ISO 22029:2012](#)

Analyse par microfaisceaux -- Format de fichier standard EMSA/MAS pour échange de données spectrométriques

[ISO 22309:2011](#)

Analyse par microfaisceaux -- Analyse élémentaire quantitative par spectrométrie à sélection d'énergie (EDS) des éléments ayant un numéro atomique de 11 (Na) ou plus

[ISO 24173:2009](#)

Analyse par microfaisceaux -- Lignes directrices pour la mesure d'orientation par diffraction d'électrons rétrodiffusés



DRAFT INTERNATIONAL STANDARD ISO/DIS 24597

ISO/TC 202/SC 4

Secretariat: JISC

Voting begins on:
2008-09-02

Voting terminates on:
2009-02-02

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

**Microbeam analysis — Scanning electron microscopy —
Methods for the evaluation of image sharpness**

Analyse par microfaisceaux — Microscopie électronique à balayage — Méthodes d'évaluation de la netteté des images

**NORME
INTERNATIONALE**

**ISO
14594**

Première édition
2003-08-01

**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**

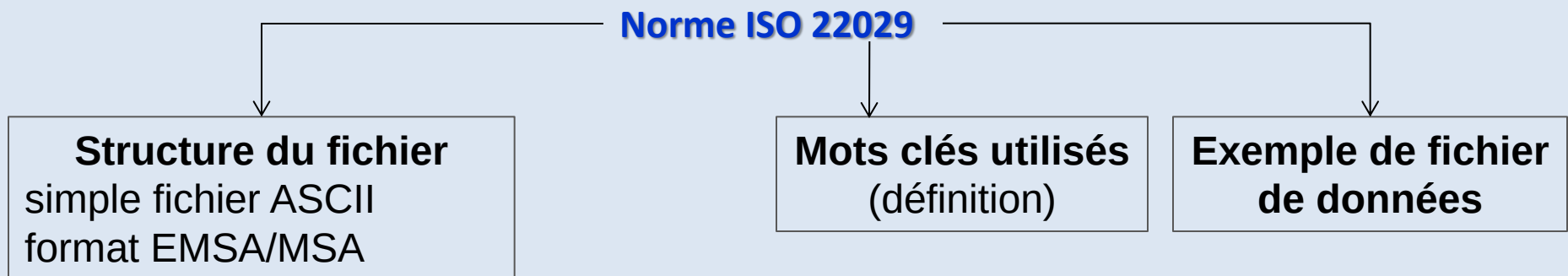
*Microbeam analysis — Electron probe microanalysis — Guidelines for
the determination of experimental parameters for wavelength dispersive
spectroscopy*

- les normes sont d'application volontaires
- elles peuvent être imposées par un donneur d'ordre
- le droit peut imposer l'utilisation d'une norme industrielle

ISO 22029 (2003) - Format standard de fichier pour échange de données de spectrométrie

Intérêt : échanger des données d'un système d'analyse à un autre,
utiliser des procédures d'analyses $\neq$

- simple et facile d'utilisation
- lisible à la fois par l'utilisateur et l'ordinateur
- non limité à un type de PC, langage de programmation, ou syst. d'exploitation
- compatible avec $\neq$ prg. d'analyse/représentation des données



Disponible sur la plupart des systèmes d'analyse X commercialisés

ISO 14595 (2003) – Microsonde électronique de Castaing - Lignes directrices pour les spécifications des matériaux de référence

Quelques éléments..

Polissage et métallisation

*métaux mous, oxydes, minéraux :
à chaque utilisation*

Test de stabilité sous faisceau d'e⁻ (t : 10 s. → 100 s.)

*Adapter/préciser les cond. opératoires
pour obtenir la stabilité de Int. X*

Matériau de référence certifié

Procédure de test d'hétérogénéité

- ✓ → 20 éch. : *test systématique*
- ✓ 200 éch. : *sélection aléatoire*
- ✓ par WDS de préférence, ou EDS
- ✓ au centre, aux bords (*influence de l'enrobage, du polissage*)
- ✓ 2 profils $\perp$ *sont recommandés*
- ✓ Int. X (coups) : $[Int._{moy} - 3\sigma; Int._{moy} + 3\sigma]$

Détermination de la composition chimique

- ✓ > 2 laboratoires indépendants
- ✓ moyen d'analyse (ISO) $\neq$ EPMA

Stockage dans un dessiccateur
ou conditions plus exigeantes

Certification : classe 1 à 3 selon le niveau d'exigence des tests effectués

ISO 14594 (2003) – Microsonde électronique de Castaing - Lignes directrices pour la détermination des paramètres expérimentaux pour la spectrométrie à dispersion de λ

Quelques éléments..

Paramètres liés au faisceau

- ✓ I_{sonde} : *Stabilité absolument essentielle; possibilité de compenser de faibles δI en pondérant les mesures d'Int. Pic et FC par $I_{\text{sonde initial}} / I_{\text{moment de la mesure}}$*

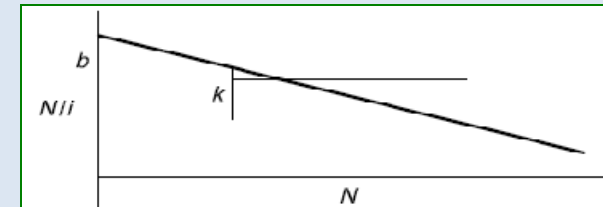
Paramètres liés au spectromètre WDS

- ✓ Détecteur de rayons X et chaîne de comptage : *Les discriminateurs doivent être réglés de sorte à éviter une perte du taux de comptage en cas de faible changement de $P_{\text{atm.}}$, de taux de comptage élevés..*
- ✓ Position du pic (en λ) : *La différence de position de pic entre sa valeur théorique et sa valeur pratique doit être contrôlée et corrigée régulièrement. Dans le cas de rayonnements de faible énergie, la forme du pic peut être modifiée par l'état chimique et une approche autre que le comptage au max. du pic, comme une mesure de l'aire du pic peut être nécessaire..*

Paramètres liés à l'échantillon

- ✓ Platine support d'échantillon : *En mode automatique, les mesures sont effectuées en des points préréglés sur l'échantillon; il est donc important de connaître la reproductibilité de positionnement de la platine (échantillon sur cercle de Rowland ?)*

Modes opératoires et mesures



- ✓ Correction de temps mort :

Calculer taux de comptage vrai $N_0 = N / (1 - N \cdot \tau) = b \cdot i_{\text{sonde}} \Rightarrow N / i_{\text{sonde}} = -b \cdot \tau \cdot N + b$

Tracer une courbe de calibration ci-dessus

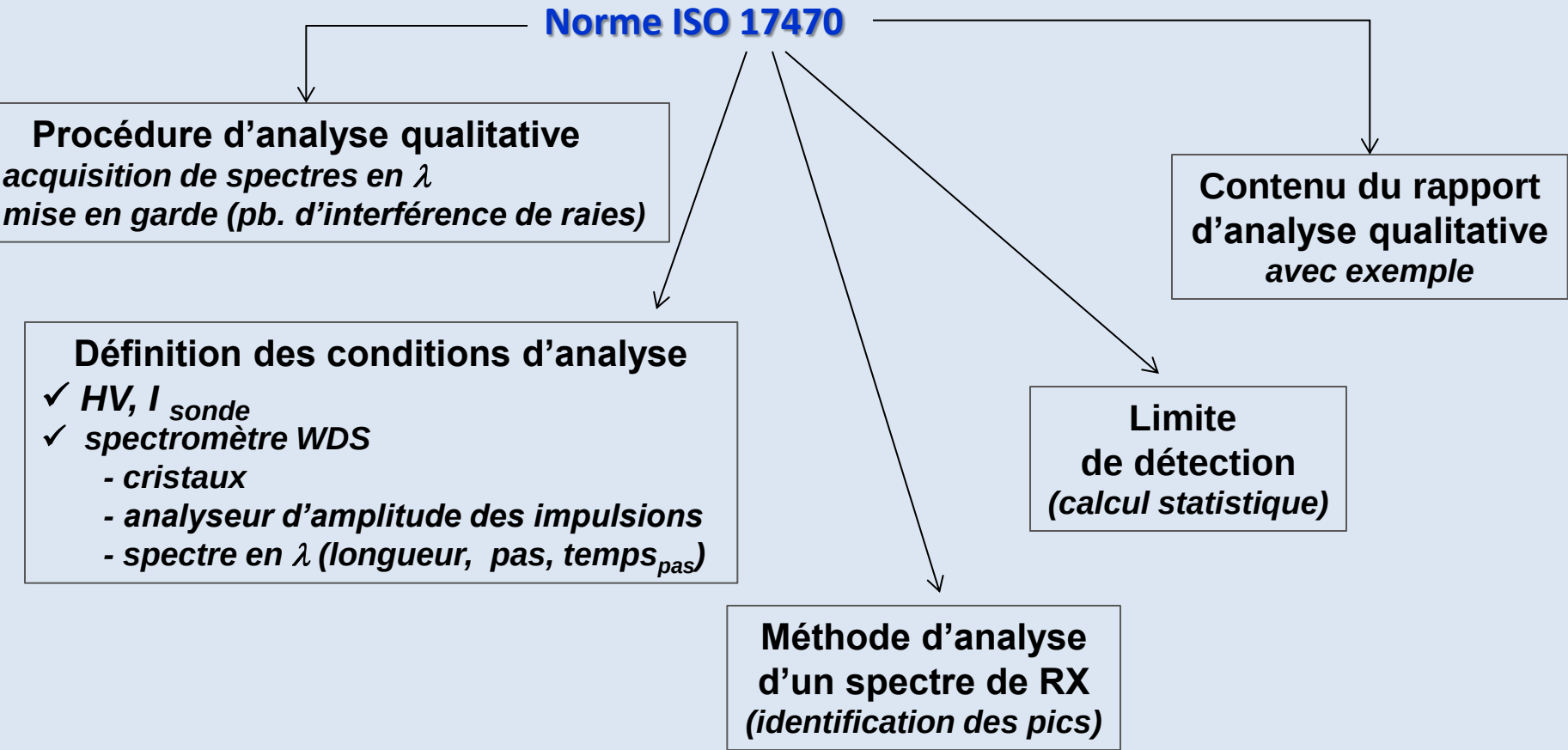
→ *temps mort $\tau = -k / b$*

→ *calcul de N_0 vrai*

ISO 17470 (2004) – Lignes directrices pour l'analyse qualitative ponctuelle par spectrométrie à dispersion de longueur d'onde

Application : identification et recherche d'éléments par spectrométrie WDS
(microsonde de Castaing ou MEB)

Norme ISO 17470



```
graph TD; A[Norme ISO 17470] --> B[Procédure d'analyse qualitative<br/>✓ acquisition de spectres en λ<br/>✓ mise en garde (pb. d'interférence de raies)]; A --> C[Contenu du rapport d'analyse qualitative<br/>avec exemple]; A --> D[Définition des conditions d'analyse<br/>✓ HV, I_sonde<br/>✓ spectromètre WDS<br/>- cristaux<br/>- analyseur d'amplitude des impulsions<br/>- spectre en λ (longueur, pas, temps_pas)]; A --> E[Limite de détection<br/>(calcul statistique)]; A --> F[Méthode d'analyse d'un spectre de RX<br/>(identification des pics)];
```

Procédure d'analyse qualitative

- ✓ acquisition de spectres en λ
- ✓ mise en garde (pb. d'interférence de raies)

Contenu du rapport
d'analyse qualitative
avec exemple

Définition des conditions d'analyse

- ✓ HV, I_{sonde}
- ✓ spectromètre WDS
 - cristaux
 - analyseur d'amplitude des impulsions
 - spectre en λ (longueur, pas, temps_{pas})

Limite
de détection
(calcul statistique)

Méthode d'analyse
d'un spectre de RX
(identification des pics)

ISO 22489 (2006) – Analyse quantitative ponctuelle d'échantillons massifs par spectrométrie à dispersion de longueur d'onde

Application : microsonde de Castaing ou MEB

Norme ISO 22489

Principe, procédure de l'analyse quantitative
Int. $X = f(W\%)$: variation non linéaire
→ *nécessité de calculs de 'correction'*
→ *nécessité de témoins ($W\%$ connue)*

**Contenu du rapport
d'analyse quantitative**

Définition des conditions d'analyse

- ✓ *choix des matériaux de référence (norme ISO 14595)*
- ✓ *préparation des éch. et des témoins*
- ✓ *HV, I_{sonde} , $\emptyset_{sonde}$, sonde défocalisée, mode balayage*
- ✓ *choix des raies*
- ✓ *réglage du point d'analyse sur cercle de Rowland*
- ✓ *spectromètre WDS*
 - *cristaux*
 - *analyseur d'amplitude des impulsions*

Incertitude sur les mesures
→ *liste des facteurs*
dans norme ISO 22309

Méthode de mesure de l'Int. Pic et FC

- ✓ *position en λ , temps de comptage*
- ✓ *mesure Int. FC selon norme ISO 14594*

- **Principe de calcul des titres massiques**
- **Méthodes de quantification (ZAF , $\emptyset(\rho.z)$,
droite d'étalonnage)**

ISO 16592 (2006) – Lignes directrices pour le dosage du carbone dans les aciers par droite d'étalonnage (Microsonde de Castaing)

Quelques éléments..

Application : aciers - éléments d'alliage (teneur < 1 - 2 poids%) - teneur en C < 1 poids%

Droite de calibration

Matériaux de référence

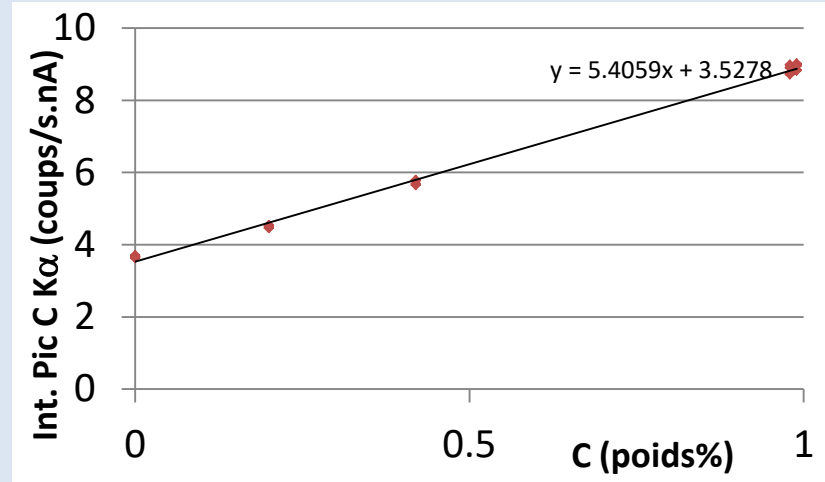
« Ex : de solution solide Fe-C de teneurs $\neq$, homogènes, trempés à $T_{\text{élevée}}$ »

Préparation échantillon et témoins

- ✓ influence de l'enrobage
- ✓ polissage, nettoyage
- « polissage final avec un matériau exempt de C, tel que poudre d'alumine »

Conditions de mesure de l'Int. C $K\alpha$

- ✓ « dans la pratique, HV : 10-15 keV »
- ✓ « I_{sonde} élevée $\rightarrow$ bonne statistique de comptage, sauf si $\emptyset_{\text{sonde}}$ est un pb. ; I_{sonde} mesuré fréquemment »
- ✓ système anti-contamination
- ✓ choix du cristal
- ✓ temps de comptage
- ✓ PHA « éliminer raies d'ordre multiple »



▼
« Il convient que l'analyste établisse :
la répétabilité, la reproductibilité et
l'incertitude de la mesure »
 $\rightarrow$ méthode d'estimation de l'incertitude

ISO 15632 (2002) - Spécifications instrumentales pour spectromètres de rayons X à sélection d'énergie avec détecteurs à semi-conducteurs

Quelques éléments..

Diodes Si-Li et Ge

▪ Résolution en énergie

Source ^{55}Fe ou Mn $\rightarrow$ FWHM Mn $K\alpha$, et PTFE-téflon (+C 20nm) $\rightarrow$ FWHM C $K\alpha$ et F $K\alpha$ après $\ominus$ du FC

HV=15 keV sur Mn, HV=10 keV sur Téflon

largeur de canal ≤ 10 eV, I_{sonde} tel que taux comptage < 1000 c/s

Int. Pic $> 10\,000$ coups

Moyenne de 5 mesures au min.

▪ Mesure du bruit de fond instrumental

mesure dans la gamme d'énergie de 0,9 à 1,1 keV

Source $^{55}\text{Fe} \rightarrow$ Mn $K\alpha$ (5,9 keV), ~~source Mn~~ (car Int.FC $>$ Int. bruit instrumental)

▪ Efficacité de détection instrumentale en fonction de l'énergie

Ni ou Cu pur

HV=20 keV, Int. Pic $> 10\,000$ coups, angle d'émergence = 35°

Rapport de la surface des pics de la série L / $K\alpha$

Moyenne de 5 mesures au min.

ISO 22309 (2006) – Analyse élémentaire quantitative par spectrométrie à sélection d'énergie (EDS)

Quelques éléments..

Application : « aux analyses quantitatives de routine pour titres massiques > 1%, en utilisant soit matériau de référence, soit méthodes 'sans témoin' »

Préparation de l'échantillon

« l'éch. doit présenter une surface plane et lisse (polie), placée $\perp$ au faisceau d'e⁻ »

Précautions préliminaires

✓ « s'assurer de la stabilité du faisceau ($\Delta I/I < 1\%/h$. mesurée en coups sur éch. témoin) »

✓ « vérifier le spectre mesuré à l'aide de la limite de Duane-Hunt »

Méthodes d'analyse

✓ « I_{sonde} tel que (dét. Si-Li) taux comptage entrée < 10000 cps/s., temps mort < 35 %, 250000 cps au total sur le spectre, mais fonction de la teneur de l'élé étudié. »

Traitement des données

« l'Int. relative des pics des éléments ne doit pas être utilisée pour représenter les teneurs des éléments. »

✓ estimation Int pic ($\ominus$ FC)

✓ calculs des k-ratios

✓ effets de matrice

✓ utilis^o mat. de référence

✓ analyse 'sans témoin'

Analyses des éléments Z < 11

✓ « il n'existe aucune méthode admise permettant d'effectuer une analyse quantitative précise des éléments légers par EDS. »

✓ « il est recommandé à l'opérateur d'être conscient des points suivants : interférence pics K des éléments légers, L et M des éléments + lourds, résolution - bonne qu'à + forte En., → difficulté pour la du FC, absorption par revêtement conducteur, influence de la contamination »

Facteurs influençant l'incertitude d'un résultat

« hétérogénéité, rugosité de l'éch., erreur de soustraction du FC... »

✓ « le résultat doit montrer un spectre où chaque pic est assigné à un élément, à son pic de fuite et pics somme associés. Toutes les interférences doivent être clairement mentionnées. »