



NORMALISATION EN ANALYSE X

Florence Robaut

Consortium des Moyens Technologiques Communs, Grenoble INP

REMERCIEMENTS à :

- *François Grillon - Président de la commission AFNOR
Centre des Matériaux MINES PARIS / PARISTECH / ARMINES - Evry*
- *Michel Layahe - Président de la commission AFNOR
Centre de Caractérisation des Matériaux Avancés (CECAMA) - Univ. Bordeaux 1*
- *Nicole Legent - Secrétaire de la commission française AFNOR X21A*
- *Jocelyn Loumeto - Secrétaire de la commission française AFNOR X21A*
- *Françoise Bronet - Assistance de la commission française AFNOR X21A*

Qu'est-ce qu'une norme ?

« un document établi **par consensus entre toutes les parties prenantes d'un marché ou d'un secteur d'activité**, document approuvé **par un organisme reconnu**, qui fournit, pour des **usages communs et répétés**, **des règles, des lignes directrices ou des caractéristiques**, pour des activités ou leurs résultats, garantissant un niveau d'ordre optimal dans un contexte donné » (extrait du guide ISO/CEI 2).

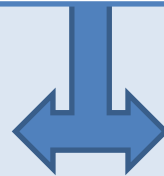


L'**ISO** a pour mission

de favoriser le **développement de la normalisation dans le monde**

faciliter entre les nations

- les échanges de marchandises
- les prestations de service



réaliser une entente dans les domaines

- intellectuel
- scientifique
- technique
- commercial

Ce qu'est l'ISO :

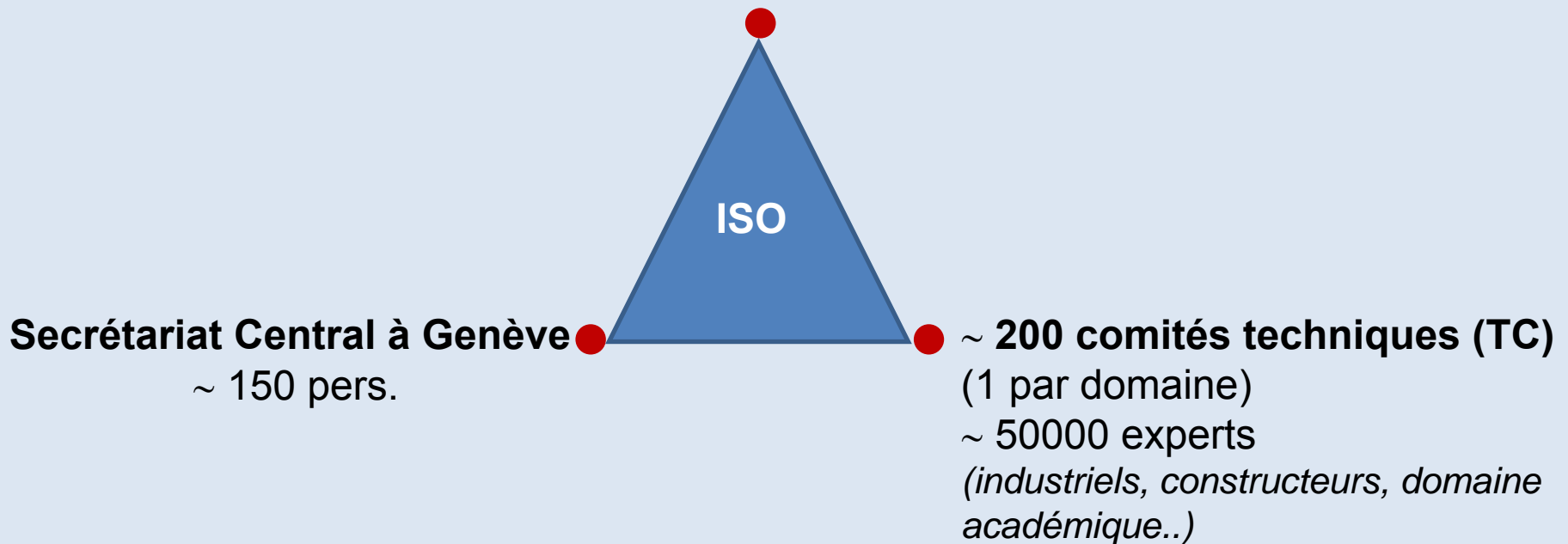
Organisation internationale non gouvernementale, située à Genève.



International Organization
for Standardization

www.iso.org

réseau de 158 organismes nationaux de normalisation
(1 membre par pays, 1 vote par membre)



Quatre types de normes :



- **normes fondamentales** : donnent les règles en matière de terminologie, sigles, symboles, métrologie
- **normes de spécifications** : indiquent les caractéristiques, les seuils de performance d'un produit ou d'un service
- **normes d'analyse et d'essais** : indiquent les méthodes et moyens pour la réalisation d'un essai sur un produit
- **normes d'organisation** : décrivent les fonctions et les relations organisationnelles à l'intérieur d'une entité
(exemple : ISO 9001 : Systèmes de management de la qualité – Exigences)

L'élaboration d'une norme comporte plusieurs phases :

À partir d'une demande
- d'un organisme national
- TC, SC
- secrétariat général de l'ISO
- organisation en liaison avec l'ISO

proposition

Stade Proposition

rédaction d'une proposition d'élaboration de norme

organismes nationaux

experts

Stade Préparation

- phase de rédaction à proprement dite
- constitution par le TC ou le SC d'un groupe de travail (WG)
- rédaction d'un projet de norme par WG

Projet CD (Comittee Draft)

organismes nationaux

projet

vote
observations

Stade Comité (délai 3 mois)

- prises en compte des observations/remarques des organismes nationaux
- Suivant résultats du **consensus** des experts (procédé itératif → consensus) :
- validation du projet → stade suivant
- diffusion d'un nouveau projet
- examen du projet en réunion du TC/SC

Projet DIS (Draft International Standard)

L'élaboration d'une norme comporte plusieurs phases (suite) :

Projet DIS (Draft International Standard)

Stade Enquête (délai 5 mois)

Large consultation (enquêtes) des partenaires écon. → s'assurer que projet conforme à l'intérêt général, pas d'objection majeure

Suivant résultats du **vote** : - validation du projet pour le stade suivant

(2/3 votes favorables, - d'1/4 des votes défavorables)

- diffusion d'un projet révisé pour vote au stade enquête
- diffusion d'un nouveau projet au stade comité

Projet FDIS (Final Draft International Standard)

Stade Approbation (délai 3 mois)

suivant résultats du **vote** :

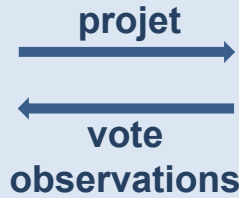
- validation du projet et publication
- renvoi du projet au stade Comité pour ré-examen (annulation possible du projet)

Publication

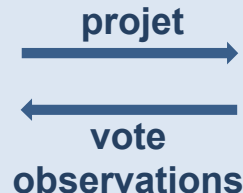
Suivi

évaluation régulière de sa pertinence → détecter le moment où elle devra être adaptée aux nouveaux besoins

organismes nationaux



organismes nationaux



TC 202 Analyse par microfaisceaux

Création : 1991

secrétariat : Chine, jusqu'à fin 2014

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)

ISO TC 202 : Analyse par microfaisceaux :

13 pays participants

8 pays observateurs

USA (ANSI)

Cuba (NC)

France (AFNOR)

Royaume-Uni (BSI)

Irlande (NSAI)

Italie (UNI)

Finlande (SFS)

Allemagne (DIN)

Pays-Bas (NEN)

Autriche (ASI)

Pologne (PKN)

Roumanie (ASRO)

Turquie (TSE)

Egypte (EOS)

Maroc (SNIMA)

Inde (BIS)

Chine (SAC)

Japon (JISC)

République de Corée (KATS)

Fédération de Russie (GOSTR)

Afrique du Sud (SABS)

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

AFNOR/X21A

Analyse chimique des surfaces (TC201) et analyse par micro-faisceaux (TC 202)

*Spectrométrie Auger/photoélectrons,
de masse des ions 2^{ndaires},
microscopie en champ proche*

Membres de la commission X21A :

- AFNOR
- ARMINES / Centre MATERIAUX ENSMP
- BIOPHY RESEARCH
- BUREAU VERITAS LABORATOIRES
- CAMECA
- CEA
- CMTC – Grenoble INPG
- CNRS / IRCELYON
- CTG - ITALCEMENTI GROUP
- ENSCP
- HORIBA JOBIN YVON
- SAS JEOL EUROPE SA
- LABO PHYSICO CHIMIE DE SURFACES
- UNIV. BORDEAUX I - CDGA - UFR SCIENCES TERRE & MER
- UNIV. BORDEAUX I - CECAMA

Président

Michel LAHAYE
UNIVERSITE BORDEAUX I - CECAMA

Secrétaire

Jocelyn LOUMETO - AFNOR



ISO/TC 202 : Liste des normes publiées

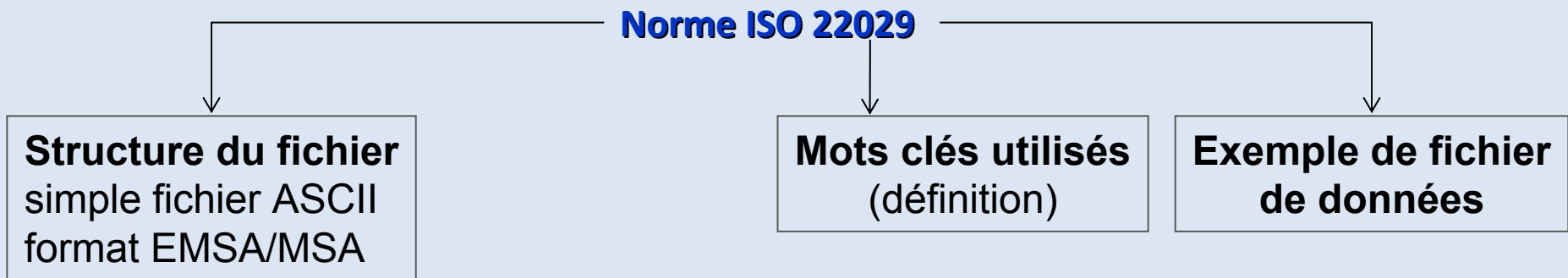
ISO 14594(2003)	Analyse par microsonde électronique de Castaing – Lignes directrices pour la détermination des paramètres expérimentaux pour la spectrométrie à dispersion de longueur d'onde corr.2009
ISO SC 2 14595(2003)	Analyse par microsonde électronique de Castaing – Lignes directrices pour les spécifications des matériaux de référence certifiés (CRM) corr.2005
ISO 16592 (2006)	Analyse par microsonde électronique de Castaing – Lignes directrices pour le dosage du carbone dans les aciers par la droite d'étalonnage
ISO 17470(2004)	Analyse par microsonde électronique de Castaing -- Lignes directrices pour l'analyse qualitative ponctuelle par spectrométrie de rayons X à dispersion de longueur d'onde (WDS)
ISO 22489(2006)	Analyse par microsonde électronique de Castaing -- Analyse quantitative ponctuelle d'échantillons massifs par spectrométrie X à dispersion de longueur d'onde
ISO 23833(2006)	Analyse par microsonde électronique de Castaing – Vocabulaire
ISO 15632(2002)	Spécifications instrumentales pour spectromètres à sélection d'énergie avec détecteurs à semi-conducteurs
ISO 22309(2006)	Analyse élémentaire quantitative par spectrométrie à sélection d'énergie (EDS)
ISO 22029(2003)	Format standard de fichier pour échange de données spectrométriques
ISO 22493(2008)	Microscopie électronique à balayage – Vocabulaire
ISO 16700(2004)	Microscopie électronique à balayage – Lignes directrices pour l'étalonnage du grandissement d'image

Normes	Titre français
ISO 24173 (2009)	Lignes directrices pour la mesure d'orientation par diffraction d'électrons rétrodiffusés

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 σ ; Int._{moy}+3 σ]*

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 $I_{\text{sonde initial}} / I_{\text{moment de la mesure}}$*

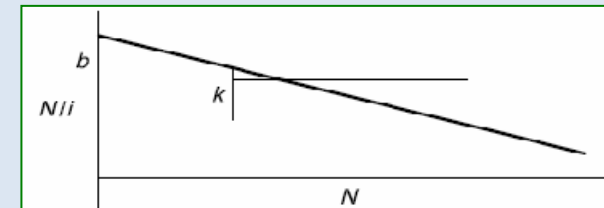
Paramètres liés au spectromètre WDS

- ✓ 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 pré-réglés 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]; A --> C[Définition des conditions d'analyse]; A --> D[Méthode d'analyse d'un spectre de RX (identification des pics)]; A --> E[Limite de détection (calcul statistique)]; A --> F[Contenu du rapport d'analyse qualitative avec exemple];
```

Procédure d'analyse qualitative

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

Définition des conditions d'analyse

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

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

Limite
de détection
(calcul statistique)

Contenu du rapport
d'analyse qualitative
avec exemple

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 , $\Phi(\rho.z)$,
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

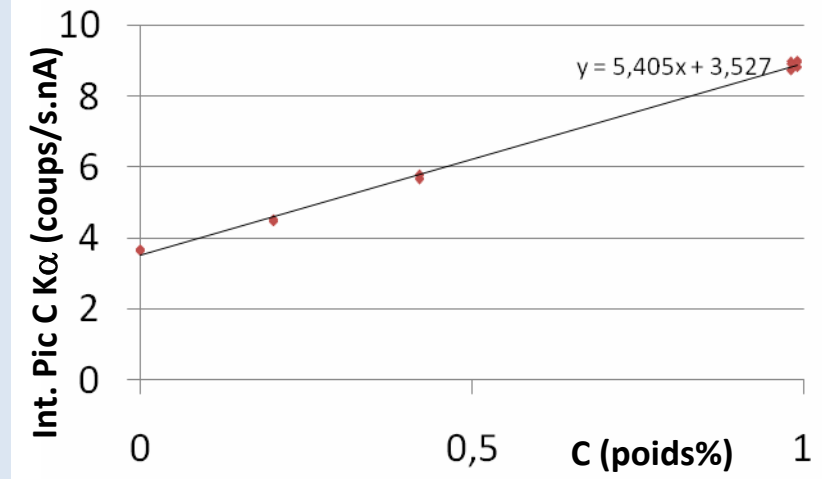
« Ex : de solution solide Fe-C de teneurs ≠, homogènes, trempés à $T_{\text{élevée}}$ »

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 → bonne statistique de comptage, sauf si \emptyset_{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 »
→ 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}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. »

Liste des projets en cours à l'ISO/TC 202

SC2 ISO/CD 11938	Analyse par microsonde électronique de Castaing <i>Méthode de quantification pour l'analyse élémentaire surfacique par spectrométrie à dispersion de longueur d'onde</i>
ISO/CD 13067	Diffraction d'électrons rétrodiffusés <i>Mesurage de la taille des grains et de leur distribution</i>
ISO/AWI WG4 15632	<i>Spécifications instrumentales pour spectromètres à sélection d'énergie avec détecteurs à semi-conducteurs</i>
SC4 ISO/CD TS 24597	Microscopie électronique à balayage <i>Méthodes d'évaluation de la netteté des images</i>
SC3 ISO/DIS 25498	Microscopie électronique en transmission analytique <i>Analyse par diffraction par sélection d'aire au moyen d'un microscope électronique en transmission</i>
SC3 ISO/DIS 29301	Microscopie électronique en transmission analytique <i>Méthodes d'étalonnage du grandissement d'image au moyen de matériaux de référence donnant un diagramme de diffraction régulier</i>

Estimation des incertitudes de mesure en analyse X quantitative suivant la méthode ISO/GUM : *Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure (1995) 105 p.*

Travail préliminaire présenté par R. Marinenko (NIST)
European Microbeam Analysis Society (EMAS)
Gdansk, Pologne, mai 2009

ISO/GUM :

- norme d'application générale
- résultats du travail de 7 organismes internationaux / métrologie
- adoption des méthodes publiées dès 1980 par Comité International des Poids et Mesures (CIPM)
- méthode de référence la plus classique

- Evaluer l'incertitude du résultat d'un mesurage exprimée sous la **forme d'un écart-type** (incertitude-type)
- Evaluer l'incertitude-type **relative à chaque grandeur d'entrée** du processus de mesure

Ces composantes de l'incertitude sont classées de type A ou type B

- type A : liées à une série de mesures (évaluées par méthodes statistiques)
- type B : (évaluées par d'autres méthodes)
résultent de mesures antérieures
incertitude attribuée à des valeurs de référence provenant d'ouvrages, spécifications du constructeur, certificat d'étalonnage..

- Evaluer l'**incertitude-type combinée** (incertitude totale sur le résultat) par application de la **loi de propagation des incertitudes**

Méthode ISO/GUM : Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure (1995)

▪ Grandeur de sortie **Z** du processus de mesure

dépend de N grandeurs d'entrée w_1, \dots, w_N

décrite par une loi de probabilité : **$Z = f(w_1, \dots, w_N)$**

$\mu_z = f(\bar{w}_1, \dots, \bar{w}_N)$ l'espérance,

▪ Écart au 1^{er} ordre :

$$z - \mu_z = \sum_{i=1}^N \frac{\partial f}{\partial w_i} (w_i - \bar{w}_i)$$

▪ Élevé au carré :

$$(z - \mu_z)^2 = \sum_{i=1}^N \left(\frac{\partial f}{\partial w_i} \right)^2 (w_i - \bar{w}_i)^2 + 2 \sum_{i=1}^{N-1} \sum_{j=i+1}^N \frac{\partial f}{\partial w_i} \frac{\partial f}{\partial w_j} (w_i - \bar{w}_i)(w_j - \bar{w}_j)$$

▪ Valeur moyenne :

$$\sigma_z^2 = \sum_{i=1}^N \left(\frac{\partial f}{\partial w_i} \right)^2 \sigma^2(w_i) + 2 \sum_{i=1}^{N-1} \sum_{j=i+1}^N \frac{\partial f}{\partial w_i} \frac{\partial f}{\partial w_j} \sigma(w_i, w_j)$$

grandeurs
indépendantes

corrélations éventuelles
entre les w_i
via la **covariance**

Incertitude-type combinée sur la détermination du k-ratio

Incertitude-type combinée sur la mesure de Int. X

- correction du temps mort

$$I = \frac{I'}{(1 - \tau I')} = ri \quad \Rightarrow \quad \frac{I'}{i} = r(1 - \tau I')$$

$I' = \text{Int. X mesurée (cps/s)}$

$I = \text{Int. X corrigée du temps mort}$

$\tau = \text{temps mort ; } i = i_{\text{sonde}} ; r = \text{Cte.}$

- dérive du courant de sonde

$$I_C = I' \times \frac{i_{Sc}}{i_{obs}}$$

$I_C = \text{Int. X corrigée de la dérive de } i_{\text{sonde}}$

$I' = \text{Int. X mesurée @ } i_{obs} = i_{\text{sonde}} \text{ mesuré}$

$i_{Sc} = i_{\text{sonde}} \text{ initial} = \text{Cte. connue}$

↓ *incertitude*

$$\sigma_{I_C} = I_C \sqrt{\frac{\sigma_{i_{obs}}^2}{(i_{obs})^2} + \frac{\sigma_{I'}^2}{(I')^2}}$$

For the Ge standard wafer, $I_C = 497168 \text{ cts/40 s}$

$\sigma_{I_C} = 657 \text{ cts/40 s}$

$\sigma_{CDT} = 675 \text{ cts/40 s}$

Incertitude-type combinée sur la mesure de Int. X

$$\sigma_{CDT} = \sqrt{\left[\frac{(I_C)^2}{(1 - \tau(I_C))^2} \right]^2 \sigma_{\tau}^2 + \left[\frac{1}{(1 - \tau(I_C))^2} \right]^2 \sigma_{I_C}^2}$$

Incertitude-type combinée sur la détermination du k-ratio

$$k = \frac{I_{UCDT} - BG_{UCDT}}{I_{STDCDT} - BG_{STDCDT}}$$

I_{UCDT} , BG_{UCDT} : Int. Pic et FC mesurées **sur l'éch.**
corrigées de la dérive de I_{sonde} et du temps mort

I_{STDCDT} , BG_{STDCDT} : Int. Pic et FC mesurées **sur le Std.**
corrigées de la dérive de I_{sonde} et du temps mort

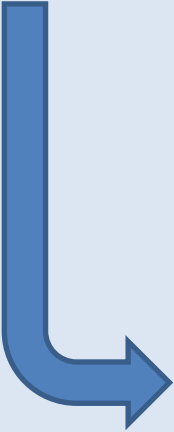
VARIANCE

Int. éch. (numérateur)

$$\sigma_{IU}^2 = \sigma_{I_UCDT}^2 + \sigma_{BG_UCDT}^2$$

Int. Std (dénominateur)

$$\sigma_{I_{STD}}^2 = \sigma_{I_STDCDT}^2 + \sigma_{BG_STDCDT}^2$$


$$\sigma_k = k \sqrt{\frac{\sigma_{IU}^2}{(I_{UCDT} - BG_{UCDT})^2} + \frac{\sigma_{I_{STD}}^2}{(I_{STDCDT} - BG_{STDCDT})^2}}$$

Incertitude-type combinée sur la détermination du k-ratio

ANALYSE raie Ge L α - alliage SiGe avec témoin Ge

15 kV, 30 nA, cristal TAP

Moyenne sur 10 pts. de mesure, 40 s./pt.

Comptages corrigés du temps mort et de la dérive de I_{sonde}

Counts/40 s \pm Standard Combined Uncertainty of Mean		
$I_C \pm \sigma_{IC}$		
Specimen	GeLα - on Peak	Background
SiGe Alloy	136926 \pm 210	841 \pm 25
Ge Wafer (Standard)	497167 \pm 657	1262 \pm 23

NIST



k-value = 0.2785 \pm 0.00059 (0.21 %)

Estimation des incertitudes de mesure en analyse X quantitative suivant la méthode ISO/GUM : *Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure (1995)*

Travail préliminaire présenté par R. Marinenko (NIST)

- ***Prise en compte des autres facteurs d'incertitude***
- ***Finalité :***
 - feuille de calcul (équations des \neq composantes de l'incertitude)***
 - ⇒ Automatisation des calculs d'incertitude pour le laboratoire***

VOIR EXPOSE et TRAVAUX de C. MERLET (ISTEEM, CNRS, Université de Montpellier II)

Capability and Uncertainty of Standardless Procedures for Quantitative Electron Probe X-ray Microanalysis

Microsc Microanal 9(Suppl 2), 2003

Assurance qualité dans les laboratoires d'analyses/d'essai



Le travail sous assurance qualité deviendra progressivement une obligation pratique pour tous les laboratoires.

Norme ISO 17025 (révisée en 2005) : *Exigences générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais*



- **liste de points clés dont la maîtrise permet d'assurer la qualité des prestations du laboratoire**
- **un outil pour assurer :**
 - **l'adéquation du service proposé par le laboratoire aux besoins des clients**
 - **la fiabilité des résultats produits**
 - **la pérennité du système et donc de l'activité du laboratoire**

Exigences - ISO 17025

- 4.1 Organisation
- 4.2 Système de management
- 4.3 Maîtrise de la documentation
- 4.4 Revue des demandes, appels d'offres et contrats
- 4.5 Sous-traitance des essais et des étalonnages
- 4.6 Achats de services et de fournitures
- 4.7 Services au client
- 4.8 Réclamations
- 4.9 Maîtrise des travaux d'essai et d'étalonnage non conformes
- 4.10 Amélioration
- 4.11 Actions correctives
- 4.12 Actions préventives
- 4.13 Maîtrise des enregistrements
- 4.14 Audits internes
- 4.15 Revues de direction

- 5.1 Généralités
- 5.2 Personnel
- 5.3 Installations et conditions ambiantes
- 5.4 Méthodes d'essais et d'étalonnage et validation de méthodes
- 5.5 Equipements
- 5.6 Traçabilité du mesurage
- 5.7 Echantillonnage
- 5.8 Manutention des objets d'essai et d'étalonnage
- 5.9 Assurer la qualité des résultats d'essais et d'étalonnage
- 5.10 Rapport sur les résultats

**Management (de la qualité)
du laboratoire**

Système de management dynamique qui assure
la maîtrise de l'ensemble et son amélioration continue

Management de la technique

partie technique sur le
fonctionnement du laboratoire

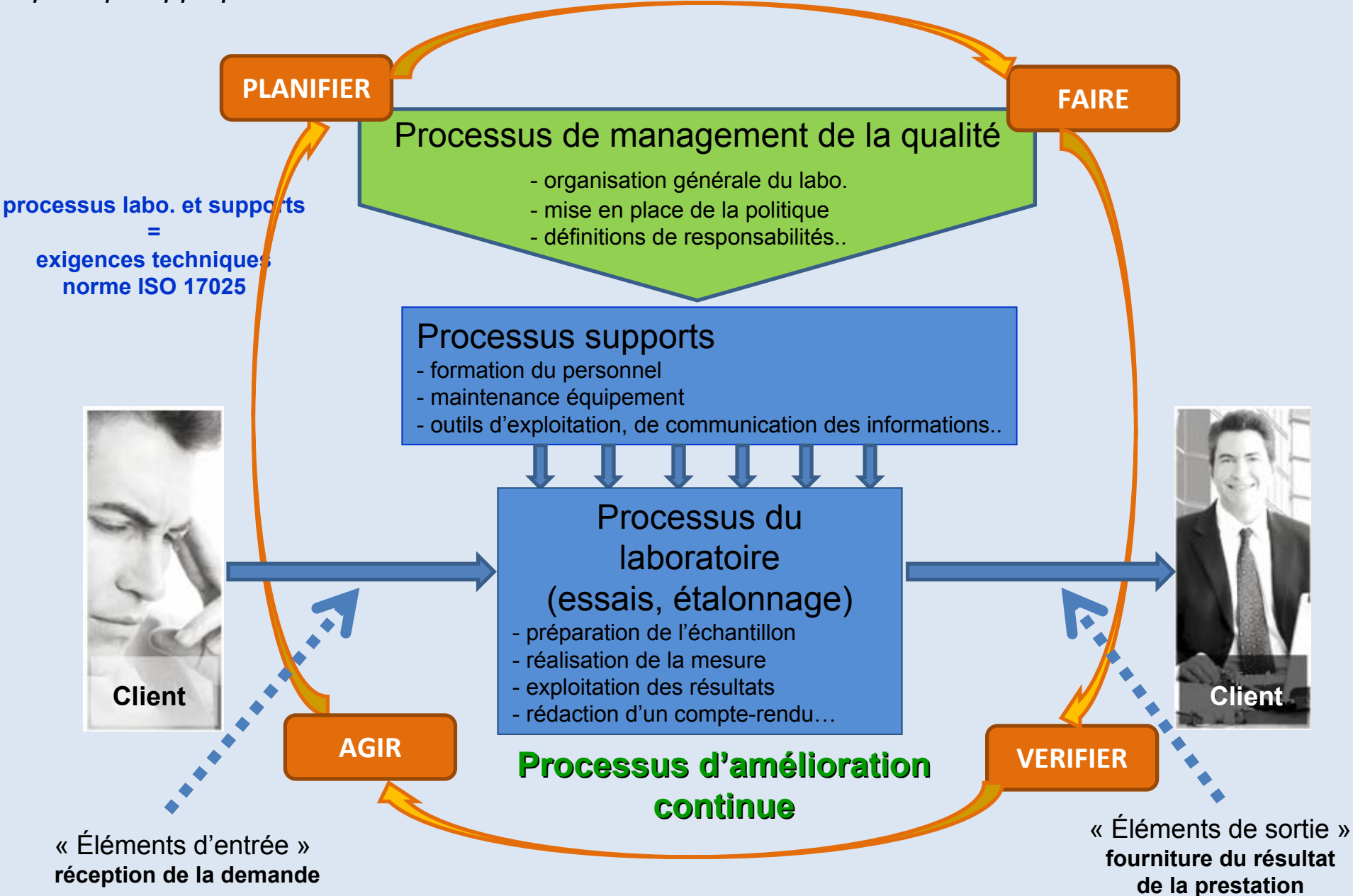
Ce qu'est un processus :

« Ensemble d'activités corrélées ou interactives qui transforme des éléments d'entrée en éléments de sortie ... »

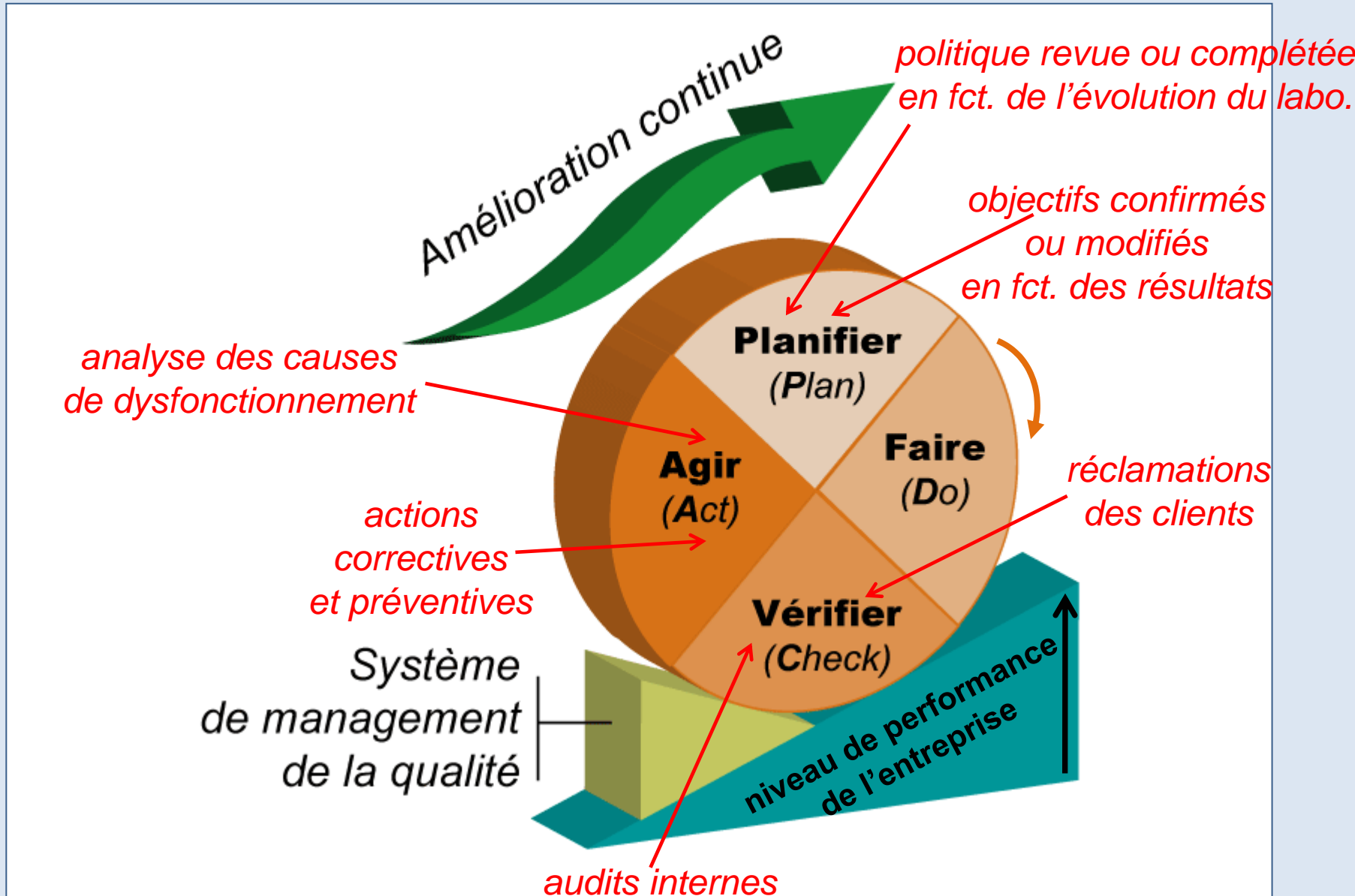


L'approche « processus » dans la norme ISO 17025

principe appliqué au fonctionnement d'un laboratoire :



Norme ISO 17025 – Notion d'amélioration continue (roue de Deming)



Norme ISO 17025 - Exigences générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais



Elle met l'accent sur l'amélioration continue de l'efficacité des processus

- 'du laboratoire (réalisation)'
- 'supports'
- 'du management de la qualité'

⇒ **dynamisme mis au service du client** du laboratoire
(amélioration notable des services rendus)

⇒ implique la **responsabilisation** de chaque intervenant du laboratoire au sein de chaque processus

Norme ISO 17025 (2005) : Exigences générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais

5.4 Méthodes d'essais et d'étalonnage et validation des méthodes

« Le laboratoire doit utiliser des méthodes qui répondent aux besoins du client et qui conviennent aux essais et/ou étalonnages qu'il effectue, **de préférence les méthodes publiées comme normes internationales, régionales ou nationales.**

Le laboratoire doit assurer qu'il utilise **la dernière édition de la norme** sauf si cela n'est pas approprié ou possible. »



publication régulière de nouvelles normes dans notre domaine d'activité (TC 202)



un référentiel cohérent pour la pratique des techniques d'observation et d'analyse, ce référentiel facilitant l'obtention de l'**accréditation ISO 17025** par le laboratoire



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
Methods for the evaluation of image sharpness**

Analyse par microfaisceaux — Microscopie électronique à balayage — Méthodes pour l'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

Pourquoi intégrer la **normalisation** à la stratégie du laboratoire ?

- favorise la collaboration entre laboratoires/organismes
- optimise relations clients/fournisseur

ECHANGES

- l'état de l'art de la science, de la technologie, des savoirs-faire
- un **référentiel commun**, documenté pour les ≠ **acteurs du secteur**

NORMES

NORMALISATION

LABORATOIRE /FOURNISSEUR

CLIENTS

- un **cadre normatif** assure **reproductibilité** des manipulations
- **améliore sa performance**
(processus quotidiens, capitalisation des savoirs, savoirs-faire..)

assurance d'une qualité de travail,
d'un **niveau d'efficacité** du laboratoire

accroît la confiance de ses clients ⇒ ↑ ses parts de marché

PARTICIPATION au
développement des NORMES

OUTIL STRATEGIQUE

- orienter le marché en faveur des pratiques jugées préférables
- anticiper les futures exigences de son marché/secteur