

A microscopic view of several circular SiC wafers arranged in a grid-like pattern on a dark grey background. The wafers have a textured, crystalline appearance with various shades of grey and white.

***Circuit d'intercomparaison sur SiC
CEA/CETAMA GT21***

J.L. LONGUET, N. TENEZE



- **La CETAMA au sein du CEA**
- **Quelques exemples d'application du SiC au CEA**
- **Pourquoi un circuit d'intercomparaison sur SiC ?**
- **Résultats en WDS : témoins et échantillons**
- **Résultats en EDS : échantillons**
- **Conclusions et perspectives**

Les missions de la CETAMA du CEA



La Commission d'ETAbblissement des Méthodes d'Analyse (CETAMA) a pour mission de mener des actions visant à l'amélioration de la qualité des résultats des mesures et analyses. Elle propose des développements scientifiques et techniques appropriés, en assurant :

- L'organisation et l'interprétation de circuits interlaboratoires.
- La réalisation, la certification et la commercialisation de matériaux de référence.
- La rédaction de méthodes, de projets de normes et de documents techniques.
- La valorisation du retour d'expérience, la diffusion des informations scientifiques et un rôle d'expertise.

Les GT sont des lieux d'échange d'informations entre les laboratoires, sur les méthodes et les techniques analytiques.

GT21 : Microanalyses X

Présidente : L. Afore (laurence.afore@cea.fr)



9 centres de recherche dans 7 régions

CEA et partenaires (AREVA, IRSN,...)

Quelques exemples d'utilisation du SiC au CEA

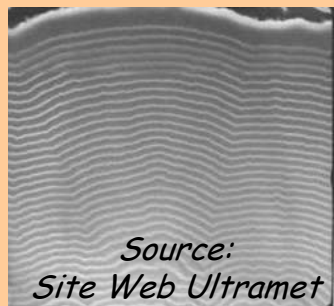
Aéronautique / Spatial

Protection contre l'oxydation
Travaux applicables à l'augmentation
de la durée de vie dans l'aéronautique

Elaboration de revêtements pour composites
Carbone/Carbone par voie CVD

Ex : Système multicouche HfC/SiC

50 μm

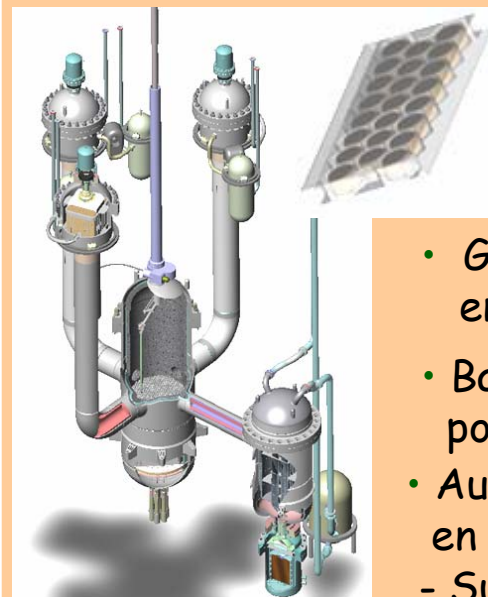


Réacteur Génération IV

Etudes matériaux pour réacteur
génération IV et REP sureté améliorée



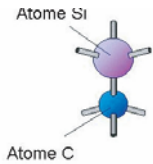
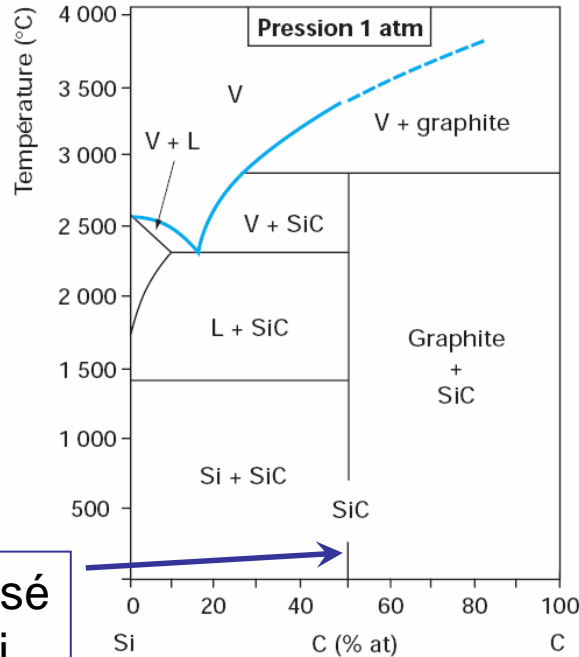
Nida SiC/SiC



- Gaines de combustible en SiC/SiC
- Barrières thermiques poreux C/SiC
- Autres composants en SiC/SiC
 - Supportage hexagonal
 - Barres de contrôle

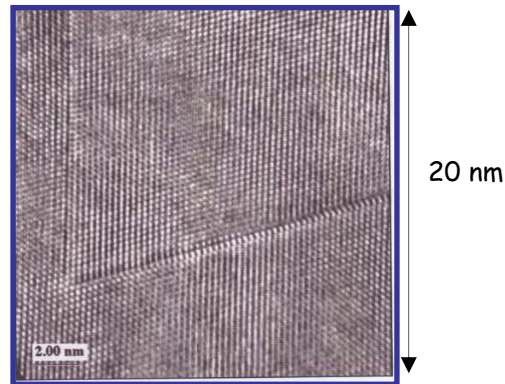
Le SiC : un composé synthétique

Diagramme de phase



Composé Défini

$$(Si/C)_{th.} = 1 @ nm$$



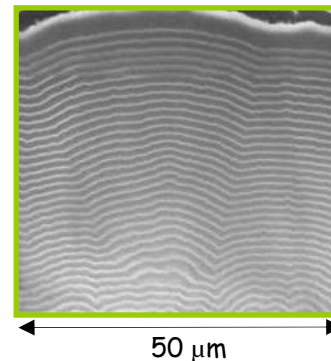
© Microstructure of SiC and PyC coatings for fuel particles for HTR, D. Hélyar et al, 2nd ITM on HTR technology, China 2004

Elaboration

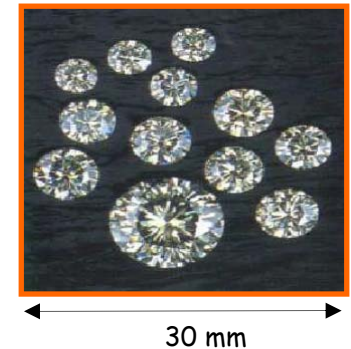
(sous la forme de poly-cristaux ou de mono-cristaux)

- ☞ Cristallisation en solution
- ☞ Sublimation/condensation de poudre
- ☞ Réaction en phase solide
- ☞ Siliciuration du carbone
- ☞ Carbo-réduction de la silice
- ☞ Craquage de précurseur gazeux (CVD/CVI)

© Site Web Ultramet



© Synthetic moissanite : a new man-made jewel, K. Nassau, Current Science, 79[11], 2000



Pourquoi doser Si/C ?



Le mode d'élaboration^[1,2,3] peut engendrer la présence :

- d'impuretés (zones de carbone libre ou de silicium libre),
- de zone de réactions entre couches (multi-dépôts CVD),
- ...

[1] : F. Loumagne et al., 1995

[2] : O. Szwedek, 2006

[3] : S. M. Dong et al., 2001

Comme SiC est stœchiométrique à l'échelle locale, la vérification de la pureté d'un matériau SiC après élaboration peut être réalisée par dosage du rapport Si/C.

La microanalyse X par microsonde de Castaing et/ou MEB est un moyen adapté à l'étude précise de ce rapport à l'échelle micronique.

Mais, cette analyse simple du problème n'est expérimentalement pas aisée.

↳ Mise en place d'un circuit d'intercomparaison au sein du GT21/CETAMA

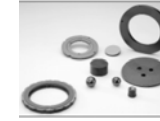
But :

- Mesurer les éléments Si et C dans du SiC pur
- Evaluer la dispersion des résultats des différents labos du GT

Le Circuit d'intercomparaison SiC / CETAMA GT21

- Choix de 2 matériaux ultra-purs > 99,95% SiC :

✓ *SiC-β* : Fourni par Cadarache (DEN/DEC/SPUA/LTEC)
Rohm-Haas par CVD (1500-1600°C)



✓ *SiC-moissanite* :



Fournie Le Ripault (DMAT/LR/DMAT/SRCC/LMC)
Joellerie Tours par Sublimation/Condensation de poudre (2200-2300°C @ 10Torr)

- 11 labos inscrits

- 7 en EDS et 6 en WDS



- Enrobage : ϕ 25 mm en résine conductrice, Saclay (SEMI/LM2E)

- Polissage : Saclay (SEMT/LTA)

- Protocoles Analytiques WDS et EDS : Le Ripault

Modes : 1/ par différence : $\%C = 100 - \%Si_{\text{dosé}}$

2/ « tout doser » *en option au circuit*

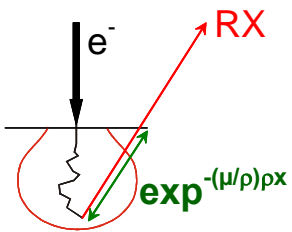
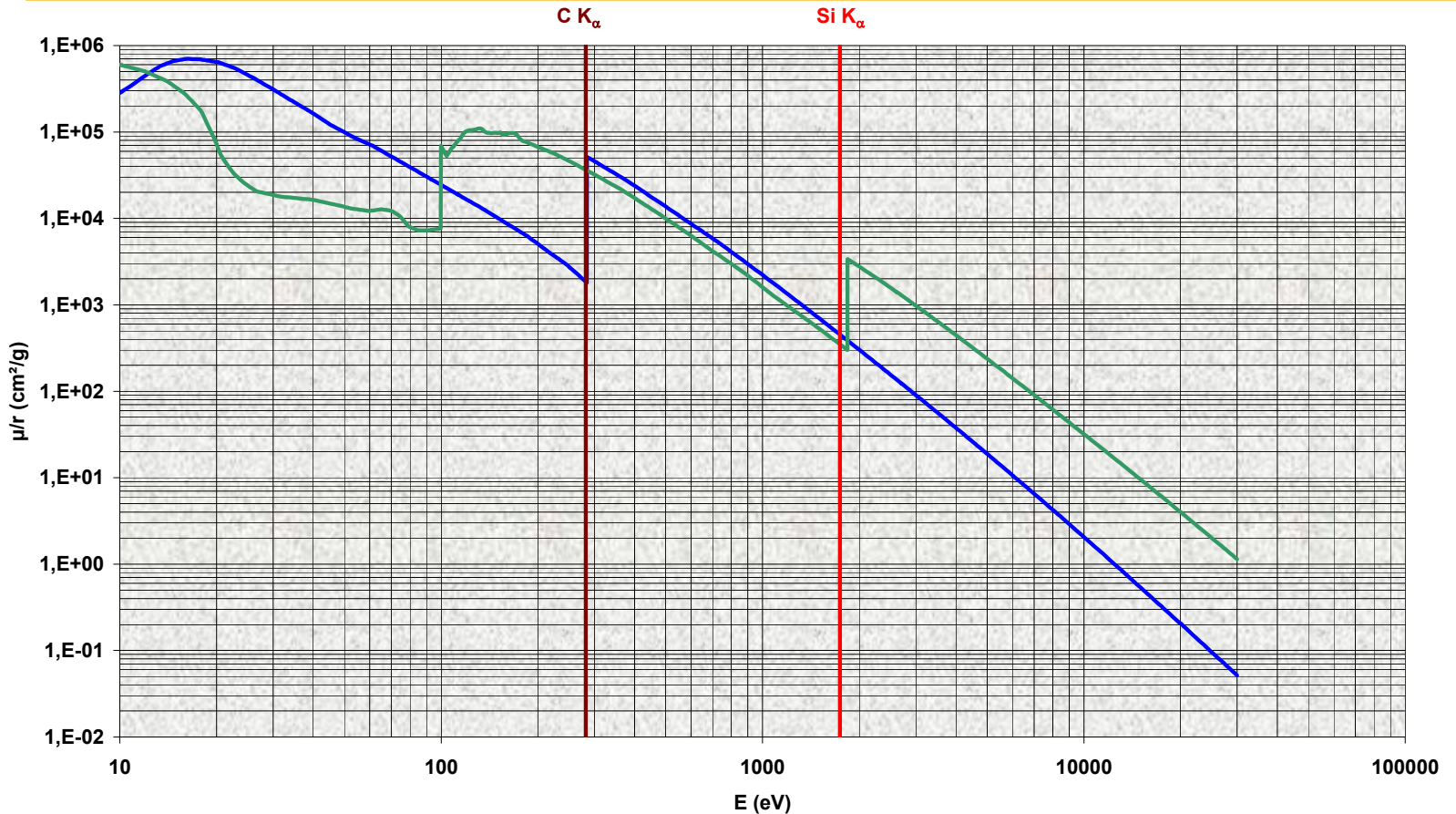
Conditions WDS : témoins, cristal, HT, courant, pic, fond, temps, nb points, ...

Conditions EDS : « témoins », HT, courant, process time, nb points, ...

- Synthèse des résultats : Tous !

Difficulté analytique

Silicium et Carbone

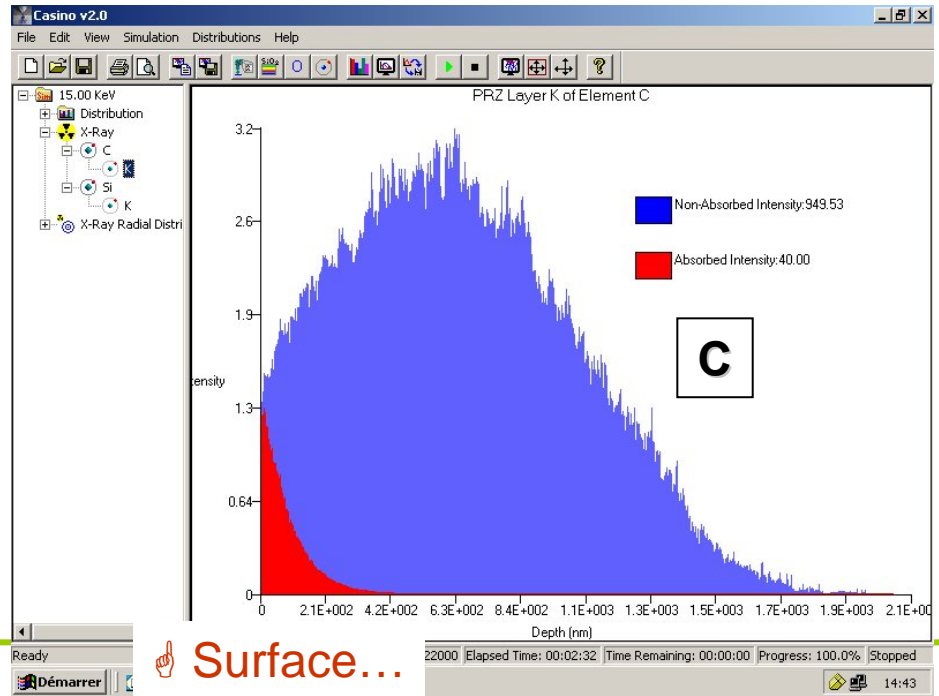
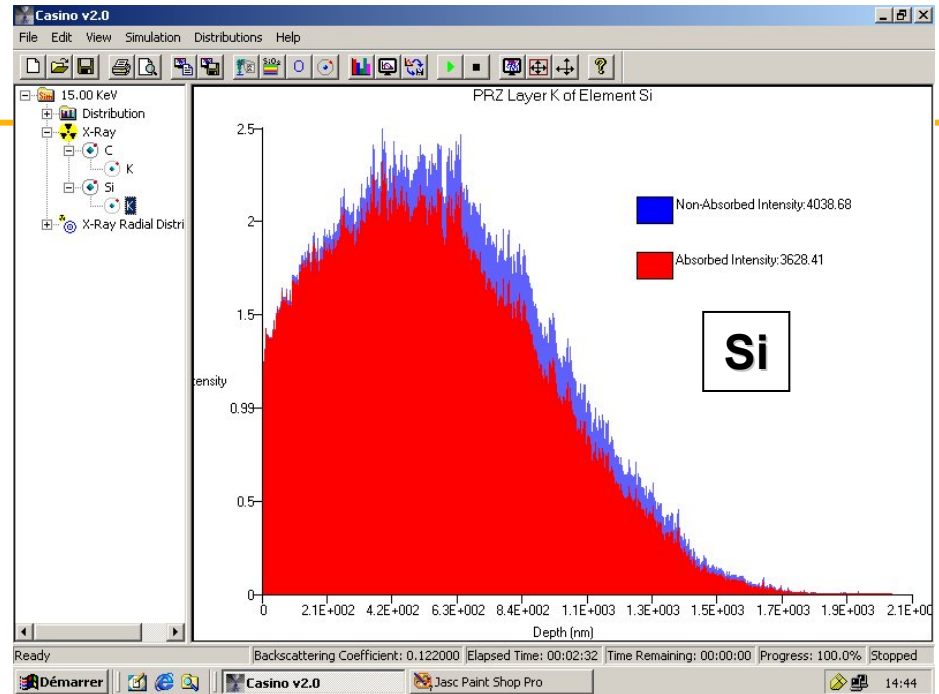
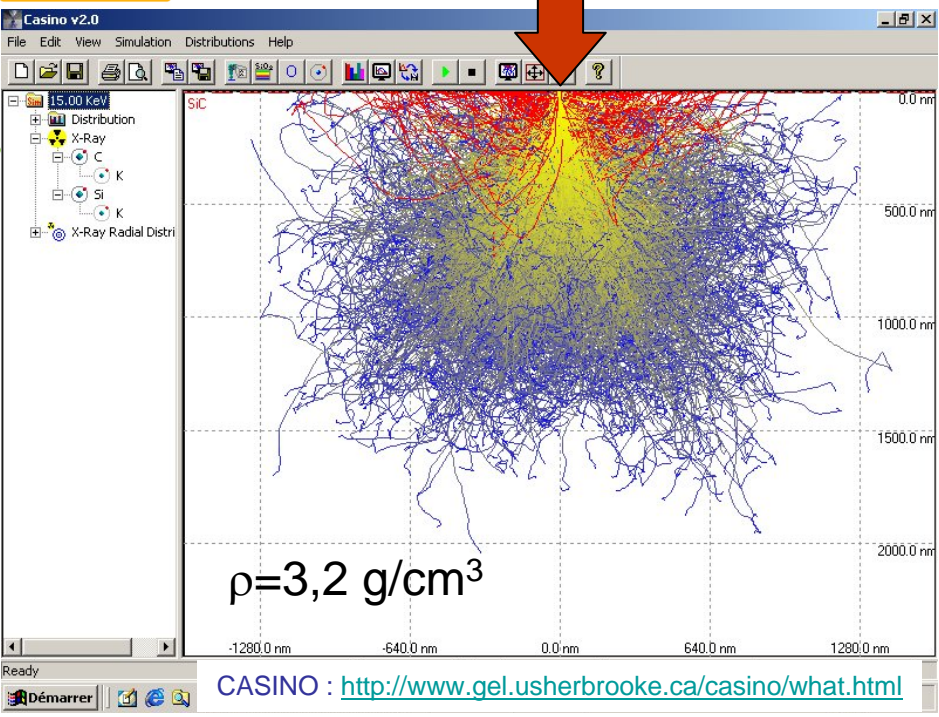


$\mu/\rho(\text{cm}^2/\text{g})$	Si	C
Si K_{α}	351	455
C K_{α}	36400	1848

Très forte absorption
du C K_{α} par Si

Monte Carlo

e^- , 15 kV



- ✓ Profondeur excitée à 15 kV : $\sim 2 \mu\text{m}$
- ✓ Recueil des signaux RX :
 - Si : $\sim 2 \mu\text{m}$ 90% de $I_{\text{génééré}}$
 - C : $\sim 0,2 \mu\text{m}$ 4% de $I_{\text{génééré}}$ (effet μ/ρ)

\Rightarrow Dosage par \neq : $\%C = 100 - \%Si_{\text{dosé}}$

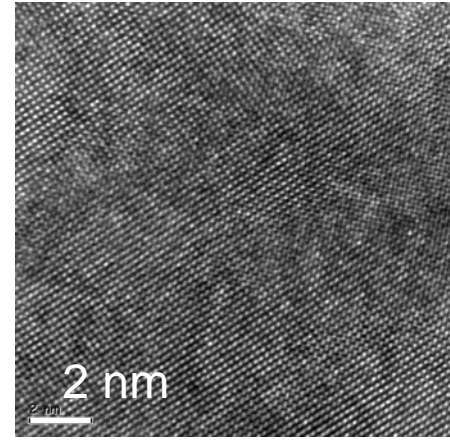
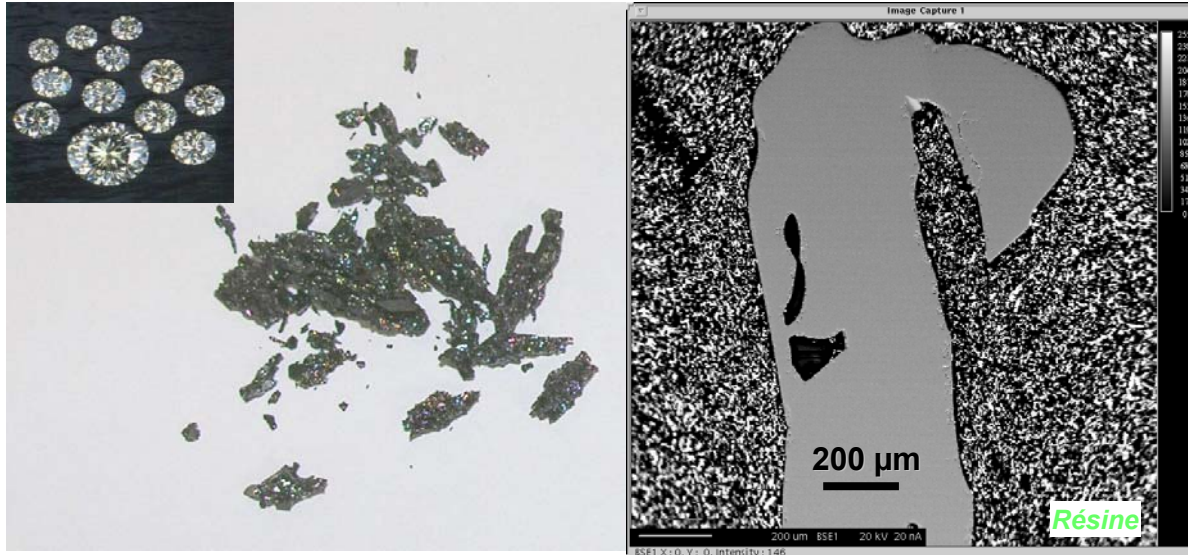
Surface...

Microstructure des échantillons

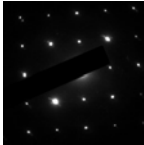
DEAS Gd diaph



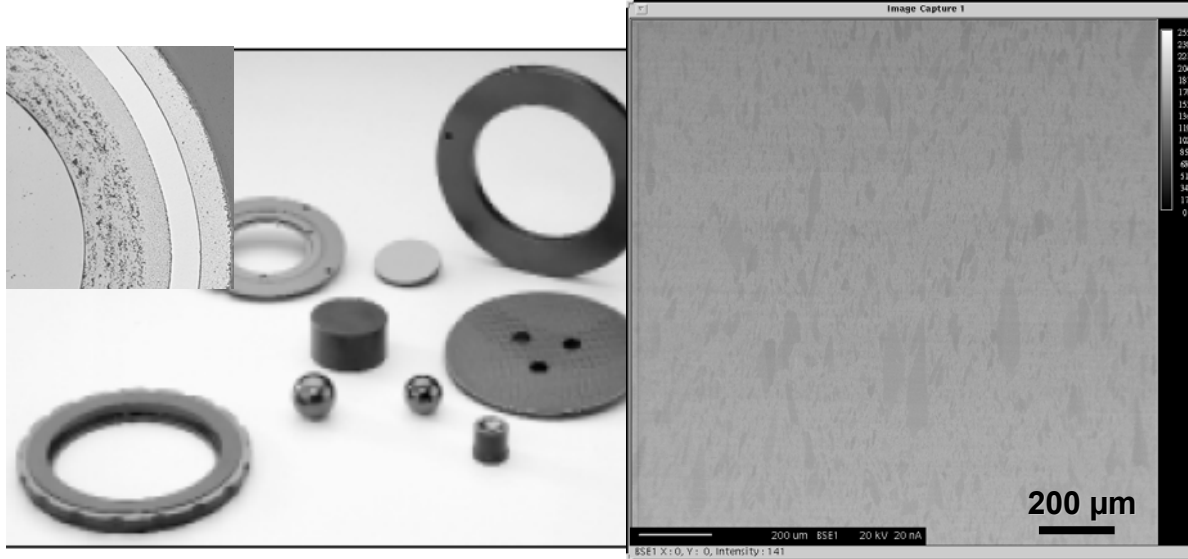
SiC-Moissanite



Monocristallin



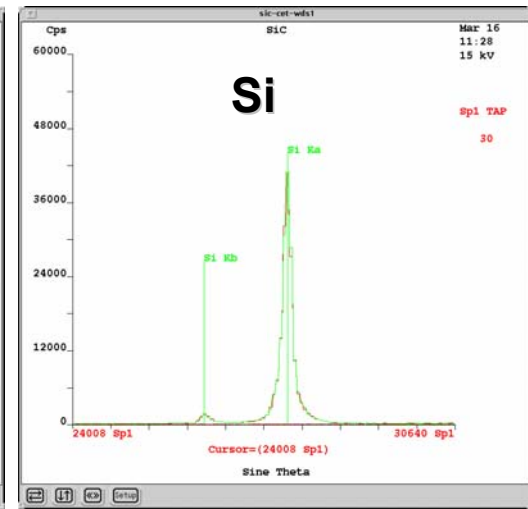
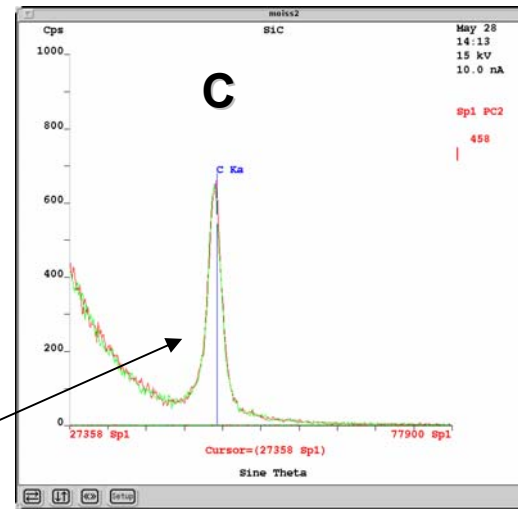
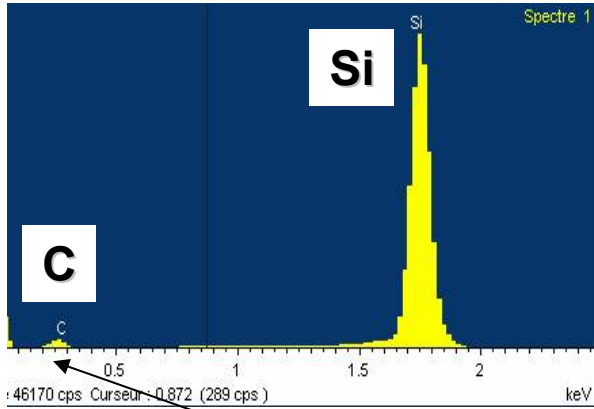
SiC-β



Polycristallin

Spectre EDS

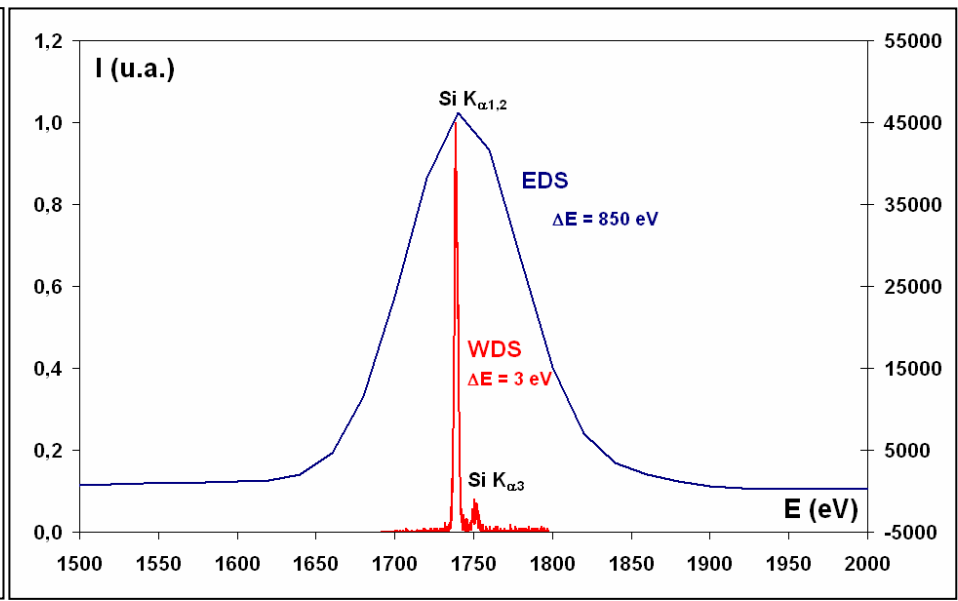
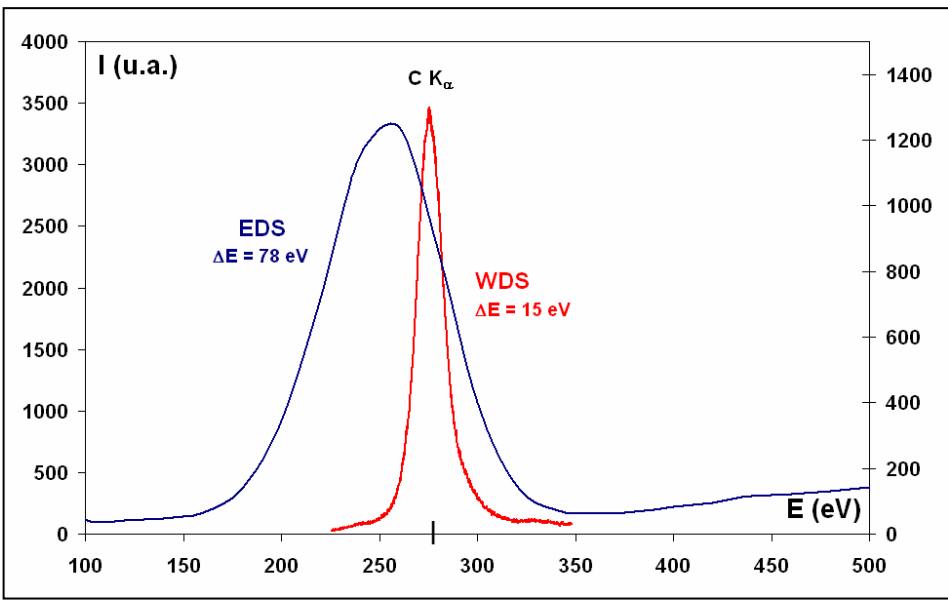
Spectres WDS



~ 30%wt. C

Comparaison WDS / EDS

SiC-Moissanite \equiv SiC- β



Résultats au 04/12/09

4 WDS sur 6 inscrits

6 EDS sur 7 inscrits

Mesures Brutes sur Témoins

Témoin

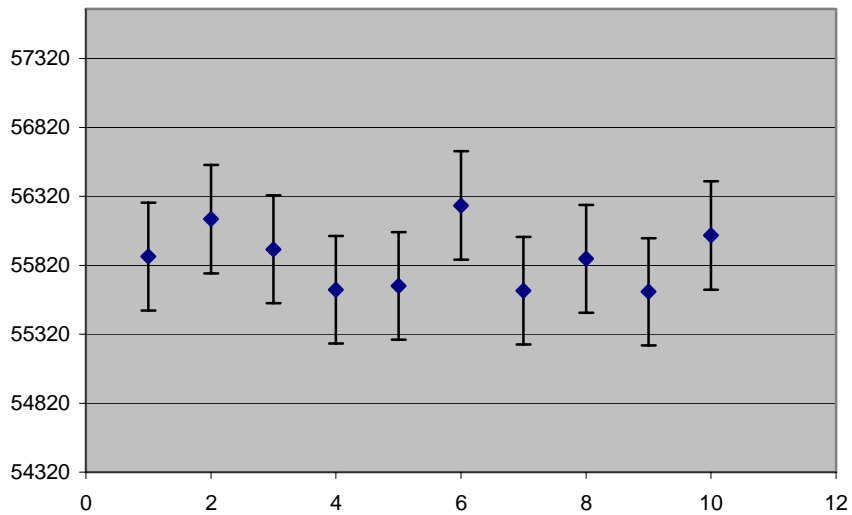
Code Labo	Raie	Cristal	Spectro H/V	Spectro BP/HP	Nb points	Xhi-deux init 5%	Xhi-deux init 1%	Dixon Min init 5%	Dixon Max init 5%	Grubbs Min init 5%	Grubbs Max init 5%	Calibration cps/s/nA	écartype 2 σ
WDS-02	Si KA	TAP	V	B	10	OK	OK	OK	OK	OK	OK	1943,2	0,47%
WDS-07a	Si KA	LPET1	V	B	20	NON	NON	Abérr.	OK	OK	OK	1671,2	1,19%
WDS-07b	Si KA	TAP2	V	B	20	NON	NON	Abérr.	OK	Abérr.	OK	2220,0	1,06%
WDS-07c	Si KA	PET3	V	H	20	NON	OK	OK	OK	OK	OK	261,6	1,70%
WDS-07d	Si KA	TAP4	V	B	20	NON	NON	Abérr.	OK	Abérr.	OK	2516,9	0,92%
WDS-08	Si KA	PET2	V	H	10	OK	OK	OK	OK	OK	OK	187,5	0,77%
WDS-09a	Si KA	TAP	V	B	10	OK	OK	OK	OK	OK	OK	2225,3	0,78%

Après filtrage Statistique

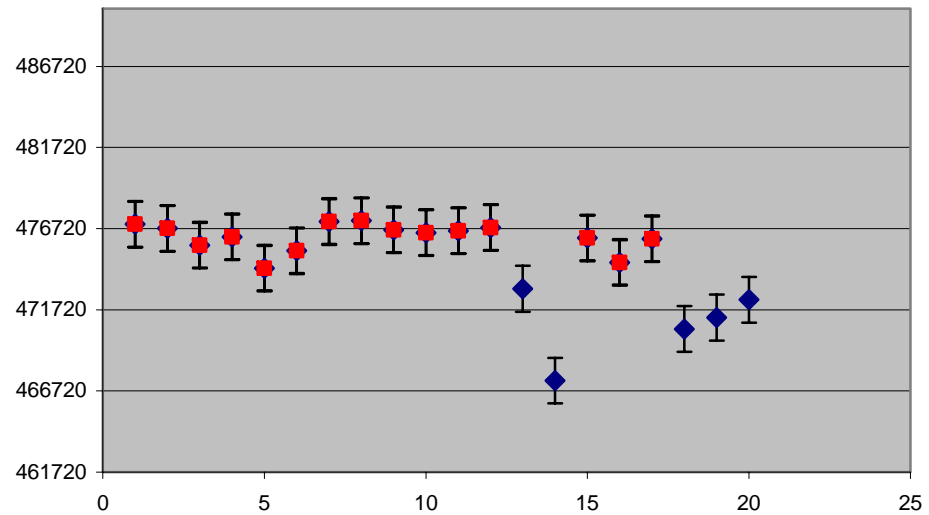
Témoin

Code Labo	Raie	Cristal	Spectro H/V	Spectro BP/HP	Nb points	Xhi-deux 5%	Xhi-deux 1%	Dixon Min 5%	Dixon Max 5%	Grubbs Min 5%	Grubbs Max 5%	Calibration cps/s/nA	écartype 2 σ
WDS-02	Si KA	TAP	V	B	10	OK	OK	OK	OK	OK	OK	1943,2	0,47%
WDS-07a	Si KA	LPET1	V	B	15	OK	OK	OK	OK	OK	OK	1676,2	0,39%
WDS-07b	Si KA	TAP2	V	B	14	OK	OK	OK	OK	OK	OK	2224,3	0,59%
WDS-07c	Si KA	PET3	V	H	19	OK	OK	OK	OK	OK	OK	261,9	1,48%
WDS-07d	Si KA	TAP4	V	B	17	OK	OK	OK	OK	OK	OK	2520,5	0,55%
WDS-08	Si KA	PET2	V	H	10	OK	OK	OK	OK	OK	OK	187,5	0,77%
WDS-09a	Si KA	TAP	V	B	10	OK	OK	OK	OK	OK	OK	2225,3	0,78%

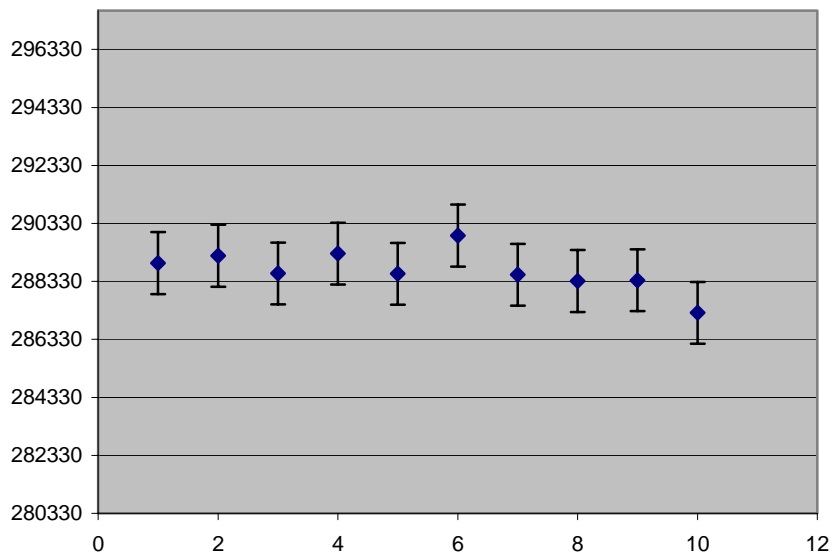
WDS-08 - PET2 **187,5 +/- 1,4 cps/s/nA**



WDS-07-a LPET1 **1676,2 +/- 6,5 cps/s/nA**
1671,2 +/- 19,9 cps/s/nA



WDS-02 TAP **1943,2 +/- 9,3 cps/s/nA**



Echelle des Y : Moyenne du nb de coups +/- 3% relatif
Barre d'erreur : $2/\text{racine}(\text{nb coups})$: 95% 2σ
Filtrés quand nécessaire (ex WDS-07)

Dispersion 2σ / moy < 1%rel.

Moy filtrée / moy brute < 0,3% rel.

Dispersion filtrée / Dispersion brute jusqu'à -67%rel.

Témoin

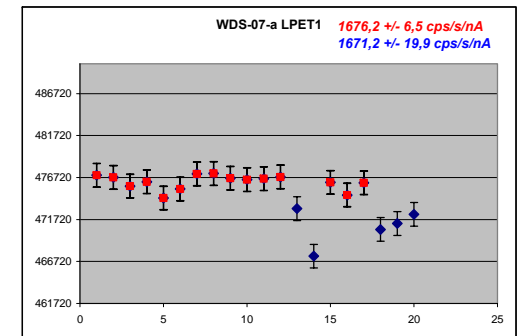
Code Labo	Cristal	Spectro H/V	Spectro BP/HP	Brut			Filtrés Stat.			Ecart	
				Nb points	Calibration cps/s/nA	écartype 2 σ	Nb points	Calibration cps/s/nA	écartype 2 σ	Ecart Rel. Moy	Ecart Rel. 2 σ
WDS-02	TAP	V	B	10	1943,2	0,47%	10	1943,2	0,47%	0,00%	0,00%
WDS-07a	LPET1	V	B	20	1671,2	1,19%	15	1676,2	0,39%	0,30%	-67,63%
WDS-07b	TAP2	V	B	20	2220,0	1,06%	14	2224,3	0,59%	0,19%	-44,37%
WDS-07c	PET3	V	H	20	261,6	1,70%	19	261,9	1,48%	0,10%	-12,98%
WDS-07d	TAP4	V	B	20	2516,9	0,92%	17	2520,5	0,55%	0,14%	-39,81%
WDS-08	PET2	V	H	10	187,5	0,77%	10	187,5	0,77%	0,00%	0,00%
WDS-09a	TAP	V	B	10	2225,3	0,78%	10	2225,3	0,78%	0,00%	0,00%

1/ Les calibrations sur 10 points :

- Respectent une loi normale
- N'ont pas de valeurs aberrantes

2/ Les calibrations sur 20 points (1 labo) :

- Ne respectent pas une loi normale
- Ont quelques valeurs aberrantes (surtout min.)
- Ont une dispersion plus importante que celles sur 10 points



Le filtrage statistique sur les calibrations à 20 points :

- augmente la valeur de la moyenne de 0,3%rel. au plus
- diminue la dispersion σ_{std} jusqu'à 68%

WDS : Les témoins de Si

Code Labo	Raie	Cristal	Spectro H/V	Spectro BP/HP	Nb points	Xhi-deux 5%	Xhi-deux 1%	Dixon Min 5%	Dixon Max 5%	Grubbs Min 5%	Grubbs Max 5%	Calibration cps/s/nA	écartype 2 σ
WDS-02	Si KA	TAP	V	B	10	OK	OK	OK	OK	OK	OK	1943,2	0,47%
WDS-07a	Si KA	LPET1	V	B	15	OK	OK	OK	OK	OK	OK	1676,2	0,39%
WDS-07b	Si KA	TAP2	V	B	14	OK	OK	OK	OK	OK	OK	2224,3	0,59%
WDS-07c	Si KA	PET3	V	H	19	OK	OK	OK	OK	OK	OK	261,9	1,48%
WDS-07d	Si KA	TAP4	V	B	17	OK	OK	OK	OK	OK	OK	2520,5	0,55%
WDS-08	Si KA	PET2	V	H	10	OK	OK	OK	OK	OK	OK	187,5	0,77%
WDS-09a	Si KA	TAP	V	B	10	OK	OK	OK	OK	OK	OK	2225,3	0,78%

Calibrations :

TAP sur Si pur : 1943, 2224, 2520, 2225 coups/s/nA
PET sur Si pur : 262 (HP), 188 (HP) coups/s/nA
LPET sur Si pur : 1676 (BP) coups/s/nA

Pic / Fond :

TAP : 388, 475, 524, 174
PET : 1189 (HP), 926 (HP)
LPET : 1391 (BP)

Dispersion (2 σ /m) :

1/ Pour un témoin et différents cristaux (wds-07abcd) (TAP2/4, PET3, LPET1)
0,39% ; 0,59% ; 1,48% ; 0,55% = 4 zones du témoin : hétérog. locale du témoin ?
2/ pour un type de cristal et différents témoins : (TAP, PET)
0,47% ; 0,59% ; 0,55% ; 0,78 % en TAP
0,39% ; 1,48% ; 0,77% en PET



SiC Moissanite

Code Labo	Nb points	Comptage	Fond	Peak/Fond	%wtSi	Std WtSi [2σ]	2σ/moy Wt combinée (+Std)	%wtSi +/- 2σ	Si/C	Std SiC [2σ]	2σ/Moy Si/C	Xtal
WDS-02	30	6458,2	19,8	325,38	69,35	0,46	0,81%	69,35 +/- 0,56	0,968	0,021	2,17%	TAP
WDS-07a	100r	331697,8	241,7	1372,15	70,20	0,21	0,49%	70,20 +/- 0,35	1,007	0,010	1,02%	LPET
WDS-07b	56	53042,6	45,2	1174,5	71,67	0,74	1,19%	71,67 +/- 0,86	1,082	0,040	3,67%	TAP
WDS-07c	84	52829,4	48,2	1096,5	71,42	0,68	1,76%	71,42 +/- 1,25	1,069	0,035	3,31%	PET
WDS-07d	81	512647,3	1120,0	457,70	71,62	0,24	0,64%	71,62 +/- 0,46	1,079	0,013	1,18%	TAP
WDS-08	30	37795,4	49,9	757,42	70,28	0,58	1,13%	70,28 +/- 0,80	1,011	0,028	2,80%	PET
WDS-09a	30	14766,0	41,8	352,87	70,42	0,37	0,94%	70,42 +/- 0,66	1,018	0,036	3,54%	TAP
WDS-09b	29	15105,1	42,0	359,69	71,34	0,27	0,87%	71,34 +/- 0,62	1,064	0,014	1,33%	TAP

440 points

SiC Béta

Code Labo	Nb points	Comptage	Fond	Peak/Fond	%wtSi	Std WtSi [2σ]	2σ/moy Wt combinée (+Std)	%wtSi +/- 2σ	Si/C	Std SiC [2σ]	2σ/Moy Si/C	Xtal
WDS-02	30	6538,8	19,7	331,49	70,20	0,36	0,51%	70,20 +/- 0,36	1,007	0,017	1,71%	TAP
WDS-07a	99	332327,5	247,4	1343,2	70,06	0,25	0,53%	70,20 +/- 0,37	1,001	0,012	1,22%	LPET
WDS-07b	100osc	434582,0	1069,2	406,5	69,16	0,53	0,97%	69,16 +/- 0,67	0,959	0,024	2,51%	TAP
WDS-07c	87	52631,3	47,4	1110,0	71,25	0,70	1,78%	71,25 +/- 1,27	1,060	0,036	3,41%	PET
WDS-07d1	38	496929,1	1099,8	451,9	69,94	0,24	0,65%	69,94 +/- 0,46	0,995	0,012	1,16%	TAP
WDS-07d2	32	492122,8	1096,4	448,9	69,35	0,23	0,64%	69,35 +/- 0,45	0,968	0,010	1,07%	TAP
WDS-08	30	38010,3	49,9	761,7	70,64	0,69	1,24%	70,64 +/- 0,88	1,029	0,034	3,29%	PET
WDS-09a	30	14924,1	42,0	355,0	71,10	1,08	1,71%	71,10 +/- 1,21	1,053	0,054	5,13%	TAP
WDS-09b	30	14999,0	42,2	355,8	71,34	0,31	0,89%	71,34 +/- 0,64	1,065	0,016	1,51%	TAP

476 points

SiC Moissainte

Code Labo	Brut				Filtrés Stat.+ Calib				Ecart		
	Comptage	Fond	Peak/Fond	Nb points	Comptage	Fond	Peak/Fond	Nb points	Ecart Rel. Comptage	Ecart Rel. Fond	Ecart Rel. Peak/fond
WDS-02	6458,23	19,85	325,38	30	6458,2	19,8	325,38	30	0,00%	0,00%	0,00%
WDS-07a	331697,77	241,74	1372,14	100	331697,8	241,7	1372,15	100r	0,00%	0,00%	0,00%
WDS-07b	53042,25	44,20	1199,97	100	53042,6	45,2	1174,5	56	0,00%	2,17%	-2,12%
WDS-07c	52851,21	48,39	1092,19	100	52829,4	48,2	1096,5	84	-0,04%	-0,44%	0,40%
WDS-07d	512563,81	1116,57	459,05	100	512647,3	1120,0	457,70	81	0,02%	0,31%	-0,29%
WDS-08	37795,40	49,90	757,42	30	37795,4	49,9	757,42	30	0,00%	0,00%	0,00%
WDS-09a	14766,02	41,85	352,87	30	14766,0	41,8	352,87	30	0,00%	0,00%	0,00%
WDS-09b	15100,97	41,95	360,00	30	15105,1	42,0	359,69	29	0,03%	0,11%	-0,08%

Code Labo	Brut				Filtrés Stat.+ Calib				Ecart	
	%wtSi	Std WtSi [2 σ]	2 σ /moy	Nb points	%wtSi	Std WtSi [2 σ]	2 σ /moy	Nb points	Ecart Rel. Moy	Ecart Rel. 2 σ
WDS-02	69,35	0,46	0,66%	30	69,35	0,46	0,66%	30	0,00%	0,00%
WDS-07a	70,41	0,25	0,36%	100	70,34	0,21	0,30%	100r	-0,10%	-14,77%
WDS-07b	71,81	1,04	1,44%	100	71,67	0,74	1,03%	56	-0,19%	-28,47%
WDS-07c	71,52	0,97	1,35%	100	71,42	0,68	0,95%	84	-0,14%	-30,12%
WDS-07d	71,71	0,48	0,67%	100	71,62	0,24	0,33%	81	-0,13%	-49,93%
WDS-08	70,28	0,58	0,83%	30	70,28	0,58	0,83%	30	0,00%	0,00%
WDS-09a	70,42	0,37	0,52%	30	70,42	0,37	0,52%	30	0,00%	0,00%
WDS-09b	71,35	0,33	0,47%	30	71,34	0,27	0,38%	29	-0,02%	-18,27%

Code Labo	Brut				Filtrés Stat.+ Calib				Ecart	
	Si/C	Std Si/C [2 σ]	2 σ /moy	Nb points	Si/C	Std Si/C [2 σ]	2 σ /moy	Nb points	Ecart Rel. Moy	Ecart Rel. 2 σ
WDS-02	0,968	0,021	2,17%	30	0,968	0,021	2,17%	30	0,00%	0,00%
WDS-07a	1,017	0,012	1,20%	100	1,016	0,010	1,02%	100r	-0,17%	-15,02%
WDS-07b	1,090	0,056	5,14%	100	1,082	0,040	3,67%	56	-0,69%	-29,04%
WDS-07c	1,074	0,051	4,77%	100	1,069	0,035	3,31%	84	-0,50%	-30,97%
WDS-07d	1,084	0,025	2,30%	100	1,079	0,013	1,18%	81	-0,46%	-48,91%
WDS-08	1,011	0,028	2,80%	30	1,011	0,028	2,80%	30	0,00%	0,00%
WDS-09a	1,018	0,036	3,54%	30	1,018	0,036	3,54%	30	0,00%	0,00%
WDS-09b	1,065	0,017	1,61%	30	1,064	0,014	1,33%	29	-0,07%	-17,52%

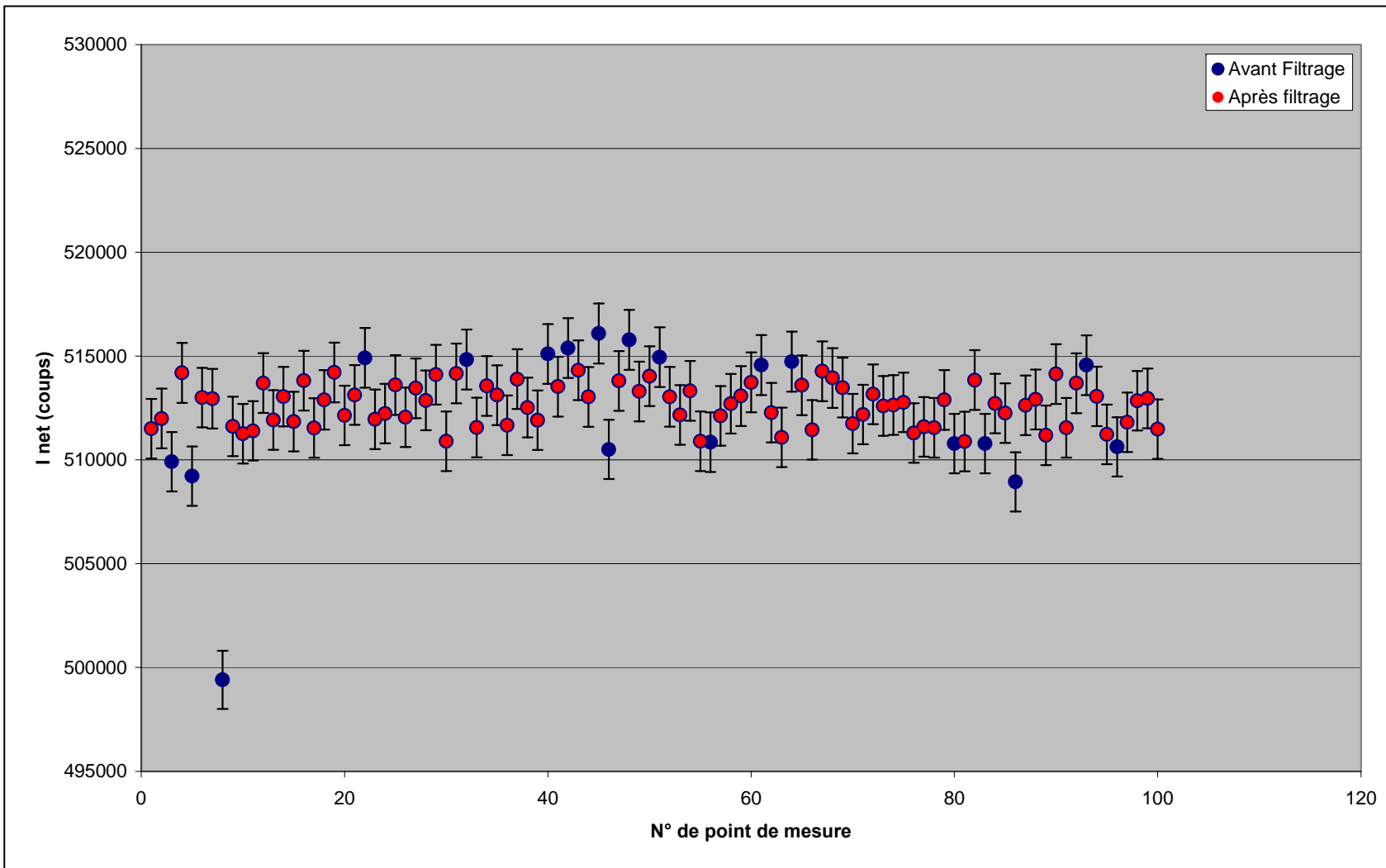
SiC Béta

Code Labo	Brut				Filtrés Stat.+ Calib				Ecart		
	Comptage	Fond	Peak/Fond	Nb points	Comptage	Fond	Peak/Fond	Nb points	Ecart Rel. Comptage	Ecart Rel. Fond	Ecart Rel. Peak/fond
WDS-02	6538,85	19,73	331,49	30	6538,8	19,7	331,49	30	0,00%	0,00%	0,00%
WDS-07a	332354,10	247,40	1343,40	100	332327,5	247,4	1343,16	99	-0,01%	0,01%	-0,02%
WDS-07b	434582,00	1069,19	406,46	100	434582,0	1069,2	406,5	100osc	0,00%	0,00%	0,00%
WDS-07c	52622,86	48,66	1081,44	100	52631,3	47,4	1110,0	87	0,02%	-2,56%	2,64%
WDS-07d1	496948,03	1093,05	454,64	50	496929,1	1099,8	451,85	38	0,00%	0,61%	-0,61%
WDS-07d2	491857,04	1089,02	451,65	50	492122,8	1096,4	448,87	32	0,05%	0,67%	-0,62%
WDS-08	38010,30	49,90	761,73	30	38010,3	49,9	761,73	30	0,00%	0,00%	0,00%
WDS-09a	14924,06	42,04	355,04	30	14924,1	42,0	355,04	30	0,00%	0,00%	0,00%
WDS-09b	14999,03	42,15	355,82	30	14999,0	42,2	355,82	30	0,00%	0,00%	0,00%

Code Labo	Brut				Filtrés Stat.+ Calib				Ecart	
	%wtSi	Std WtSi [2 σ]	2 σ /moy	Nb points	%wtSi	Std WtSi [2 σ]	2 σ /moy	Nb points	Ecart Rel. Moy	Ecart Rel. 2 σ
WDS-02	70,20	0,36	0,51%	30	70,20	0,36	0,51%	30	0,00%	0,00%
WDS-07a	70,28	0,27	0,39%	100	70,06	0,25	0,36%	99	-0,30%	-6,46%
WDS-07b	69,29	0,53	0,77%	100	69,16	0,53	0,77%	100osc	-0,19%	-0,19%
WDS-07c	71,31	0,95	1,33%	100	71,25	0,70	0,98%	87	-0,08%	-26,01%
WDS-07d1	70,04	0,39	0,55%	50	69,94	0,24	0,35%	38	-0,15%	-36,84%
WDS-07d2	69,41	0,46	0,66%	50	69,35	0,23	0,33%	32	-0,10%	-50,20%
WDS-08	70,64	0,69	0,97%	30	70,64	0,69	0,97%	30	0,00%	0,00%
WDS-09a	71,13	1,08	1,52%	30	71,10	1,08	1,52%	30	-0,04%	-0,08%
WDS-09b	71,37	0,31	0,43%	30	71,34	0,31	0,43%	30	-0,05%	0,95%

Code Labo	Brut				Filtrés Stat.+ Calib				Ecart	
	Si/C	Std Si/C [2 σ]	2 σ /moy	Nb points	Si/C	Std Si/C [2 σ]	2 σ /moy	Nb points	Ecart Rel. Moy	Ecart Rel. 2 σ
WDS-02	1,007	0,017	1,71%	30	1,007	0,017	1,71%	30	0,00%	0,00%
WDS-07a	1,011	0,013	1,31%	100	1,001	0,012	1,22%	99	-1,01%	-8,01%
WDS-07b	0,965	0,024	2,52%	100	0,959	0,024	2,51%	100osc	-0,61%	-0,86%
WDS-07c	1,063	0,049	4,61%	100	1,060	0,036	3,41%	87	-0,31%	-26,38%
WDS-07d1	1,000	0,018	1,85%	50	0,995	0,012	1,16%	38	-0,49%	-37,32%
WDS-07d2	0,971	0,021	2,16%	50	0,968	0,010	1,07%	32	-0,33%	-50,43%
WDS-08	1,029	0,034	3,29%	30	1,029	0,034	3,29%	30	0,00%	0,00%
WDS-09a	1,054	0,055	5,20%	30	1,053	0,054	5,13%	30	-0,13%	-1,57%
WDS-09b	1,066	0,016	1,51%	30	1,065	0,016	1,51%	30	-0,16%	0,29%

Un exemple de filtrage



En général, les mesures sur 30 points :

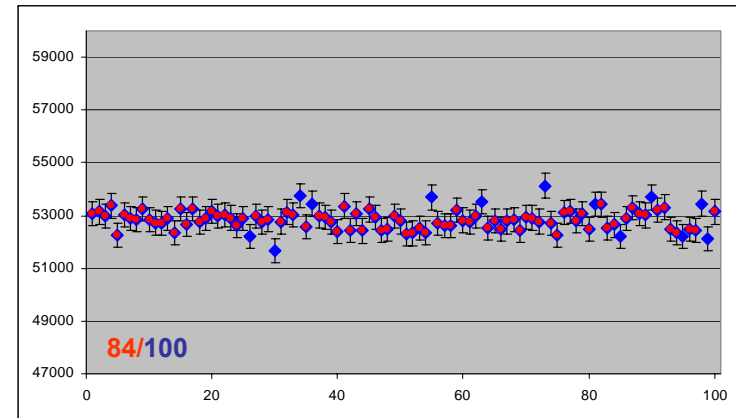
- respectent une loi normale
- n'ont pas de valeurs aberrantes
- n'ont pas forcément une dispersion plus élevée que les mesures sur 100 pts

En général, les mesures sur 100 points :

- ne respectent pas une loi normale (à cause d'environ 10-15% des points)
- mais n'ont pas de valeurs aberrantes (2/800 points)

Avec le retrait des points hors « loi normale »,
les mesures :

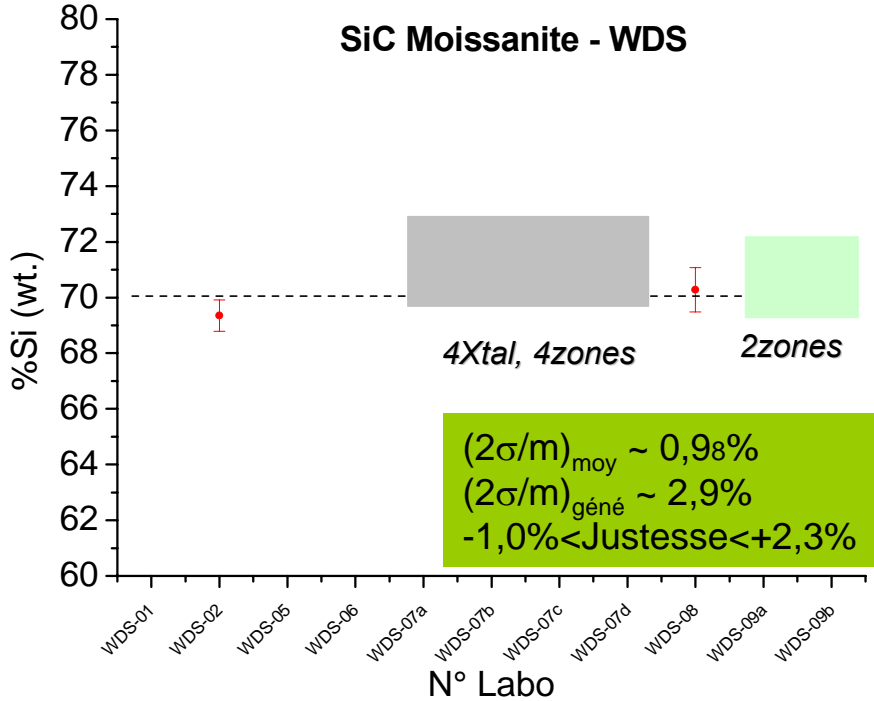
- respectent une loi normale !
- ne présentent pas de valeurs aberrantes



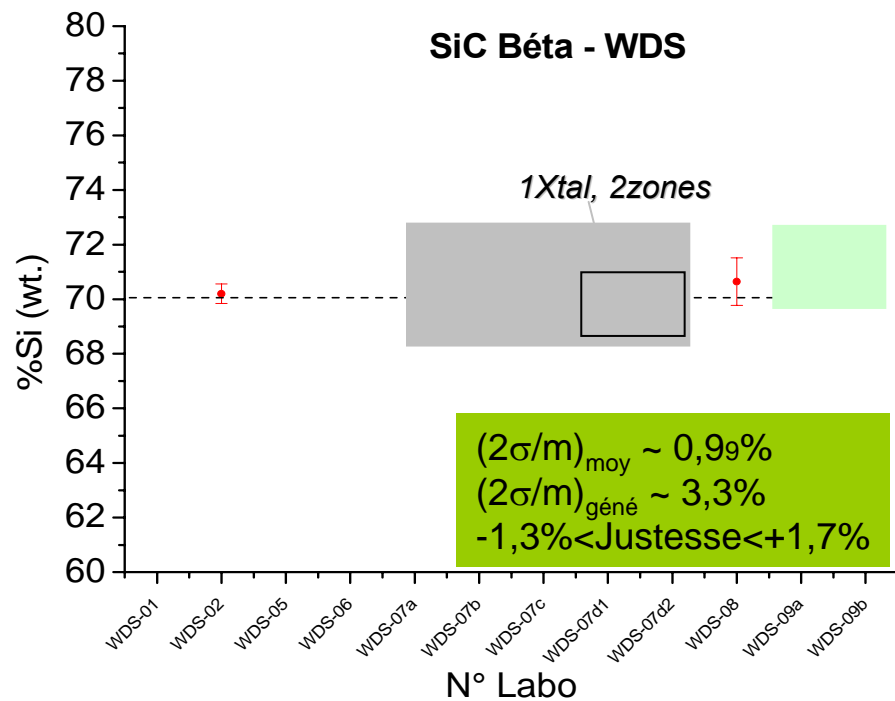
Le filtrage statistique (hors correc. Calib) sur les mesures à 100 points :

- modifie la valeur de la moyenne de +/-0,02%rel. au plus
- diminue la dispersion $\sigma_{\text{éch}}$ jusqu'à 50% (donc $\sigma_{(\text{éch})\text{init}}/2$ due à seulement ~15% des points)

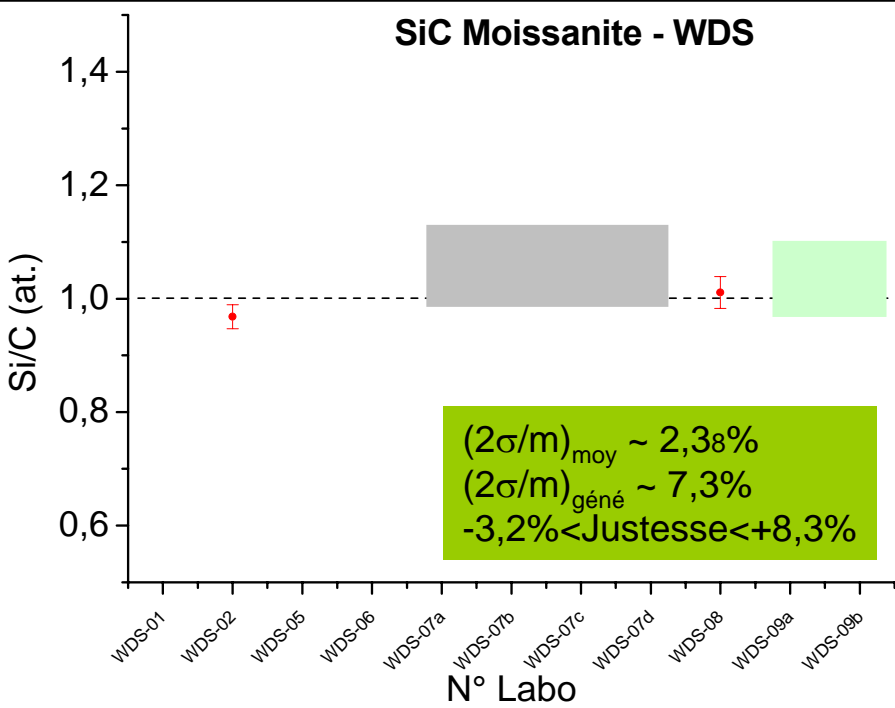
SiC Moissanite - WDS



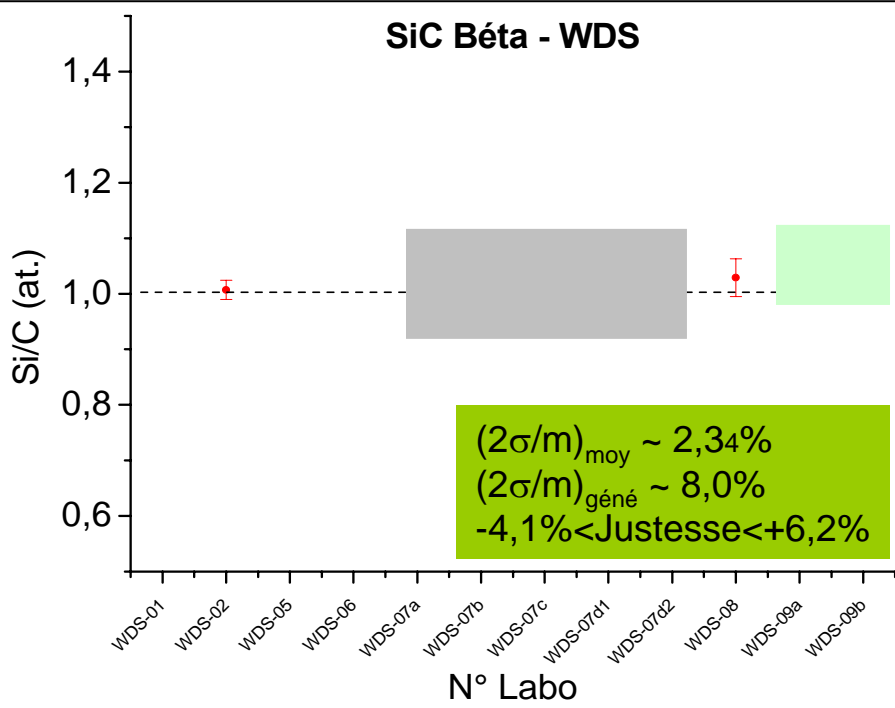
SiC Béta - WDS



SiC Moissanite - WDS



SiC Béta - WDS



SiC Moissainte

Code Labo	Nb points	Xhi-deux 5%	Xhi-deux 1%	Dixon Min 5%	Dixon Max 5%	Grubbs Min 5%	Grubbs Max 5%
EDS-01	29	NON	NON	OK	OK	OK	OK
EDS-02	/	/	/	/	/	/	/
EDS-03	30	NON	NON	OK	OK	OK	OK
EDS-04	30	/	/	/	/	/	/
EDS-05	13	NON	NON	OK	OK	OK	OK
EDS-08	23	/	/	/	/	/	/

SiC Béta

Code Labo	Nb points	Xhi-deux 5%	Xhi-deux 1%	Dixon Min 5%	Dixon Max 5%	Grubbs Min 5%	Grubbs Max 5%
EDS-01	30	NON	NON	OK	OK	OK	OK
EDS-02	30	/	/	/	/	/	/
EDS-03	30	NON	NON	OK	OK	OK	OK
EDS-04	30	/	/	/	/	/	/
EDS-05	27	OK	OK	OK	OK	OK	OK
EDS-08	30	/	/	/	/	/	/

Intensités nettes pas toujours fournies : pas de tests Stat.

Quand tests stat. possibles :

- * Pas de loi de normale (>80% des cas)
- * Mais pas de valeurs aberrantes (1 point sur 73) ...

Résultats EDS sur les 2 échantillons de SiC

SiC Moissainte

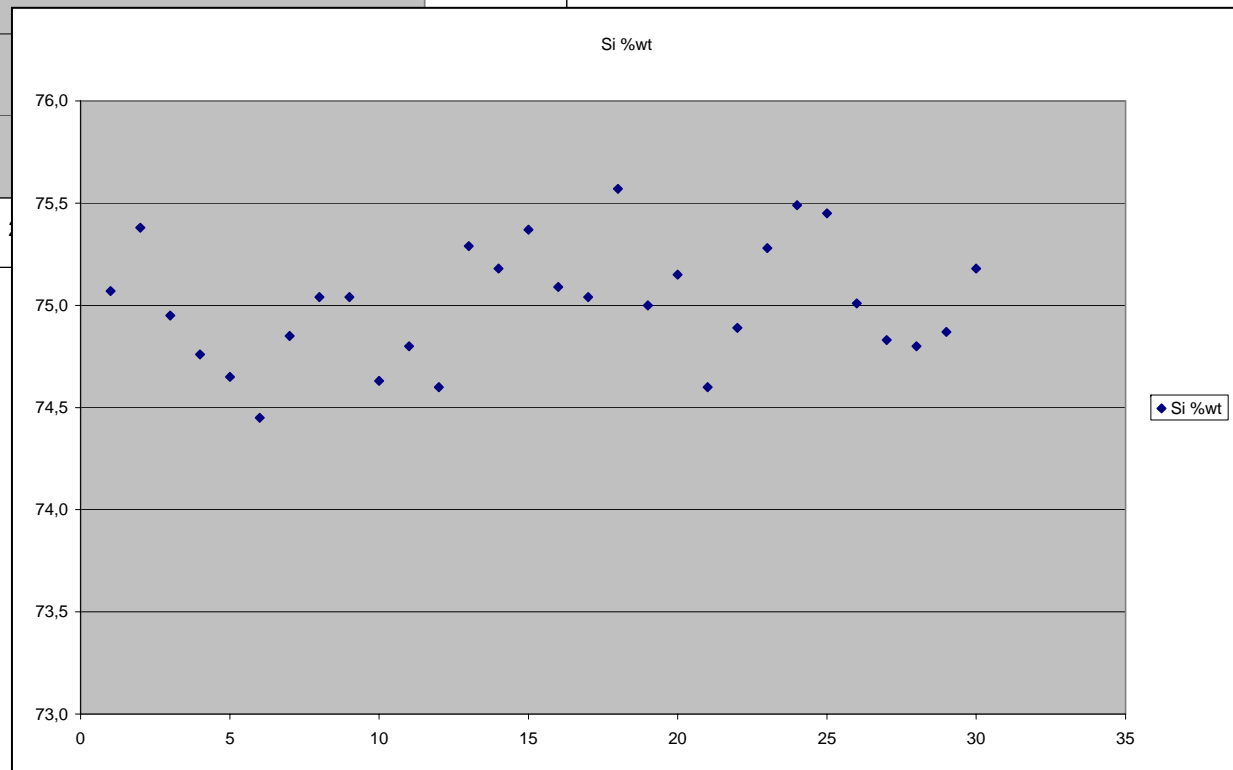
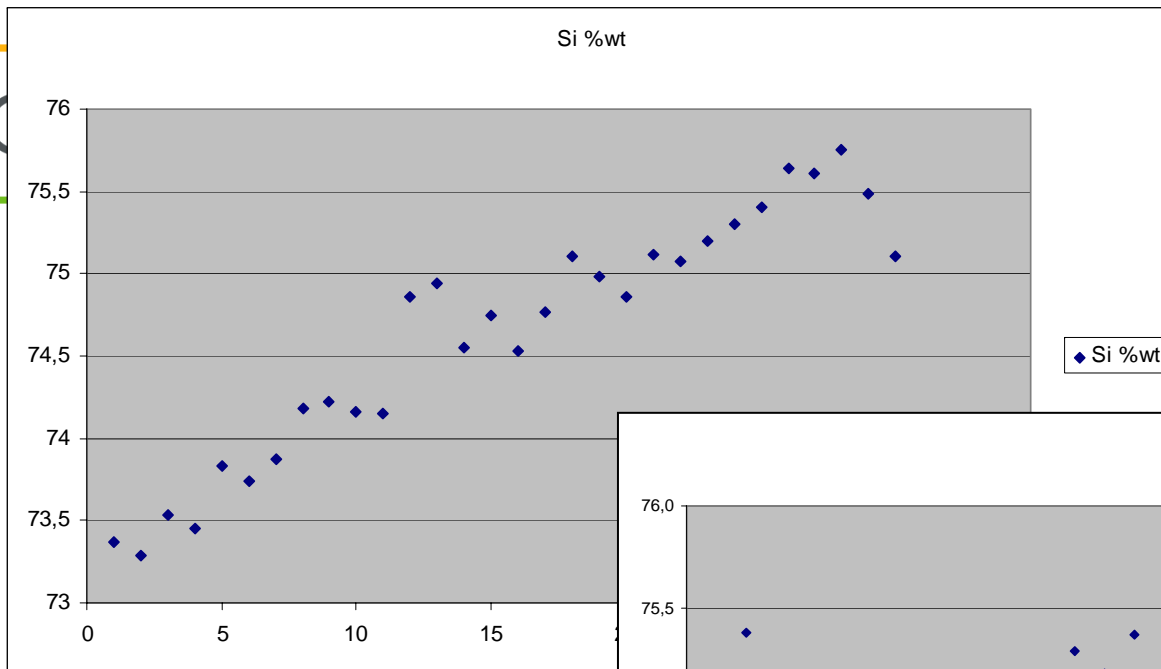
Code Labo	Nb points	Comptage	Fond	Peak/Fond	%wtSi	Std WtSi [2σ]	2σ/moy Wt	%wtSi +/- 2σ	Si/C	Std SiC [2σ]	2σ/Moy Si/C
EDS-01	29	59861,9	357,3	167,52	67,62	4,80	7,09%	67,62 +/- 4,80	0,900	0,186	20,70%
EDS-02	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/	/
EDS-03	30	1025842,2	/	/	65,37	0,45	0,69%	65,37 +/- 0,45	0,809	0,008	0,99%
EDS-04	30	/	/	/	75,01	0,58	0,77%	75,01 +/- 0,58	1,285	0,023	1,76%
EDS-05	13	8428,9	/	/	69,87	0,95	1,36%	69,87 +/- 0,95	0,992	0,045	4,52%
EDS-08	23	/	/	/	73,02	0,55	0,75%	73,02 +/- 0,55	1,157	0,032	2,79%
125 points					70,18	7,82	11,15%		1,029	0,386	37,49%

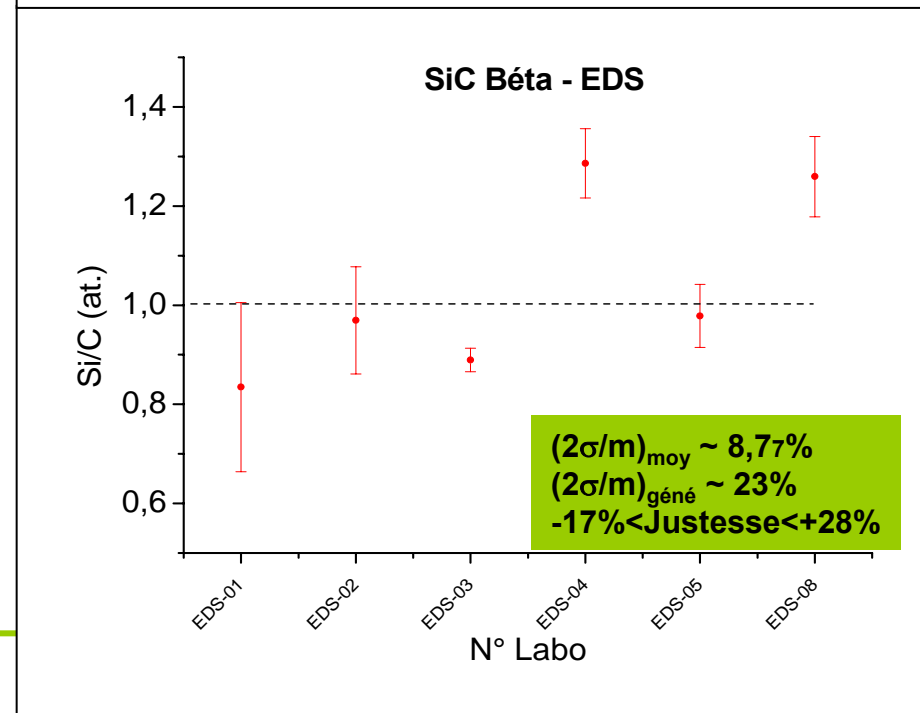
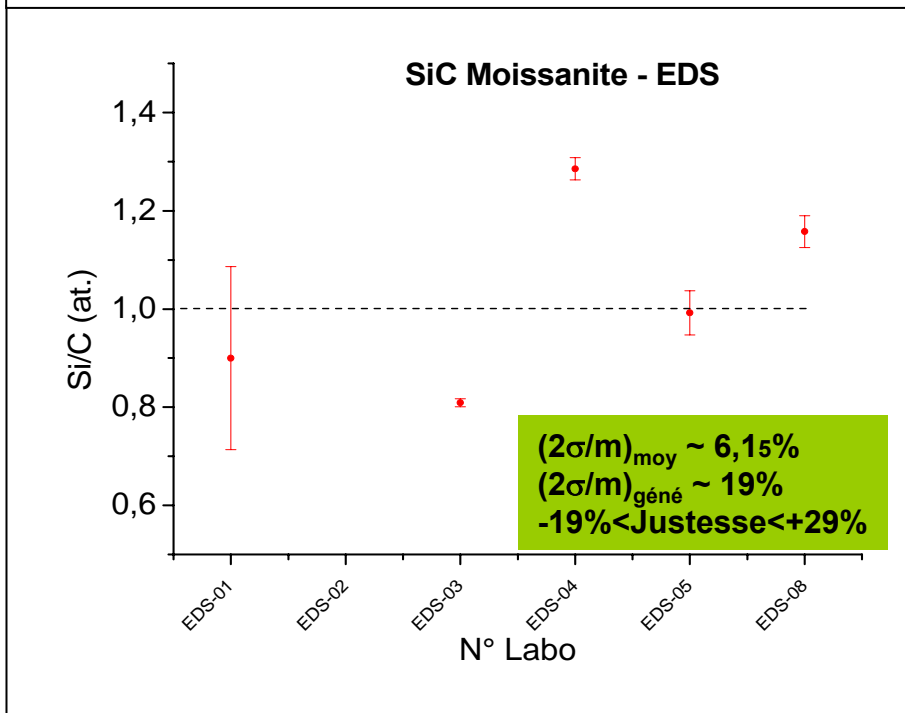
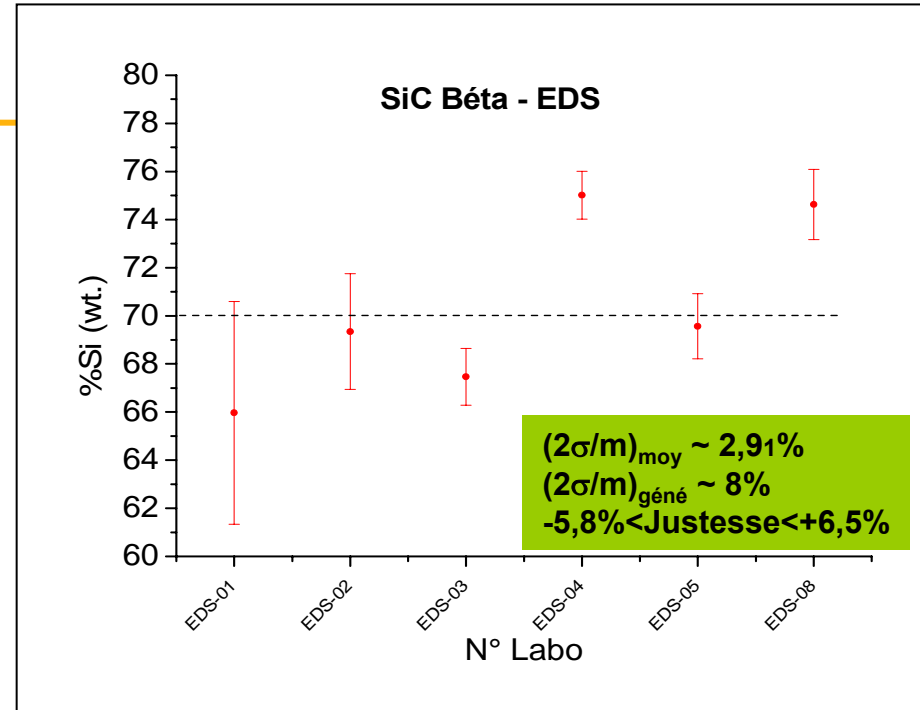
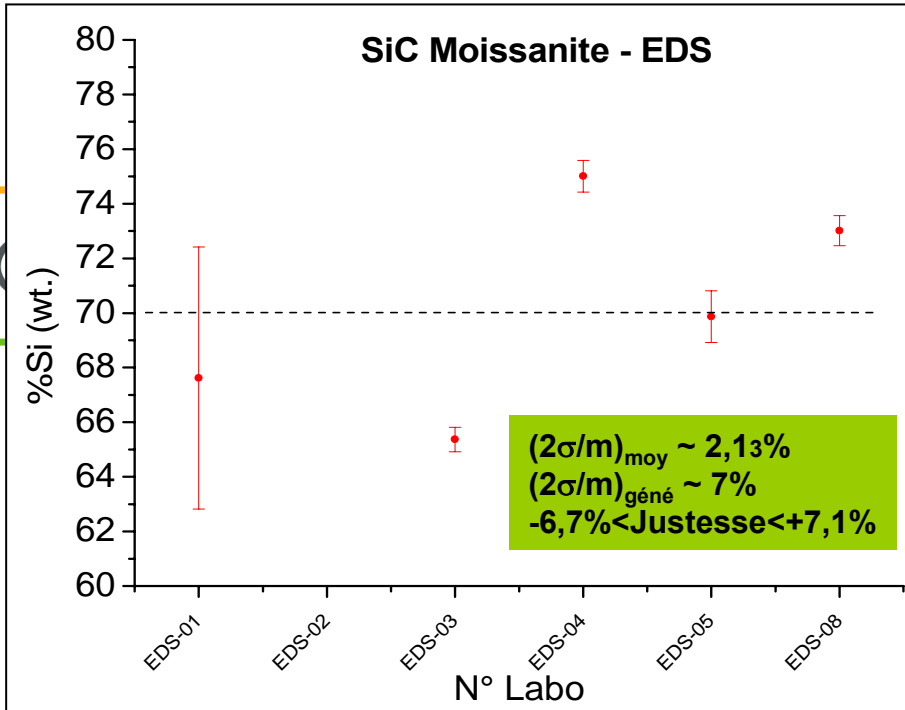
SiC Béta

Code Labo	Nb points	Comptage	Fond	Peak/Fond	%wtSi	Std WtSi [2σ]	2σ/moy Wt	%wtSi +/- 2σ	Si/C	Std SiC [2σ]	2σ/Moy Si/C
EDS-01	30	69102,9	371,6	185,96	65,96	4,63	7,01%	65,96 +/- 4,63	0,834	0,170	20,41%
EDS-02	30	/	/	/	69,34	2,40	3,46%	69,34 +/- 2,40	0,969	0,108	11,16%
EDS-03	30	111139,5	/	/	67,47	1,18	1,75%	67,47 +/- 1,18	0,889	0,024	2,66%
EDS-04	30	/	/	/	75,02	1,00	1,33%	75,02 +/- 1,00	1,286	0,070	5,45%
EDS-05	27	8280,9	/	/	69,56	1,35	1,94%	69,56 +/- 1,35	0,978	0,063	6,49%
EDS-08	30	/	/	/	74,63	1,46	1,96%	74,63 +/- 1,46	1,259	0,081	6,43%
177 points					70,33	7,44	10,58%		1,036	0,382	36,87%


Pic / Fond (EDS) ~ 170 contre 330-1400 en WDS selon cristal

Quelques exemples





Conclusions et perspectives :



	%Wt Si WDS	%Wt Si EDS
$(2\sigma/m)_{\text{labo}}$	1,0%	2,5%
$(2\sigma/m)_{\text{circuit}}$	3,2%	7,5%
Justesse	-1% +2%	-7% +7%

	(Si/C) _{at.} WDS	(Si/C) _{at.} EDS
$(2\sigma/m)_{\text{labo}}$	2,4%	7,5%
$(2\sigma/m)_{\text{circuit}}$	7,7%	21,0%
Justesse	-4% +8%	-19% +29%

1/ Homogénéité (sur Si_{WDS}) : (\equiv stat. de comptage \Rightarrow Matériaux purs)
Moissanite et SiC- β : $(2\sigma_{\text{labo}})_{\text{rel.}} \sim 1,0\%$

2/ Microsondes-WDS donnent un rapport Si/C très proche de 1 (0,96-1,08)

3/ MEB-EDS donnent un rapport Si/C >1 ou <1 *pb. Justesse* (0,81-1,29)
Si/C~1 quand témoin = SiC- β

4/ Suite :

Recueil des résultats manquants « par différence »

Traitement statistique global (Logiciel CETAMA « LUMIERE »)

Identifier sources erreurs EDS (Si/C \neq 1), dispersion X^{tal} WDS, ...

Valider protocole dosage Si ET C

5/ Le dosage « tout » : Si et C mesurés



Merci de votre attention