



Bureau Veritas Laboratoires

**Le COFRAC
et
*Les Incertitudes de mesure et métrologie en MEB***

**08 décembre 2017
Philippe VOLCKAERT**





Sommaire

Présentation de BVL

Chiffres-clefs

Laboratoires de Pessac

Besoins de nos clients

Reconnaisances

Estimation des incertitudes pour le COFRAC

Recenser les causes d'incertitudes

Les classer pour savoir comment les évaluer

Estimation de l'incertitude d'étalonnage

Estimation de l'incertitude de mesure

▶ Filiale à 100% de BUREAU VERITAS France

▶ 4 laboratoires

- St-Ouen l'Aumône
- Belfort
- Villars
- Pessac

▶ Chiffre d'affaire 2016 : **11 M€**

▶ Effectif global : **95** collaborateurs

▶ Activité : prestataire de service dans le domaine du laboratoire



BUREAU VERITAS
LABORATOIRES



Bureau Veritas Laboratoires est une société de service dans le domaine de la caractérisation et de l'expertise des matériaux et procédés industriels.

Une centaine de collaborateurs répartis sur 4 sites : Pessac (33), St-Ouen-l'Aumône (95), Belfort (90) et Villars (42), mettent à votre service leur savoir-faire pour évaluer vos matériaux, procédés, équipements et installations à tous les stades industriels, de la conception jusqu'au démantèlement.

Nos compétences Matériaux et Procédés

Essai des matériaux métalliques

- Chimie et microanalyses (MEB, WDS...)
- Essais mécaniques et de fatigue
- Examens métallographiques et fractographie
- Essais de corrosion et traitement thermique

Essai des polymères et composites

- Analyses Physico-chimiques
- Essais mécaniques
- Caractérisation électrique
- Caractérisation microstructurale

Expertise, analyse de défaillance

- Avarie : dégradation, rupture
- Datation de fissures
- Corrosion

Suivi en service matériaux / procédés

- Bains de traitement de surface
- Propreté particulaire
- Innocuité (non-corrosivité) des produits pour les matériaux

Mesure des émissions COV et odeurs

- Qualification de matériaux automobiles
- Etiquetage réglementaire des matériaux de construction
- Expertise

Suivi des fournisseurs

- Evaluation de laboratoires (suivant le référentiel NF EN 17025)
- Qualité des matériaux et procédés

Une organisation qualité certifiée et reconnue par nos Clients

Certifications

- ISO 9001 - ISO 14001 - ISO 18001

Agréments Clients

- SAFRAN, AIRBUS, DASSAULT AVIATION, GE
- RENAULT, PSA
- EDF, FNAG
- RINA
- CAMERON
- LISI MEDICAL

Accréditations

- COFRAC ESSAIS selon NF EN ISO / CEI 17025
- PRI Nadcap MTL (Materials Testing Laboratory)

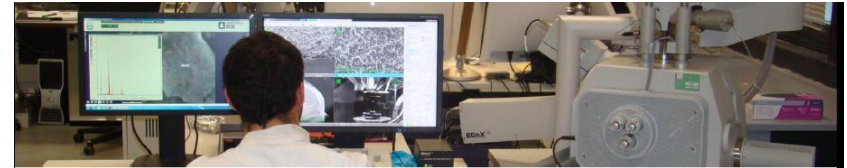


N° 1-0036
N° 1-1990
N° 1-2055
N° 1-2421

Partenaire sur
www.cofrac.fr



Materials Testing Laboratory



Nos équipements pour la microscopie et la microanalyse

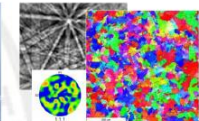
Microsonde de Castaing CAMECA SX100 (5 spectromètres)

- Analyse de phases
- Dosage des couches
- Recherche d'impuretés
- Dosage d'éléments traces
- Cartographie X Quantitative
- Épaisseur de couches minces (1nm à 1µm).
- Profil carbone et azote dans les aciers
- Diffusion de deux métaux (soudure)
- Analyse d'éléments légers (B)



2 MEB Environnementaux (FEI QUANTA 200 et 650 FEG)

- MicroAnalyse X
- Fractographie
- Datation de fissure
- Imagerie haute résolution
- Examens Morphologiques
- Observation de défauts
- Épaisseur de couches
- Cartographie EBSD



Microscopies optiques

- Binoculaires
- Bancs macrographiques
- Microscopes droits et inversés
- Logiciel Analyse d'image (STREAM)
- Microscope infrarouge (µ FTIR)
- Microscopes droits à platine motorisée (Déplacement et repositionnement automatique)
- Microscope 3D Alicona (juillet 2017)



BUREAU VERITAS LABORATOIRES

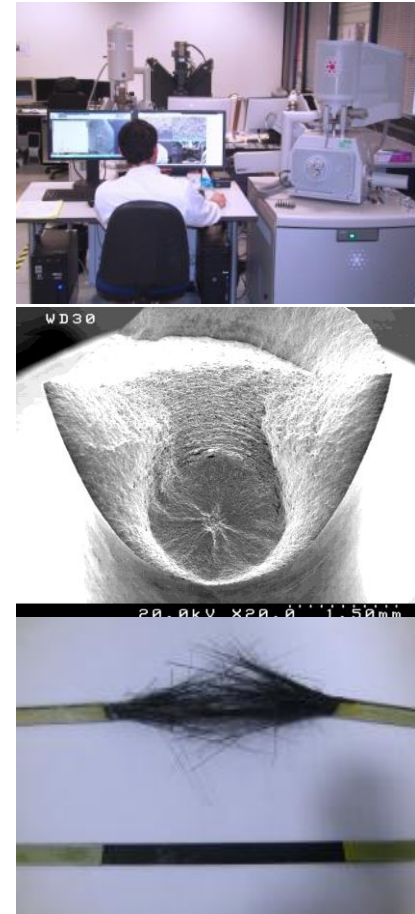
labo.info@fr.bureauveritas.com
66 rue de Villiers 92300 Levallois-Perret - Tél : +33 (0)1 36 64 31 31
SAS au capital social de 151 340 € - RCS Nanterre 501 658 421
Bureau Veritas Laboratoires, une filiale du groupe Bureau Veritas

laboratoires.bureauveritas.fr

- ▶ 20 personnes CA 2016 : 2 200 k€

- ▶ Les savoir-faire
 - Expertises d'avarie, analyses de défaillance
 - **Validation** de procédés métallurgiques
 - **Caractérisation microstructurale** (MO et MEB),
 - Microanalyse X (EDS et WDS),
 - **Fractographie** (datation de fissures, éprouvettes d'essais mécaniques)
 - Essais mécaniques sur polymères et composites
 - Analyses physico-chimiques et caractérisation électrique des polymères et composites

- ▶ Principaux marchés
 - Aéronautique
 - Industrie
 - Transport (marine, ferroviaire, automobile)



Besoins de nos Clients

- ❑ Nos clients recherchent des partenaires de confiance
- ❑ Leurs propres systèmes qualité leur imposent de :
 - ❑ Vérifier nos compétences
 - ❑ Nous délivrer des agréments
 - ❑ Vérifier nos certifications (ISO.9001, 14001 ...)
 - ❑ Exiger des accréditations (NADCAP – COFRAC...)



Certification

ISO 9001:2008

- ▶ **ISO 9001 - 2008** : système de Management de la Qualité ISO 9001:2008 pour l'ensemble des activités Bureau Veritas dans le Monde (FS 34143)
- ▶ **ISO 14001** : système de Management Environnemental ISO 14001:2004 pour le site de Belfort (CEM21413 du 31/12/2011)

Accréditations Cofrac

- ▶ Accréditation **Cofrac selon NF EN ISO / CEI 17025**
 - Métallurgie
 - Plastiques et composites
 - Emissions des matériaux
 - Matériaux de construction
 - **Obtention de l' Accréditation COFRAC MEB Site de PESSAC en 2016**



N° 1-0036
N° 1-1990
N° 1-2055
N° 1-2421

Portées sur
www.cofrac.fr

Accréditations PRI Nadcap

Accréditation **PRI Nadcap MTL (Materials Testing Laboratory)**

Métallographie et microdureté



Materials Testing Laboratory



Quelle est la valeur d'une mesure dimensionnelle par MEB ?

Notre démarche pour l'évaluation
des incertitudes de mesure
dans le cadre du
COFRAC-MEB
(COmité FRançais d'ACcréditation)

Notre démarche :

- ❑ La démarche est globalement la même qu'en microscopie optique
 - ❑ Se documenter au travers des normes (merci à notre métrologue!)
 - ❑ Recenser les causes d'incertitudes
 - ❑ Les classer pour savoir comment les évaluer
 - ❑ Estimation de l'incertitude d'étalonnage
 - ❑ Estimation de l'incertitude de mesure
 - ❑ Mise en place d'une vérification annuelle

- ❑ **On peut maintenant prétendre maîtriser nos mesures**



- ▶ **NF EN ISO / CEI 17025 :**
Établie les exigences générales des laboratoires.

- ▶ **NF EN 13005 (annulée) :**
Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure (GUM : guide to the expression of uncertainty of measurement).

- ▶ **NF ISO/CEI GUIDE 98-3 :**
Incertitude de mesure - Partie 3 : guide pour l'expression de l'incertitude de mesure (GUM : 1995).

- ▶ **NF ISO 5725-2**
Application de la statistique - Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure
Partie 2 : méthode de base pour la détermination de la répétabilité et de la reproductibilité d'une méthode de mesure normalisée.

- ▶ **NF ISO 16700 :**
Microscope électronique à balayage - Lignes directrices pour l'étalonnage du grandissement d'image.

► Main d'œuvre :

- erreur de fidélité lors de la mise en place de la mire étalon ;
- erreur sur le positionnement du premier point qui permet d'effectuer la mesure ;
- erreur sur le positionnement du second point qui permet d'effectuer la mesure ;
- réglage de la netteté ;
- réglage de l'astigmatisme.

► Sources d'incertitudes dues à la mire étalon (Matériel):

- justesse de la mire étalon ;
- résolution de la mire étalon ;
- dérive dans le temps de la mire étalon ;
- incertitude liée au positionnement angulaire de la mire étalon.

► Sources d'incertitudes dues au microscope :

- résolution du MEB

➤ Les types d'incertitude

- ❑ Type A : Évaluation d'une composante de l'incertitude de mesure par une analyse statistique des valeurs mesurées obtenues dans des conditions définies de mesurage
 - Erreur de fidélité lors de la mise en place de la mire étalon
 - Erreur sur le positionnement du premier point qui permet d'effectuer la mesure
 - Erreur sur le positionnement du second point qui permet d'effectuer la mesure
 - Réglage de la netteté
 - Réglage de l'astigmatisme

- ❑ Type B : Évaluation d'une composante de l'incertitude de mesure par d'autres moyens qu'une évaluation de type A de l'incertitude
 - Justesse de la mire étalon
 - Résolution de la mire étalon
 - Résolution du MEB
 - Dérive dans le temps de la mire étalon
 - Incertitude liée au positionnement angulaire de la mire étalon
 - Incertitude liée au positionnement angulaire de la pièce à observer
 - Température étalonnage
 - Température mesure

Notre Estimation de l'incertitude d'étalonnage

$$u_c^2(L_{ref}) =$$

$$u_{L_{ref}}^2(fid)$$

$$+ u_{L_{ref}}^2(justmire)$$

$$+ u_{(L_{ref})}^2(R_{mire})$$

$$+ u_{(L_{ref})}^2(résolut^{\circ}MEB)$$

$$+ u_{(L_{ref})}^2(dérivemire)$$

$$+ u_{(L_{ref})}^2(position)$$

$$+ u_{(L_{ref})}^2(température)$$

A : incertitude de fidélité $= \frac{\text{écarttype}}{\sqrt{n}}$
 Évaluation par une série de mesures

B : incertitude de justesse de la mire étalon $= \frac{EMT}{\sqrt{3}}$
 Erreur maximale tolérée (EMT) : dépend du pas de la mire

B : incertitude de résolution de la mire étalon $= \frac{R}{2\sqrt{3}}$
 (résolution oculaire R = 0,2mm sur l'écran)

B : incertitude de résolution du MEB $= \frac{r}{2\sqrt{3}}$
 réso numé : r=2 pixels / Hypothèse d'une loi uniforme entre -r/2 et + r/2

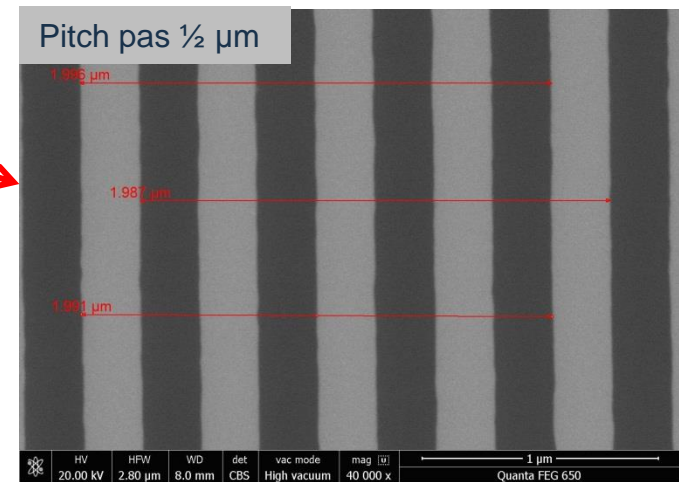
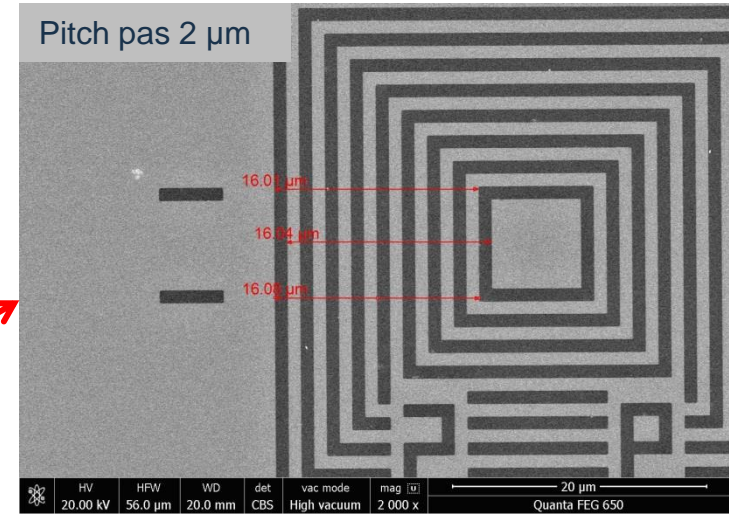
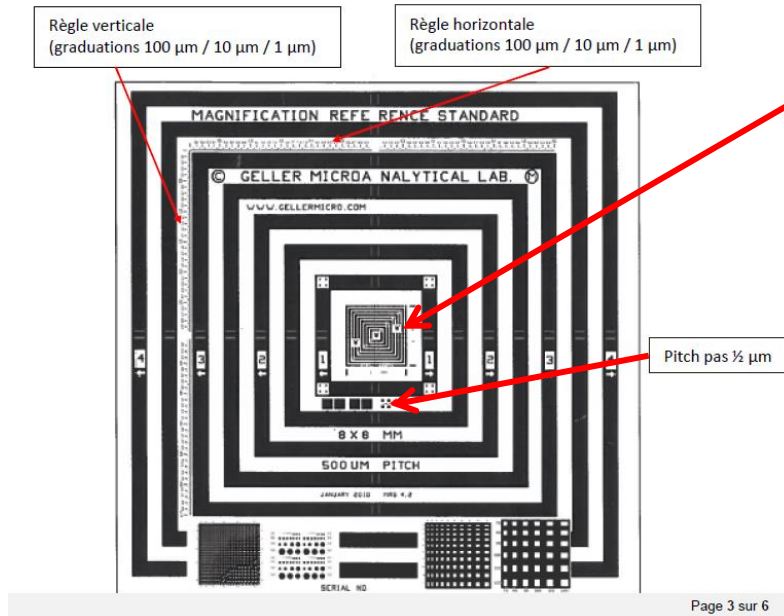
B : incertitude liée à la dérive des graduations de la mire étalon dans le temps
 NF ISO 16700 : ± 3% (soit 0,06µm pour 1µm)

B : incertitude liée au positionnement angulaire de la mire étalon $= \frac{3.81 \times 10^{-3} \times L_{ref}}{2\sqrt{3}}$
 Angle entre l'horizontal et la mire : 5°

B : incertitude due aux variations de température

Estimation de l'incertitude d'étalonnage

La vérification du MEB se fait grâce à la mire MRS4-XYZ n° R25-155 de GELLER raccordée au NIST, et qui répond à la norme 16700.



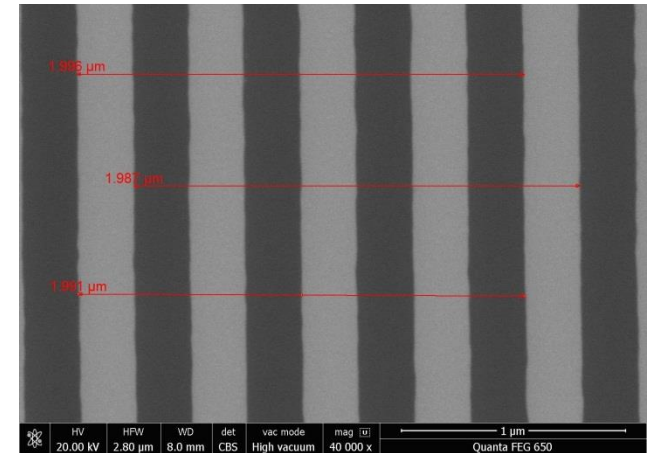
Incertitude de fidélité

Mise en évidence de la fidélité de l'étalon de travail sur n mesures.

Caractérisation de la dispersion de la mesure :

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}$$

incertitude-type : $u_{Lref(fidélité)} = \frac{S}{\sqrt{n}}$



Incertitude de justesse de la mire étalon

Incertitude due à l'erreur de justesse maximale tolérée de la mire étalon (exploitation du certificat)

Hypothèse d'une loi uniforme :

$$u_{(Lref)(justesse)} = \frac{EMT}{\sqrt{3}}$$

Estimation de l'incertitude d'étalonnage

Incertitude de résolution de la mire étalon

Incertitude due à l'erreur de justesse maximale tolérée de la mire étalon. Il est considéré une résolution oculaire de 0,2mm sur l'écran.

La résolution correspondante dépend du grandissement utilisé pour les clichés MEB.

$$u(L_{\text{ref}})_{(\text{résolution})} = \frac{r}{2\sqrt{3}}$$

Incertitude de résolution numérique du MEB

La résolution du MEB est limitée par la résolution numérique du cliché.

Elle est de : $r = 2$ pixels

Hypothèse d'une loi uniforme entre $-r/2$ et $+r/2$

$$u(L_{\text{ref}})_{(\text{résolution})} = \frac{r}{2\sqrt{3}}$$

Estimation de l'incertitude d'étalonnage

Incertitude liée à la dérive des graduations de la mire étalon dans le temps

Incertitude représentative des modifications dimensionnelles de la mire dans le temps selon norme NF ISO 16700 : $\pm 3\%$ (soit $0,06\mu\text{m}$ pour $1\mu\text{m}$)

Hypothèse d'une distribution normale :

$$U_{(L_{\text{ref}})}(\text{dérive mire}) = \frac{\text{dérive}}{2\sqrt{3}}$$

Incertitude due aux variations de température lors de l'étalonnage

La température ambiante de la salle de microscopie est comprise entre 18 et 28°C . Par conséquent, l'écart maximal entre la température de travail et la température de référence se définit par :

$$\Delta T = 10^\circ\text{C}$$

La longueur effective de la mesure à lire varie alors de : $u_{(L_{\text{lue}})}(\text{température}) = \frac{\alpha * L_{\text{lue}} * \Delta T}{\sqrt{3}}$

La mire étalon est composée de quartz et de chrome

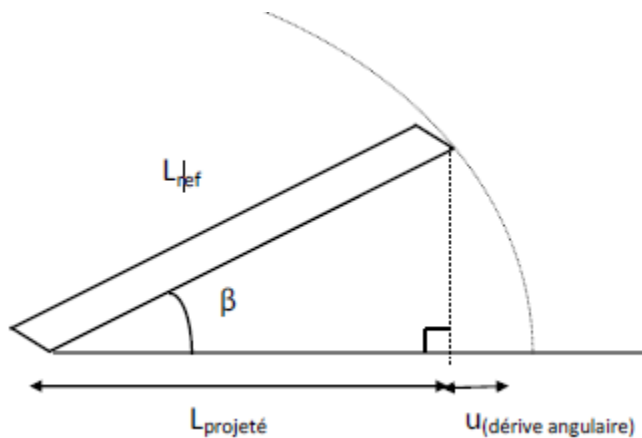
α quartz est le coefficient de dilatation du quartz

α chrome est le coefficient de dilatation de la chrome

Etant donné que $\alpha_{\text{quartz}} \ll \alpha_{\text{chrome}}$, nous considérons uniquement la dilatation due au chrome.

incertitude liée au positionnement angulaire de la mire étalon

Incertaince engendrée par la non perpendicularité de la mire avec l'axe optique. Sa détermination impose de rechercher la projection géométrique des graduations sur le plan perpendiculaire à l'axe optique, à savoir : $L_{\text{projeté}}$.



$$\begin{aligned}L_{\text{projeté}} &= L_{\text{ref}} * \cos \beta \\ &= L_{\text{ref}} - u_{(L_{\text{ref}})(\text{dériveangulaire})}\end{aligned}$$

$$L_{\text{ref}} - u_{(L_{\text{ref}})(\text{dériveangulaire})} = L_{\text{ref}} * \cos \beta$$

$$u_{(L_{\text{ref}})(\text{dériveangulaire})} = L_{\text{ref}} - L_{\text{ref}} * \cos \beta$$

$$u_{(L_{\text{ref}})(\text{dériveangulaire})} = L_{\text{ref}} (1 - \cos \beta)$$

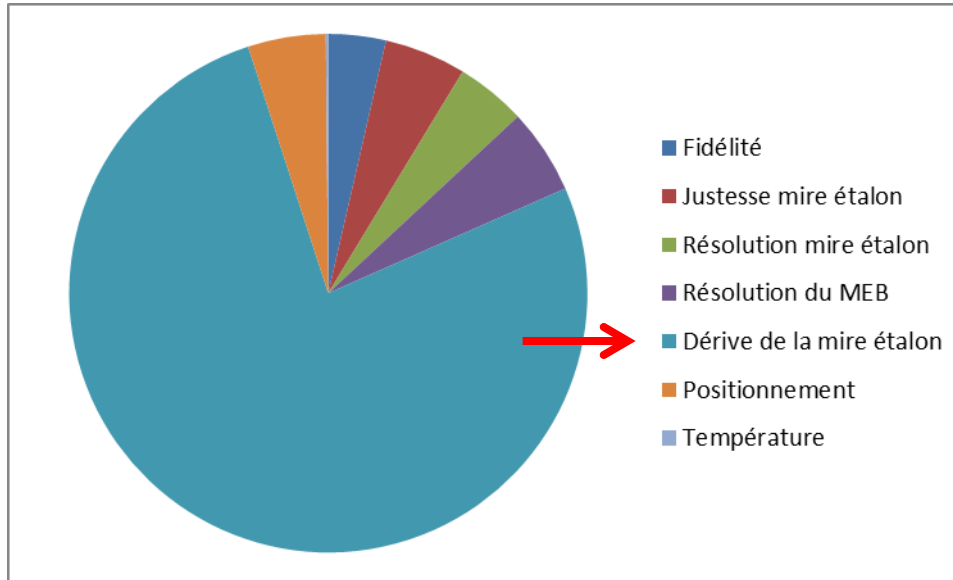
Pratiquement, la déviation angulaire susceptible d'être engendrée sur le microscope ne peut excéder 5 degrés sans être détectée (et par conséquent compensée).

Hypothèse d'une loi uniforme :

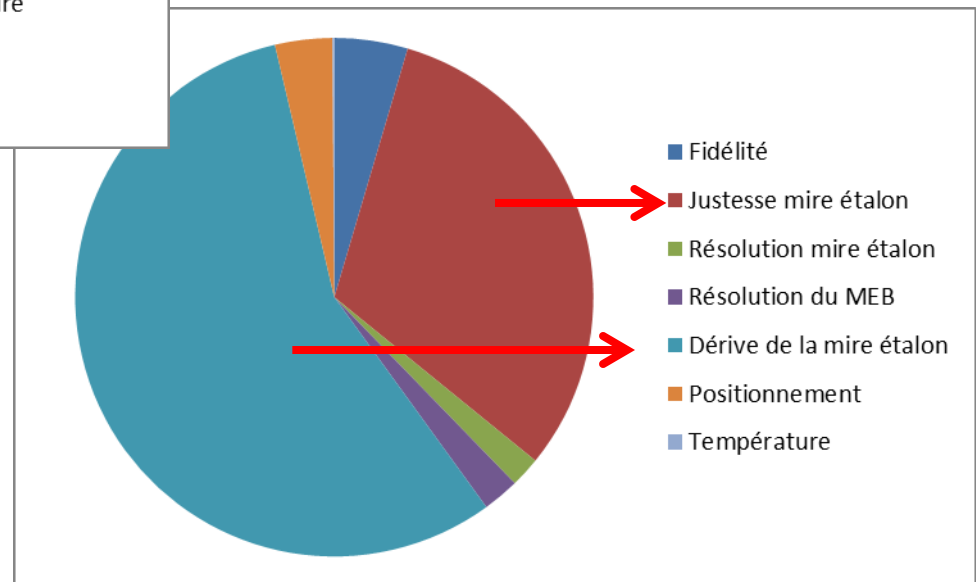
$$u_{(L_{\text{ref}})(\text{dériveangulaire})} = \frac{3,81 \cdot 10^{-3} * L_{\text{ref}}}{2\sqrt{3}}$$

Comportement des incertitudes : étalonnage

Mire 50 μ m : X100



Mire 0,5 μ m : X40 000



$$u_c^2(Llue) =$$

$$u^2(\textit{température})$$

B : incertitude due aux variations de température

$$+ u^2(\textit{positionnement})$$

B : incertitude liée au positionnement angulaire de l'échantillon

$$+ u^2(\textit{résolutionMEB})$$

B : incertitude de résolution numérique du MEB

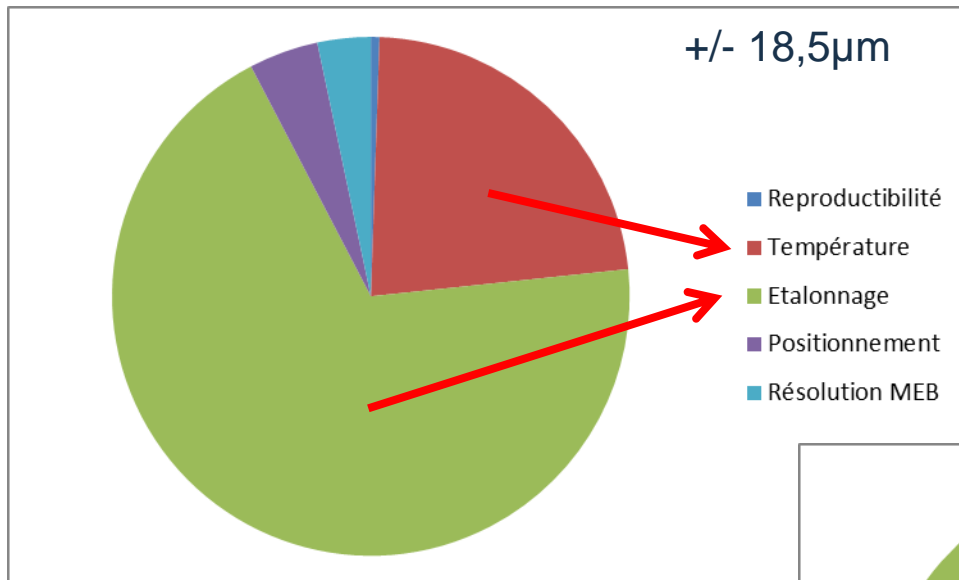
$$+ u^2(\textit{reproductibilité})$$

A : incertitude de reproductibilité

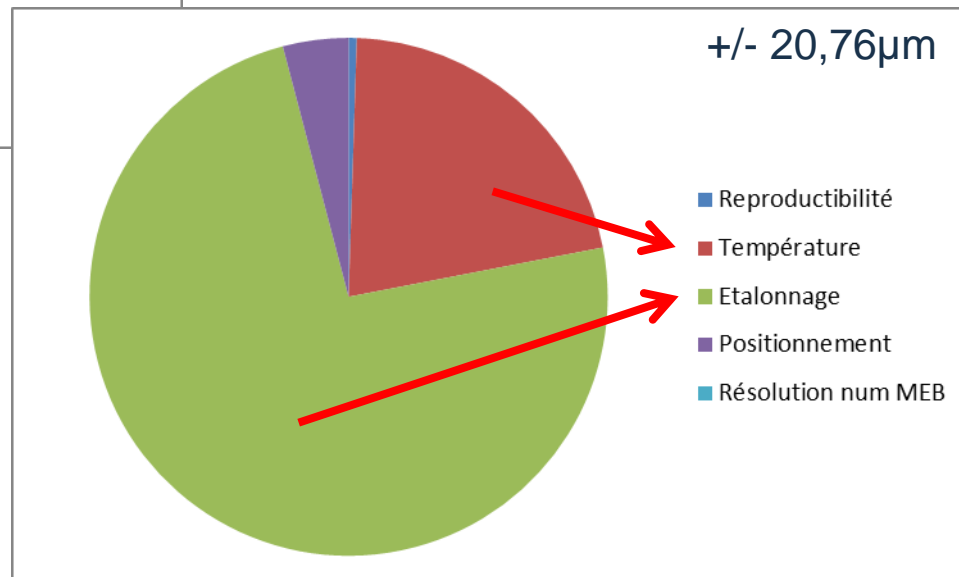
Évaluation par plusieurs séries de mesures par plusieurs opérateurs

Comportement des incertitudes : Objet mesuré = 500 μm

X100 :

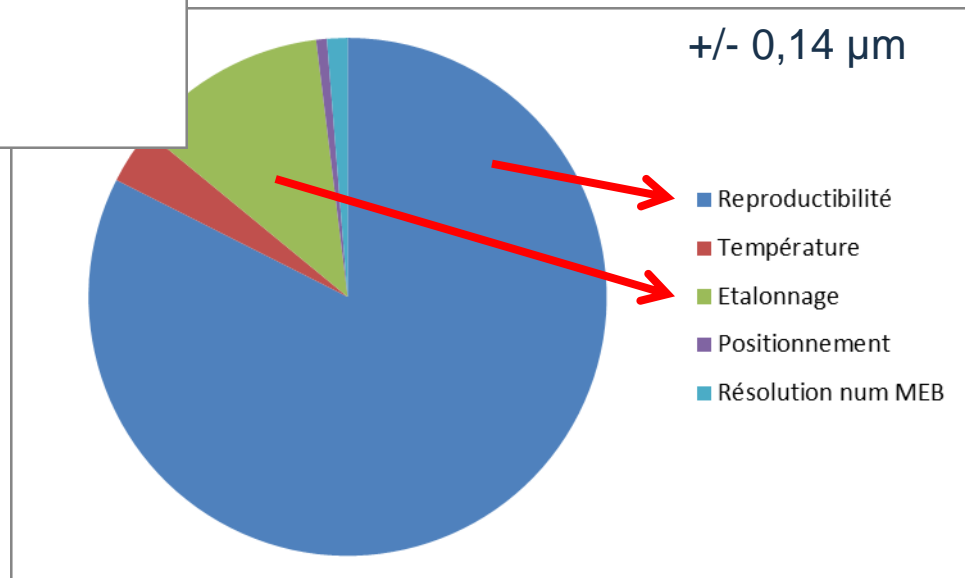
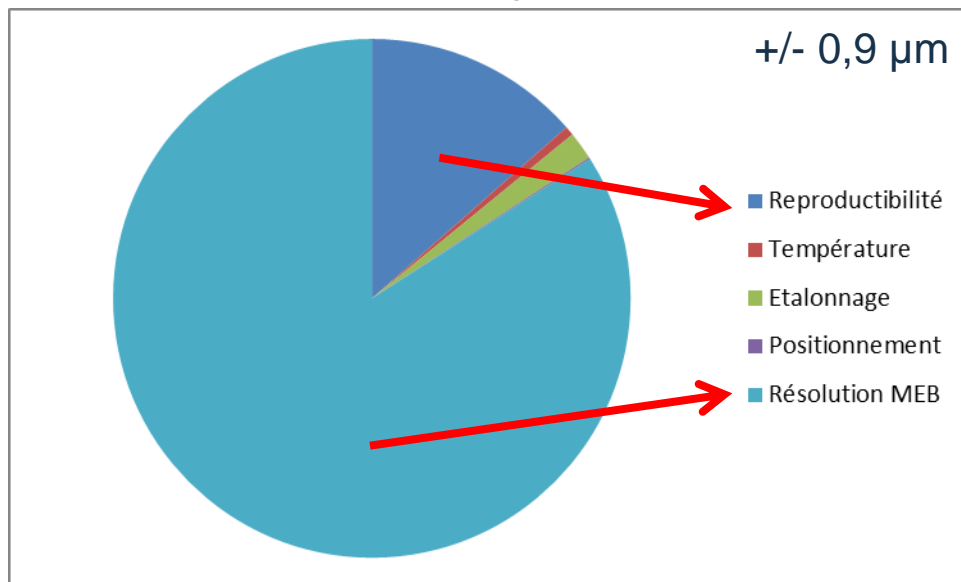


X40 000 (même si c'est impossible)



Comportement des incertitudes : Objet mesuré = 0,5µm

X100 : même si c'est pas judicieux



L'incertitude donnée est celle du marqueur ou de la barre d'échelle
les bords de l'échantillon sont-ils bien définis?
l'échantillon se prête-t-il à l'imagerie électronique ?

L'estimation des incertitudes est une étape nécessaire mais pas suffisante pour le
COFRAC :

- Système qualité

....

Merci de votre attention



Move Forward with Confidence