

# ISO 11938:2012

MARS 2012

[www.afnor.org](http://www.afnor.org)



**DOCUMENT PROTÉGÉ  
PAR LE DROIT D'AUTEUR**

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans accord formel.

Contacteur :  
AFNOR – Norm'Info  
11, rue Francis de Pressensé  
93571 La Plaine Saint-Denis Cedex  
Tél : 01 41 62 76 44  
Fax : 01 49 17 92 02  
E-mail : [norminfo@afnor.org](mailto:norminfo@afnor.org)

**afnor**

Ce document est à usage exclusif et non collectif des clients AFNOR.  
Toute mise en réseau, reproduction et rediffusion, sous quelque forme que ce soit, même partielle, sont strictement interdites.

This document is intended for the exclusive and non collective use of AFNOR customers.  
All network exploitation, reproduction and re-dissemination, even partial, whatever the form (hardcopy or other media), is strictly prohibited.

AFNOR

Pour : GN-MEBA

Client : 23432617

le : 27/02/2018 à 09:57

Diffusé avec l'autorisation de l'éditeur.

Distributed under licence of the publisher.

# NORME INTERNATIONALE

# ISO 11938

Première édition  
2012-03-01

---

---

## **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**

*Microbeam analysis — Electron probe microanalysis — Methods for  
elemental-mapping analysis using wavelength-dispersive spectroscopy*



Numéro de référence  
ISO 11938:2012(F)

© ISO 2012

## Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
Introduction .....	v
1 <b>Domaine d'application</b> .....	1
2 <b>Références normatives</b> .....	1
3 <b>Termes et définitions</b> .....	1
4 <b>Mode opératoire de l'analyse par cartographie</b> .....	2
4.1 <b>Généralités</b> .....	2
4.2 <b>Préparation de l'échantillon</b> .....	2
4.3 <b>Mode opératoire de mesure</b> .....	3
5 <b>Méthodes d'affichage des cartographies élémentaires</b> .....	6
5.1 <b>Généralités</b> .....	6
5.2 <b>Méthode de l'intensité brute des rayons X</b> .....	6
5.3 <b>Méthode du <math>k</math>-ratio</b> .....	6
5.4 <b>Méthode de la courbe d'étalonnage</b> .....	7
5.5 <b>Méthode de corrélation</b> .....	7
5.6 <b>Méthode de correction des effets de matrice</b> .....	7
6 <b>Évaluation de l'incertitude</b> .....	7
7 <b>Rapport</b> .....	8
Annexe A (normative) <b>Comparaison des effets d'absorption pour un élément léger</b> .....	9
Bibliographie.....	10

## Introduction

L'analyse par microsonde électronique (microsonde de Castaing) (EPMA) a été développée au cours des 50 dernières années<sup>[1][2][3][4]</sup> et présente de nombreux champs d'application en science et dans l'industrie. L'analyse qualitative et l'analyse quantitative précise sont toutes deux couramment utilisées en minéralogie et dans les études métallurgiques, par exemple. Ces dernières années, avec les avancées dans le domaine des ordinateurs, des techniques de traitement numérique de l'image ont été développées et contrairement à la technique d'imagerie X par points utilisée pour observer qualitativement la distribution des éléments, des techniques de cartographie numérique couleur<sup>[5]</sup> sont maintenant souvent utilisées. Celles-ci permettent de comparer des produits et de les évaluer de façon à en maîtriser la qualité. L'analyse des particules et/ou l'analyse des phases utilisant la cartographie nécessitent un choix rigoureux des paramètres expérimentaux et il est essentiel qu'une norme traitant de ce sujet soit adoptée afin d'obtenir des résultats compatibles et fiables.

# 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

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale décrit des modes opératoires pour l'analyse par cartographie élémentaire utilisant une microsonde électronique avec spectrométrie à dispersion de longueur d'onde. Le choix entre la cartographie par déplacement numérique du faisceau d'électrons dans l'échantillon (cartographie par balayage du faisceau d'électrons) et la cartographie impliquant uniquement le mouvement de la platine (cartographie sur zone large) est évalué. La présente Norme internationale décrit cinq types de traitement des données: la méthode de l'intensité brute des rayons X, la méthode du  $k$ -ratio, la méthode de la courbe d'étalonnage, la méthode de corrélation et la méthode de correction des effets de matrice.

## 2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 5725-6, *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure — Partie 6: Utilisation dans la pratique des valeurs d'exactitude*

ISO 14594, *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*

ISO 16592:2006, *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/CEI 17025:2005, *Exigences générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais*

ISO 17470, *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, *Analyse par microfaisceaux — Analyse par microsonde de Castaing — Analyse quantitative ponctuelle d'échantillons massifs par spectrométrie X à dispersion de longueur d'onde*

ISO 23833, *Analyse par microfaisceaux — Analyse par microsonde électronique (microsonde de Castaing) — Vocabulaire*

## 3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'ISO 23833 ainsi que les suivants s'appliquent.

## ISO 11938:2012(F)

### 3.1

#### zone cartographiée

trame orthogonale de pixels espacés de manière régulière dans les directions X et Y, définissant la zone de cartographie de l'échantillon

NOTE Chaque pixel est analysé pendant la même période de temps et l'intégrité des données de chaque pixel est maintenue dans les données stockées de sorte que l'affichage graphique des données montre la distribution de chacun des éléments analysés.

### 3.2

#### balayage du faisceau

mouvement contrôlé du faisceau d'électrons à la surface de l'échantillon, avec synchronisation sur l'écran d'affichage

### 3.3

#### cartographie en pseudo couleur

#### cartographie en fausse couleur

#### cartographie en niveaux de gris

affichage de la concentration des éléments en utilisant différents niveaux de gris ou différentes couleurs, chaque niveau de gris ou valeur de couleur représentant l'amplitude de l'intensité de l'élément mesurée à la position de ce pixel

### 3.4

#### pixel

point de données unique sur une cartographie

### 3.5

#### cartographie par déplacement de la platine

production d'une cartographie X en déplaçant mécaniquement la platine sous un faisceau d'électrons fixe selon un modèle de trame orthogonale prédéfini

## 4 Mode opératoire de l'analyse par cartographie

### 4.1 Généralités

Il convient de sélectionner les paramètres expérimentaux à utiliser durant l'analyse à l'aide des lignes directrices détaillées dans l'ISO 14594.

Pour réaliser une analyse par cartographie, l'instrument d'analyse doit être suffisamment stable pour que l'on puisse raisonnablement supposer que toute variation due à la dérive de l'instrument au cours de la période totale de cartographie est nettement inférieure à la variation due aux écarts des intensités des éléments mesurés. La stabilité de l'instrument est définie à partir d'un test de performance de l'instrument. Il convient de mesurer la stabilité au cours d'une période de temps similaire à celle utilisée pour l'analyse par cartographie.

NOTE 1 Une plaquette de Si est suffisamment homogène et adaptée pour vérifier la stabilité.

NOTE 2 La mesure du fond continu peut être effectuée de deux façons. La première méthode consiste à mesurer à la fois les intensités des pics et l'intensité du fond continu pixel par pixel. Cette méthode minimise les effets de dérive de la platine et/ou de l'énergie du faisceau, mais nécessite que le spectromètre passe de la position des pics à celle du fond continu à chaque pixel, augmentant significativement la durée de l'analyse et introduisant une dérive potentielle dans le positionnement du spectromètre. La seconde méthode consiste à faire l'acquisition d'une cartographie complète des pics et d'une cartographie complète du fond continu. Cette méthode réduit significativement la durée totale de l'analyse et élimine le risque de dérive du spectromètre, mais est plus sujette à une dérive de la platine et/ou de l'énergie du faisceau.

### 4.2 Préparation de l'échantillon

L'échantillon doit être préparé de manière à réduire le plus possible les effets des artefacts et des erreurs sur l'analyse par cartographie, sans toutefois nuire à l'intégrité de l'échantillon (voir l'ISO 22489).

Les échantillons (échantillon de référence et échantillon inconnu) doivent être propres et exempts de poussière.

L'échantillon doit être aussi plat que possible. Si nécessaire, l'échantillon doit être inclus dans un enrobage et poli métallographiquement.

L'échantillon doit avoir une bonne conductivité électrique. L'effet de charge sous irradiation du faisceau d'électrons peut être évité en métallisant l'échantillon par une couche conductrice de matériau approprié. La métallisation doit être aussi mince que possible tout en fournissant une dissipation de charge suffisante. Un chemin conducteur doit être établi entre la surface de l'échantillon et le porte-échantillon métallique. Un revêtement de carbone est généralement utilisé, mais dans des cas particuliers, il convient de considérer d'autres matériaux (Au, Al, etc.). Du carbone avec une épaisseur d'environ 10 nm à 20 nm est généralement suffisant pour établir une bonne conduction. Il est recommandé de procéder à la métallisation du matériau de référence et de l'échantillon inconnu en utilisant le même élément et la même épaisseur.

### 4.3 Mode opératoire de mesure

#### 4.3.1 Généralités

L'analyse par cartographie doit être réalisée comme suit.

- a) Choisir l'emplacement et la taille de la zone cartographiée requise sur l'échantillon.
- b) Choisir le nombre de pixels pour obtenir la résolution spatiale voulue, et la méthode d'acquisition (cartographie par déplacement de la platine ou par balayage du faisceau).
- c) Choisir et appliquer les conditions relatives à l'élément et à l'instrument.
- d) Recueillir à chaque pixel, les signaux des rayons X des pics caractéristiques et du fond continu et de tout électron requis (par exemple électrons rétrodiffusés, électrons secondaires, courant absorbé) et stocker toutes les données point par point dans la mémoire de l'ordinateur<sup>[1]</sup>.
- e) Appliquer la méthode de correction choisie aux données des rayons X (voir l'Article 5).
- f) Les données peuvent ensuite être affichées sous forme de cartographies en pseudo couleur, comme illustré à la Figure 1.
- g) Le mode opératoire de cartographie est résumé à la Figure 2.

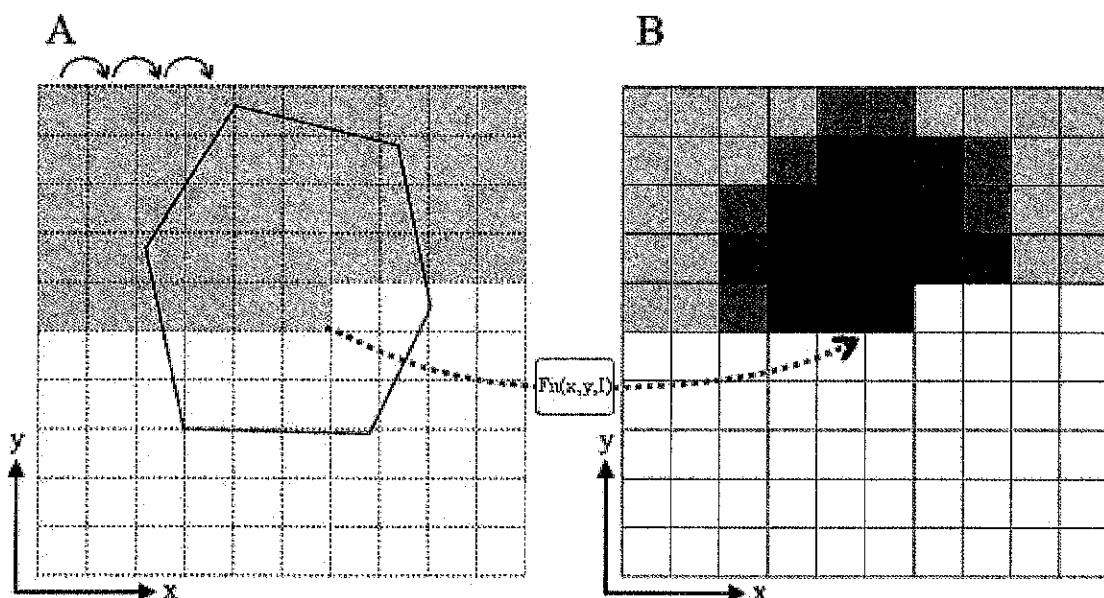
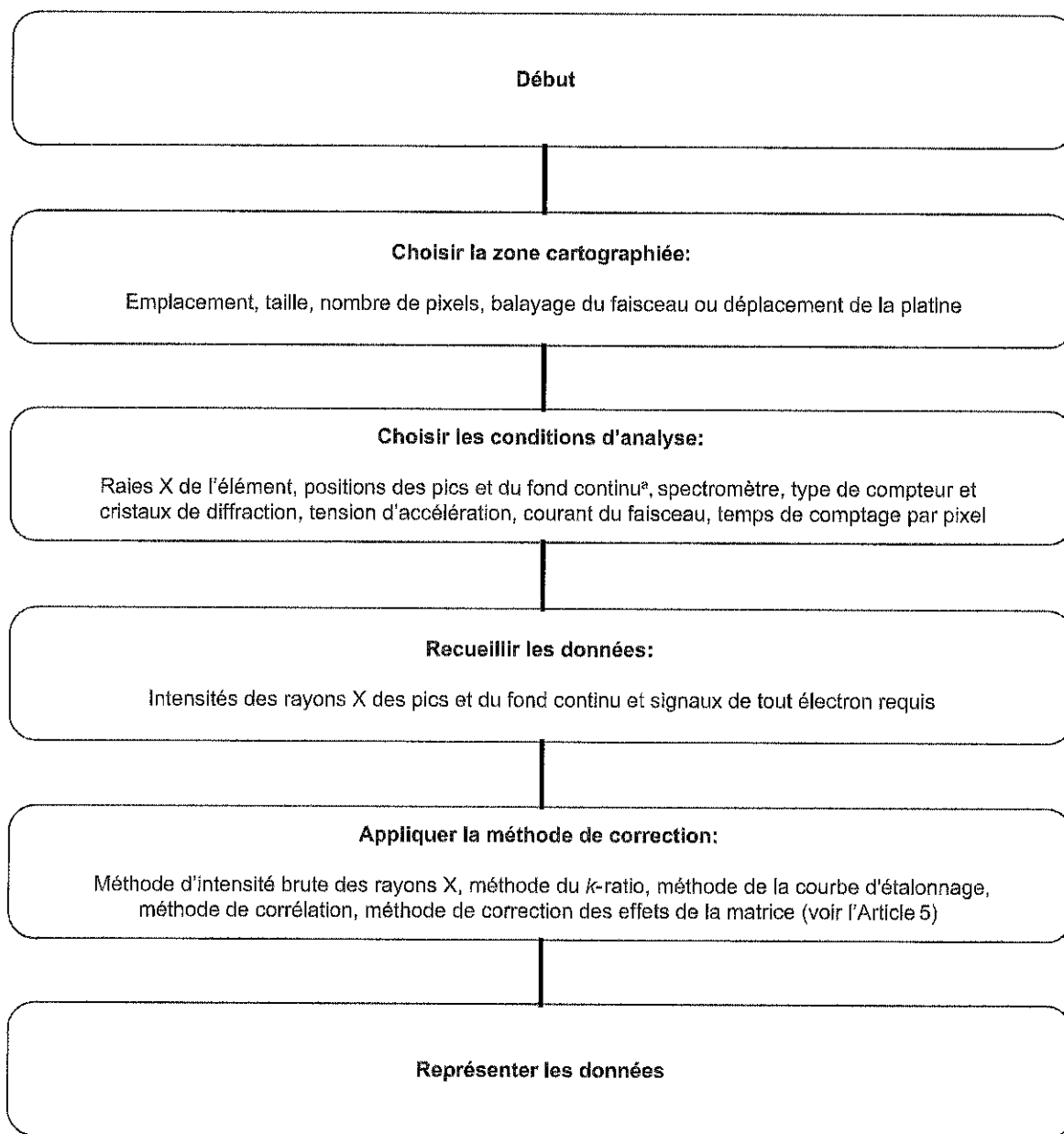


Figure 1 — Procédure de conversion des données de cartographie en cartographies en pseudo couleur

## ISO 11938:2012(F)

La zone cartographiée et la résolution sont choisies sur l'échantillon (grille A) et l'acquisition de la cartographie est faite par déplacement du faisceau d'électrons ou déplacement de la platine pixel par pixel (flèches au-dessus de la grille A). À chaque position de pixel,  $x,y$ , l'intensité mesurée des rayons X,  $I$ , est convertie par le biais de la méthode de correction choisie,  $F_n(x,y,I)$ , en un faux niveau de couleur à la position de corrélation des pixels dans la cartographie résultante (grille B).



<sup>a</sup> Afin d'éviter tout problème de recouvrement de pics, une analyse qualitative est recommandée (voir l'ISO 17470).

Figure 2 — Organigramme du mode opératoire de mesure de la cartographie

### 4.3.2 Conditions relatives à la sonde

La tension d'accélération doit être choisie afin d'exciter efficacement tous les éléments situés dans la zone cartographiée. Pour une meilleure résolution, le diamètre du volume d'excitation dans l'échantillon ne doit pas être supérieur à l'espacement des pixels.

Le courant de sonde et le temps de comptage par pixel doivent être suffisants pour fournir une intensité des pics X statistiquement significative supérieure à celle du fond continu pour tous les éléments mesurés dans l'échantillon. Tenir compte du fait que les éléments légers et/ou les éléments trace peuvent requérir des taux de comptage plus élevés ou des temps de comptage plus longs. Le choix du courant du faisceau et/ou du temps de comptage par pixel peut également être limité en cas d'utilisation de matériaux sensibles au faisceau, ou du fait de la saturation des détecteurs de rayons X lorsque ces derniers mesurent des éléments présents dans l'échantillon à de fortes concentrations.

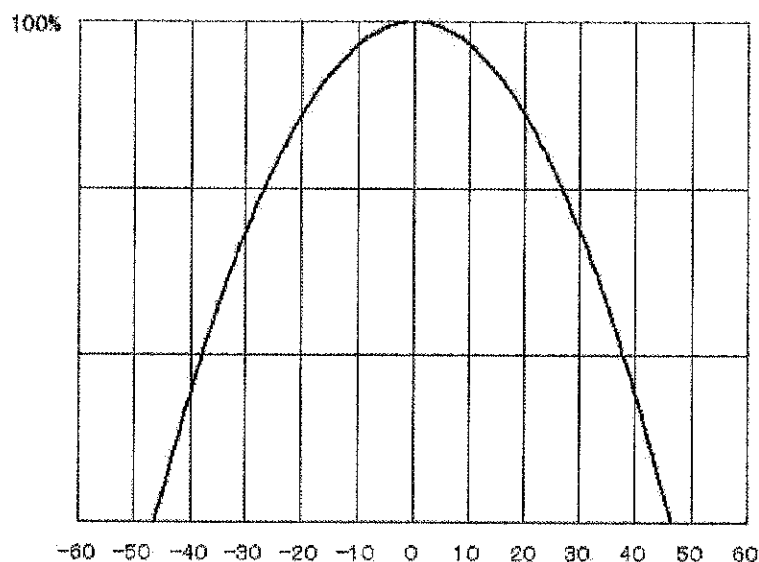
#### 4.3.3 Conditions relative à la platine

Pour satisfaire à la loi de la diffraction de Bragg pour la détection des rayons X caractéristiques, la relation géométrique entre la source de rayons X, le cristal analyseur et le détecteur de rayons X doit être fixe. Par conséquent, la distance de travail (ou la focalisation optique) doit être maintenue constante.

Pour la cartographie par déplacement de la platine, la surface de l'échantillon doit être la plus plane possible, conformément à l'ISO 22489 et l'échantillon doit être installé horizontalement dans la chambre afin de toujours maintenir la surface dans la focalisation optique. Lorsque la zone balayée est grande, il peut être difficile de maintenir la focalisation optique sur l'échantillon. Avec un logiciel d'automatisation, les positions Z qui correspondent à la distance de travail peuvent être déterminées en fonction des emplacements X et Y. Cela assure le maintien de la focalisation optique sur toute la cartographie.

#### 4.3.4 Choix de la méthode de balayage

Étant donné que l'émission optimale de rayons X dépend de la relation géométrique entre l'échantillon, le cristal analyseur et le détecteur, une défocalisation se produit en cas de cartographie par balayage par faisceau d'électrons lorsque la zone cartographiée s'étend au-delà de la zone de focalisation optimale (voir la Figure 3). La cartographie par balayage du faisceau ne doit être choisie que si la perte de signal due à la défocalisation du spectromètre sur la totalité de la zone cartographiée est négligeable. Dans le cas contraire, la cartographie par déplacement de la platine doit être utilisée.



#### Légende

axe X distance, en micromètres, par rapport à la focalisation dans la direction de balayage du faisceau  
axe Y intensité des rayons X

Figure 3 — Exemple de diminution d'intensité des rayons X lors du balayage du faisceau pour la raie K $\alpha$  du fer (LiF)

## ISO 11938:2012(F)

En cas de cartographie par balayage du faisceau, dans les conditions d'analyse choisies, l'écart maximal de l'intensité détectée dû au déplacement du faisceau entre le centre de la cartographie et les bords doit être déterminé. Cette détermination peut être faite, par exemple, en effectuant des cartographies d'essai soit sur des zones de l'échantillon connues pour être homogènes, soit sur des matériaux de référence. Il convient de noter que le degré de défocalisation est également fonction de l'orientation du spectromètre par rapport à la zone cartographiée, et de l'angle de diffraction,  $\theta$ , du cristal diffractant. Il convient donc au minimum de déterminer le degré de défocalisation pour la configuration élément-spectromètre-cristal de diffraction avec le taux de réduction de l'intensité le plus élevé dû au déplacement du faisceau. Il convient idéalement d'effectuer cette détermination pour tous les éléments analysés. Si l'écart maximal des intensités de rayons X dû à la défocalisation est trop élevé pour être acceptable pour les exigences de l'analyse, il convient d'utiliser la méthode de cartographie par déplacement de la platine.

### 4.3.5 Taille de sonde et nombre de pixels

En réponse à l'objectif, la taille de sonde doit être choisie pour être comparable à la taille de pixel.

## 5 Méthodes d'affichage des cartographies élémentaires

### 5.1 Généralités

Les cartographies élémentaires peuvent être affichées en utilisant la méthode de l'intensité brute des rayons X, la méthode du  $k$ -ratio, la méthode de la courbe d'étalonnage, la méthode de corrélation ou la méthode de correction des effets de matrice.

### 5.2 Méthode de l'intensité brute des rayons X

Dans la méthode de l'intensité brute, les données de l'intensité des rayons X de l'élément mesuré non corrigée pour tous les pixels sont représentées directement sur la cartographie.

Les principaux avantages de cette méthode sont sa rapidité et la simplicité de l'acquisition étant donné qu'il n'y a pas de calculs à effectuer pour la quantification. La durée de l'analyse peut être encore réduite en ne mesurant que certains éléments choisis plutôt que tous les éléments présents dans l'échantillon. En outre, les statistiques de comptage, même si elles sont mauvaises, peuvent produire une distribution des éléments visibles.

Seuls les éléments choisis sont mesurés plutôt que tous les éléments présents dans l'échantillon. Cette méthode peut servir de première étape d'analyse pour donner une indication sur ce qui pourrait nécessiter une analyse plus détaillée, par exemple pour indiquer qualitativement le degré d'hétérogénéité ou le nombre de phases présentes dans l'échantillon.

Les limitations de cette méthode sont le fait que, étant donné qu'aucune correction des effets de matrice n'est réalisée, les valeurs du fond continu et les effets de l'absorption, de la fluorescence et du numéro atomique peuvent produire des variations apparentes sur les cartographies élémentaires qui ne reflètent pas les variations réelles des éléments. Un exemple est fourni à l'Annexe A. Il est possible de réaliser une correction partielle en faisant l'acquisition des cartographies du fond continu des éléments et en les soustrayant des cartographies du pic des éléments correspondants, mais cela ne compense pas les effets d'absorption ou de fluorescence.

NOTE Il n'est pas nécessaire de soustraire l'intensité du fond continu.

### 5.3 Méthode du $k$ -ratio

Lors de l'utilisation de la méthode du  $k$ -ratio, l'intensité brute des rayons X mesurée à chaque pixel est divisée par la valeur de l'intensité enregistrée pour un matériau de référence. Après avoir ajusté la concentration de l'élément dans le matériau de référence, les valeurs résultantes sont affichées sous forme de cartographie élémentaire. Si possible, une correction du fond continu doit être appliquée aux valeurs d'intensité des rayons X pour l'échantillon et le matériau de référence.

## ISO 11938:2012(F)

Comme pour la méthode de l'intensité brute, il s'agit d'une méthode d'analyse rapide et simple et elle n'implique pas de mesurer tous les éléments dans l'échantillon. Elle peut être employée comme première étape d'analyse qualitative ou pour les échantillons sensibles au faisceau lorsqu'il n'est possible d'effectuer que des balayages uniques.

Les limitations sont également similaires à celles de la méthode de l'intensité brute étant donné que seule une correction grossière est effectuée. Les effets de l'absorption, de la fluorescence et du numéro atomique ne sont pas corrigés, cette méthode peut donc conduire à des interprétations erronées des distributions élémentaires.

### 5.4 Méthode de la courbe d'étalonnage

Dans la méthode de la courbe d'étalonnage, une série de matériaux de référence ayant la même matrice que l'échantillon et englobant la plage des compositions présentes dans l'échantillon est utilisée pour produire une courbe de correction. Cette courbe sert à convertir les intensités brutes mesurées en rapports quantitatifs sur la cartographie tracée.

Les principaux avantages de cette méthode sont sa rapidité et sa simplicité étant donné qu'il n'y a pas de calculs à effectuer pour la quantification du fait qu'aucune correction de fond continu ou de matrice n'est nécessaire car ceux-ci sont compensés automatiquement par les matériaux de référence. La durée de l'analyse peut être encore réduite en ne mesurant que certains éléments choisis plutôt que tous les éléments présents dans l'échantillon. En outre, les statistiques de comptage, même si elles sont mauvaises, peuvent produire une distribution des éléments visibles. Les principales limitations sont que cette méthode est généralement restreinte à l'étude de systèmes binaires et tertiaires, et nécessite une gamme de matériaux de référence appropriés, tel que le montre l'ISO 16592.

### 5.5 Méthode de corrélation

Les méthodes de corrélation, comme par exemple la méthode Bence-Albee, utilisent une corrélation prédéfinie ou des facteurs («alpha») pour convertir les intensités brutes mesurées en valeurs quantitatives<sup>[6]</sup>. Elles sont plus couramment employées pour l'analyse des échantillons minéralogiques, notamment les oxydes et les silicates.

Cette méthode est plus précise que la méthode du *k*-ratio pour des temps de calcul similaires. Elle peut produire des résultats précis avec des systèmes pour lesquels les facteurs alpha ont été déterminés. Cependant, elle est généralement limitée à l'étude de systèmes binaires ou ternaires, et elle implique d'utiliser des facteurs alpha qui sont caractérisés uniquement pour un nombre limité de systèmes et de conditions expérimentales.

### 5.6 Méthode de correction des effets de matrice

Pour la méthode de correction des effets de matrice, une correction quantitative complète est réalisée à chaque pixel, selon des modes opératoires ZAF (correction des effets du numéro atomique, de l'absorption, de la fluorescence) ou phi-rho-Z. La quantification de chaque pixel de la cartographie doit être effectuée conformément à l'ISO 22489.

Comme il s'agit d'une méthode de correction complète, cette méthode offre l'avantage de pouvoir être appliquée potentiellement à n'importe quel échantillon et de corriger entièrement tous les effets de matrice.

Le principal inconvénient de cette méthode est le temps requis pour effectuer l'analyse, étant donné que tous les éléments présents et leurs fonds doivent être mesurés et que la correction des effets de matrice est à réaliser à chaque pixel. Pour les échantillons comportant des éléments trace, de longs temps de comptage peuvent être nécessaires pour produire des statistiques d'analyse suffisamment bonnes.

## 6 Évaluation de l'incertitude

La validation de la méthode est effectuée avant que toutes les analyses soient faites. Cela peut être réalisé en utilisant des matériaux de référence certifiés. L'analyste doit établir la répétabilité, la reproductibilité et l'incertitude de mesure pour les échantillons type analysés dans le laboratoire. Il convient également que l'analyste valide la méthode pour s'assurer qu'elle est adaptée (voir l'ISO 5725-6).

Les facteurs qui contribuent à l'incertitude de mesure doivent être identifiés. Les facteurs typiques sont ceux associés à l'instrument, aux changements de conditions ambiantes, au procédé analytique, à l'échantillon et

## ISO 11938:2012(F)

à l'opérateur. De grandes différences dans la composition chimique de l'échantillon sur de petites surfaces peuvent aussi être une source importante d'incertitude de mesure. La répétabilité de la mesure doit être obtenue à partir de lectures répétées obtenues par le même opérateur à l'aide du même instrument fonctionnant dans les mêmes conditions et examinant la même surface de l'échantillon pendant une période de temps relativement courte.

La reproductibilité de la mesure doit être obtenue en réalisant les essais de répétabilité à différents intervalles. Cela peut impliquer différents opérateurs et différentes surfaces de l'échantillon. La participation aux essais d'aptitude ou les analyses comparatives interlaboratoires de l'échantillon fournissent une mesure utile de la reproductibilité entre les laboratoires.

Une mesure de l'exactitude du résultat peut être obtenue à partir de l'analyse des matériaux de référence certifiés en utilisant des conditions de fonctionnement identiques. Cette approche permet également d'établir la traçabilité des résultats à des normes reconnues et d'identifier l'existence d'erreurs systématiques.

Une alternative est que le laboratoire établisse la précision en utilisant des résultats obtenus par une méthode ou des méthodes analytiques établies. L'incertitude des valeurs calculées à partir de la courbe d'étalonnage doit être estimée en utilisant la méthode donnée dans l'Annexe A de l'ISO 16592:2006.

## 7 Rapport

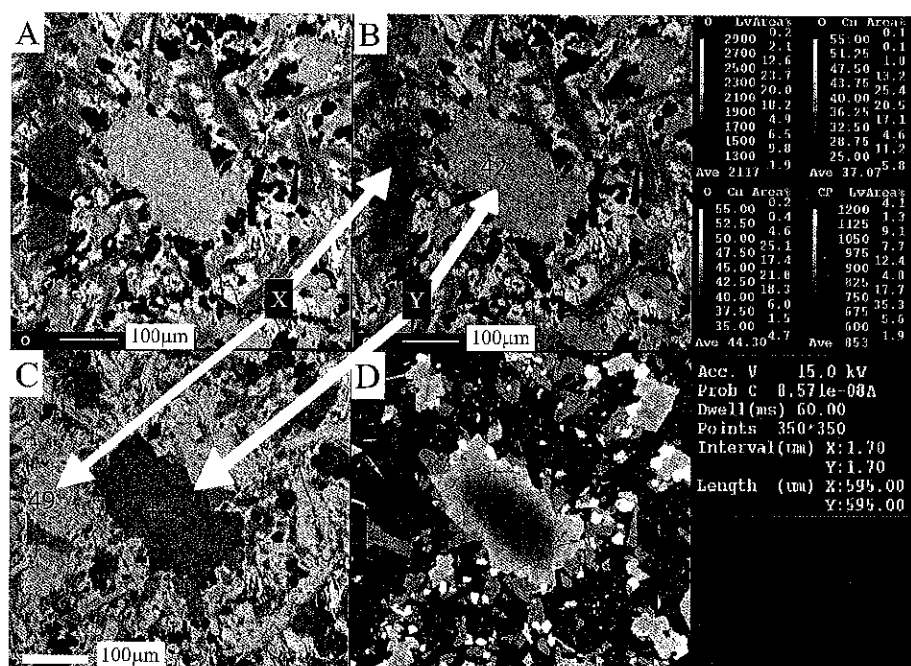
Les enregistrements relatifs aux études instrumentales et aux différentes investigations doivent être conservés afin de pouvoir établir, s'il y a lieu, un rapport d'essai conformément à l'ISO/CEI 17025:2005, 5.10, avec les éléments suivants:

- a) objet de l'analyse;
- b) type d'instrument;
- c) méthode de correction des données;
- d) tension d'accélération;
- e) cristaux analyseurs;
- f) éléments analysés;
- g) raies X caractéristiques des éléments;
- h) nombre de pixels;
- i) courant de sonde mesuré dans une cage de Faraday;
- j) diamètre de la sonde;
- k) taille de la zone d'analyse;
- l) taille des pixels;
- m) échelle de couleurs;
- n) mode de balayage;
- o) temps de comptage par pixel;
- p) échelle de niveaux de gris et/ou échelle de codage en pseudo couleur.

## Annexe A (normative)

### Comparaison des effets d'absorption pour un élément léger

La Figure A.1 montre une comparaison de trois types de cartographie (intensité brute, *k*-ratio, corrigée des effets de matrice et électrons rétrodiffusés) représentant la concentration en oxygène dans un échantillon de basalte contenant de l'olivine (au centre) et du plagioclase (sur les bords). Les données brutes donnent une intensité de rayons X plus élevée pour l'oxygène dans le plagioclase que dans l'olivine en raison de l'effet d'absorption<sup>[2]</sup>. La raie  $K\alpha$  de l'oxygène dans le plagioclase est plus fortement absorbée par la matrice que dans l'olivine. C'est la raison pour laquelle, avec la méthode du *k*-ratio, la concentration en oxygène dans l'olivine (42 % en masse) est supérieure à celle dans le plagioclase (34 % en masse). Cependant, avec la méthode de correction des effets de matrice, la concentration en oxygène dans l'olivine (44 % en masse) est inférieure à celle dans le plagioclase (49 % en masse).



#### Légende

- A cartographie obtenue par comptage brut des rayons X de l'oxygène
- B cartographie obtenue par la méthode du *k*-ratio de l'oxygène
- C cartographie corrigée de la concentration en oxygène
- D image d'électrons rétrodiffusés
- X pourcentage en masse d'oxygène calculé dans le plagioclase
- Y pourcentage en masse d'oxygène calculé dans l'olivine

(Images fournies gracieusement par le «Surface analysis group» de JEOL Ltd.)

Figure A.1 — Quatre images de la même zone d'un échantillon démontrant l'effet de l'absorption sur les résultats

**ISO 11938:2012(F)**

**Bibliographie**

- [1] GOLDSTEIN, J.I., NEWBURY, D.E., ECHLIN, P., JOY, D.C., ROMIG, A.D., Jr., LYMAN, C.E., *et al.*, *Scanning Electron Microscopy and X-ray Microanalysis*, 3rd edition (2003), Springer
- [2] HEINRICH, K.F.J., *Electron Beam X-ray Microanalysis*, Van Nostrand Reinhold Company, 1981
- [3] CARPENTER, P.K., COUNCE, D., KLUK, E., NABELEK, C. *J. Res. Natl. Inst. Stand. Technol.*, 2002, pp. 703-718
- [4] CASTAING, R., *Application des sondes électroniques à une analyse ponctuelle chimique et cristallographique*, PhD thesis, 1951, Onera n° 52 (1952), or English version translated by Pol Duwez and David Wittry, *Application of Electron Probes to Local Chemical and Crystallographic Analysis*, California Institute of Technology Special Technical Report published under Department of the Army contract DA-04-495-Ord-463, D/A Project No. 593-08-024, Ord. Project No. TB4-161A, July 1955
- [5] MORI, D., YAMADA, K., HOSOKAWA, Y., YAMAMOTO, M.J., Applications of Electron Probe Microanalyzer for Measurement of Cl Concentration Profile in Concrete, *Journal of Advanced Concrete Technology*, **4**, 2006, pp. 369-383
- [6] BENCE, A.E., ALBEE, A.L., Empirical correction factors for the electron microanalysis of silicate and oxides, *Journal of Geology*, **76**, 1968, pp. 382-403