

ISO 15632:2012

AOÛT 2012

www.afnor.org

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.



**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

afnor

AFNOR

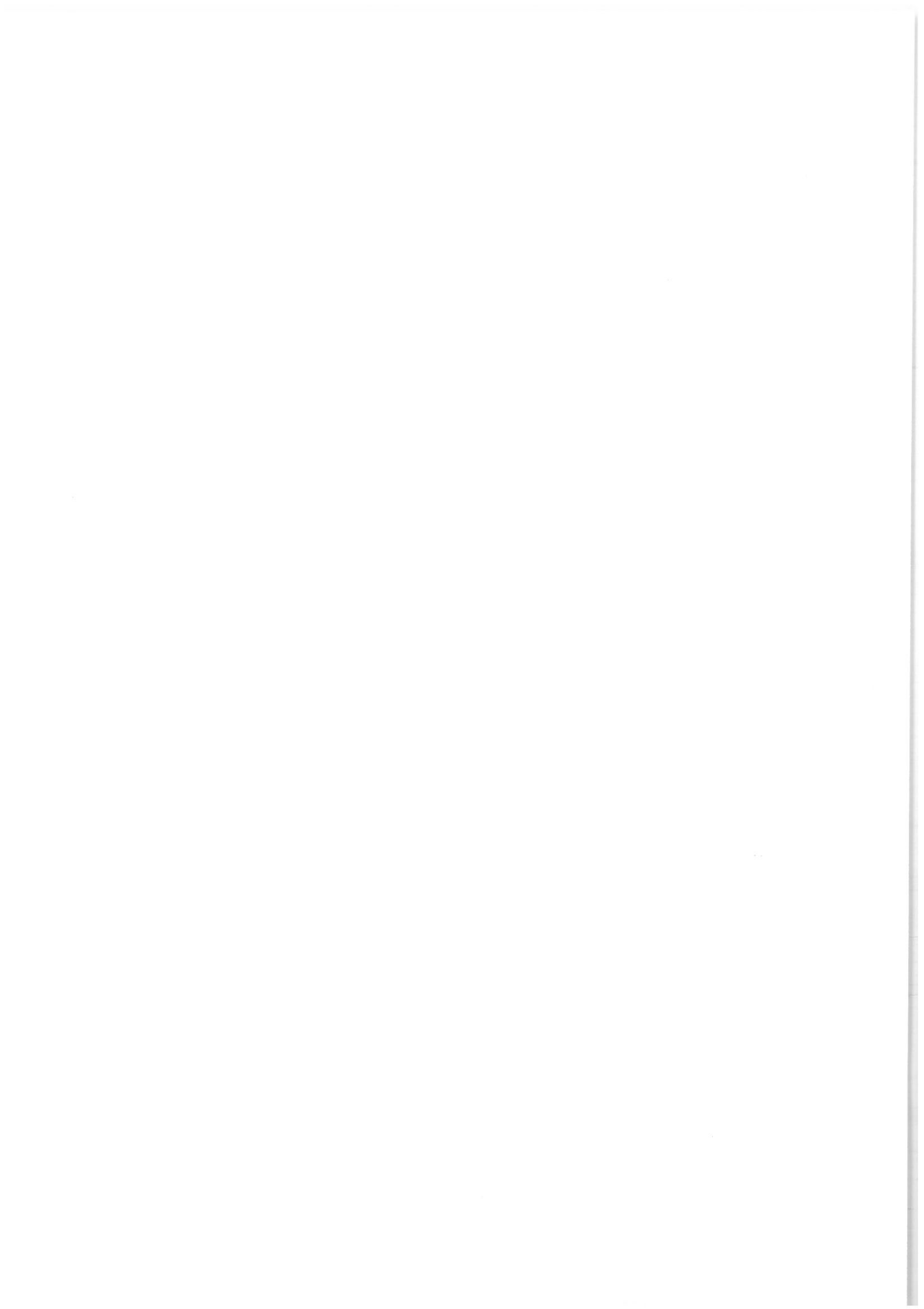
Pour : GN-MEBA

Client : 23432617

le : 12/09/2018 à 10:11

Diffusé avec l'autorisation de l'éditeur

Distributed under licence of the publisher



NORME
INTERNATIONALE

ISO
15632

Deuxième édition
2012-08-01

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

*Microbeam analysis — Selected instrumental performance parameters
for the specification and checking of energy-dispersive X-ray
spectrometers for use in electron probe microanalysis*



Numéro de référence
ISO 15632:2012(F)

© ISO 2012

ISO 15632:2012(F)



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2012

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 l'accord écrit de l'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
Introduction.....	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Exigences	3
4.1 Description générale.....	3
4.2 Résolution en énergie.....	3
4.3 Temps mort.....	4
4.4 Rapport pic sur fond.....	4
4.5 Dépendance du rendement de détection instrumental en fonction de l'énergie.....	4
5 Contrôle des autres paramètres de performance	4
5.1 Généralités.....	4
5.2 Stabilité de l'échelle d'énergie et de la résolution.....	5
5.3 Effets d'empilement.....	5
5.4 Contrôle périodique de la performance du spectromètre.....	5
Annexe A (normative) Mesure des largeurs de raie (FWHM) pour déterminer la résolution en énergie du spectromètre.....	6
Annexe B (normative) Détermination du rapport L/K comme mesure représentant la dépendance énergétique du rendement de la détection instrumentale.....	10
Bibliographie.....	12

ISO 15632:2012(F)

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

L'ISO 15632 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 202, *Analyse par microfaisceaux*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 15632:2002), qui a fait l'objet d'une révision technique (voir le premier alinéa de l'Introduction pour plus de détails).

Introduction

De récents progrès dans le domaine de la spectrométrie X à sélection d'énergie (EDS), notamment au moyen de technologies de fabrication améliorées des cristaux détecteurs et de l'application des techniques avancées de traitement de l'impulsion, ont augmenté les performances générales des spectromètres, en particulier à des taux de comptage élevés et à de basses énergies (au-dessous de 1 keV). Une révision de la présente Norme internationale est apparue nécessaire car la technologie des détecteurs au silicium à diffusion (SDD) n'avait pas été incluse. Les détecteurs SDD fournissent des performances comparables aux détecteurs Si-Li même à des taux de comptage considérablement plus élevés. De plus, une aire active de détecteur plus grande assure la possibilité de mesurer des taux de comptage encore plus élevés. La présente Norme internationale a donc été mise à jour avec les critères d'évaluation de la performance des spectromètres modernes.

Dans le passé, un spectromètre était généralement spécifié par sa résolution en énergie définie comme étant la largeur à mi-hauteur (FWHM) du pic de la raie $K\alpha$ du manganèse. Pour caractériser les propriétés dans la gamme des basses énergies, les valeurs des FWHM de la raie K du carbone, de la raie K du fluor ou du pic zéro sont données par les fabricants. Certains fabricants indiquent également le rapport pic sur fond, qui peut être défini comme le rapport du pic sur le fond continu dans un spectre obtenu à partir d'une source de ^{55}Fe ou comme le rapport d'amplitude «pic à vallée» dans un spectre de bore. Des définitions différentes d'un même paramètre ont parfois été utilisées. La sensibilité du spectromètre aux basses énergies par rapport à celle aux hautes énergies dépend fortement de la construction du cristal détecteur et de la fenêtre d'entrée des rayons X utilisées. Bien qu'une sensibilité élevée aux basses énergies soit importante pour l'utilisation du spectromètre dans l'analyse des composés à élément légers, généralement les fabricants n'indiquent pas de dépendance en fonction de l'énergie de l'efficacité du spectromètre.

La présente Norme internationale a été élaborée en réponse à une demande mondiale concernant les spécifications minimales du spectromètre X à sélection d'énergie (EDS). L'EDS est l'une des méthodes les plus employées pour analyser la composition chimique des solides et des couches minces. La présente Norme internationale permet de comparer la performance de différentes conceptions de spectromètre sur la base d'une spécification uniforme et d'aider à trouver le spectromètre optimal pour une application particulière. De plus, la présente Norme internationale contribue à l'harmonisation des performances dans les différents laboratoires d'essais. Selon l'ISO/CEI 17025^[1], de tels laboratoires doivent périodiquement contrôler l'étalonnage de leur équipement selon un mode opératoire défini. La présente Norme internationale peut servir de guide pour appliquer des modes opératoires semblables dans tous les laboratoires d'essais concernés.

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

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale définit les paramètres les plus importants qui caractérisent un spectromètre X à sélection d'énergie consistant en un détecteur semi-conducteur, un préamplificateur et une unité de traitement des signaux en tant que parties essentielles. La présente Norme internationale est applicable uniquement aux spectromètres ayant des détecteurs semi-conducteurs fonctionnant selon le principe de l'ionisation à l'état solide. La présente Norme internationale spécifie les exigences minimales, ainsi que la façon appropriée de contrôler les paramètres de performance de l'appareil, pour de tels spectromètres reliés à un microscope électronique à balayage (MEB) ou à une microsonde électronique (EPMA). Le mode opératoire utilisé pour l'analyse effective est décrit dans l'ISO 22309^[2] et dans l'ASTM E1508^[3] et ne relève pas du domaine d'application de la présente Norme internationale.

2 Référence 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 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.

NOTE À l'exception de 3.1, 3.2, 3.2.1, 3.2.2, 3.11, 3.12 et 3.13, ces définitions sont données sous la même forme ou une forme analogue dans l'ISO 22309^[2], l'ISO 18115-1^[4] et l'ISO 23833.

3.1

spectromètre X à sélection d'énergie

dispositif permettant de déterminer l'intensité des rayons X en fonction de l'énergie du rayonnement, en enregistrant simultanément tout le spectre X

NOTE Le spectromètre consiste en un détecteur à l'état solide, un préamplificateur et un processeur d'impulsions. Le détecteur convertit les énergies des photons X en impulsions de courant électrique qui sont amplifiées par le préamplificateur. Le processeur d'impulsions trie ensuite les impulsions selon l'amplitude afin d'établir un histogramme représentant la distribution de l'intensité des rayons X en fonction de l'énergie des rayons X.

3.2

taux de comptage

nombre de photons X par seconde

3.2.1

taux de comptage d'entrée

ICR

nombre de photons X absorbés dans le détecteur par seconde

ISO 15632:2012(F)

3.2.2

taux de comptage de sortie

OCR

nombre de mesures valables de photons X par seconde émis par le système électronique et enregistré dans la mémoire

NOTE Lorsque le système électronique mesure les énergies individuelles des photons X, un temps mort est associé à chaque mesure individuelle. En conséquence, le nombre de mesures réussies est inférieur au nombre de photons incidents dans tous les cas pratiques. Ainsi, le taux d'accumulation dans le spectre («taux de comptage de sortie», OCR) est inférieur au taux de comptage des photons qui engendrent les signaux dans le détecteur («taux de comptage d'entrée», ICR). L'OCR peut être égal à l'ICR, par exemple à des taux de comptage très faibles et pour des mesurages très courts.

3.3

temps réel

durée en secondes d'une acquisition telle qu'elle serait mesurée avec une horloge conventionnelle

NOTE Pour l'acquisition des rayons X, le temps réel est supérieur au temps effectif dans tous les cas pratiques.

3.4

temps mort

τ
temps pendant lequel le système est incapable de mesurer des photons car il est occupé à traiter un événement précédent

NOTE Fraction de temps mort = $1 - \text{OCR/ICR}$.

3.5

temps effectif

durée effective d'une acquisition, en secondes, une fois la présence de temps mort prise en compte

NOTE 1 Temps effectif = temps réel pour une analyse moins temps mort cumulé.

NOTE 2 Fraction de temps effectif = $1 - \text{fraction de temps mort}$.

3.6

canal spectral

intervalle discret d'énergie mesurée pour l'histogramme des mesures enregistrées, d'une largeur définie par un incrément d'énergie régulier

3.7

rendement de détection instrumental

rapport entre la quantité de photons détectés et la quantité de photons disponibles pour la mesure

3.8

intensité du signal

intensité du signal exprimée en coups ou en coups par seconde à la sortie du spectromètre après le traitement d'impulsion

NOTE Cette définition permet d'exprimer l'intensité en «coups» ou en «coups par seconde» (CPS). La distinction entre ces deux unités de mesure n'est pas pertinente dans le cadre des modes opératoires décrits dans la présente Norme internationale tant que l'unité choisie est utilisée de façon systématique.

3.9

intensité du pic

intensité maximale du signal d'un pic spectral, mesurée comme étant la hauteur du pic située au-dessus d'un fond continu

3.10

aire de pic

aire de pic nette

somme des intensités du signal d'un pic spectral après élimination du fond continu

3.11

signal de fond continu spectre continu de rayons X continuum

composante non caractéristique d'un spectre X provenant du bremsstrahlung et d'autres effets

NOTE Outre le bremsstrahlung, l'apparition d'activités dégradées liée au fonctionnement du spectromètre peut contribuer au bruit de fond. Des signaux étrangers provenant d'une ou de plusieurs parties du spectromètre, de la chambre du microscope ou de l'échantillon lui-même (par diffusion des rayons X) peuvent également s'ajouter au bruit de fond.

3.12

bremsstrahlung rayonnement de freinage

spectre de rayons X non caractéristique créé par la décélération d'électrons dans le champ coulombien d'un atome et ayant une distribution en énergie comprise entre 0 et l'énergie du faisceau incident

3.13

angle d'émergence des rayons X TOA

angle formé par la surface de l'échantillon et la direction selon laquelle les rayons X émergents frapperont le centre du capteur du détecteur

NOTE Avec l'augmentation de l'angle solide représenté par le détecteur, le TOA peut varier de façon significative au sein d'une plage proche de ce TOA correspondant à la position centrale du capteur de rayons X.

4 Exigences

4.1 Description générale

Le fabricant doit décrire, en utilisant les textes de référence appropriés, les éléments de conception essentiels du spectromètre afin de permettre à l'utilisateur d'évaluer la performance du spectromètre. Les éléments qui sont indispensables pour évaluer si un spectromètre est approprié pour un certain domaine d'application doivent être donnés explicitement. Ces éléments doivent inclure le type d'EDS (Si-Li, HpGe, SDD, etc.), l'épaisseur du capteur, l'aire active du capteur (après collimation) et le type de la fenêtre (béryllium, fenêtre de type couche mince ou sans fenêtres). Les paramètres qui peuvent ne pas être concernés par la présente Norme internationale, mais qui peuvent influencer la performance du détecteur; par exemple le principe du système de refroidissement, doivent être expliqués dans le texte de référence. Certains systèmes de détection peuvent produire des taux de comptage très élevés. Cependant, à des taux de comptage élevés, d'autres spécifications comme la résolution en énergie peuvent être modifiées et des artefacts peuvent apparaître dans le spectre. Il convient par conséquent que toutes les spécifications soient accompagnées d'une indication du taux de comptage pour lequel elles sont mesurées et il convient de ne pas supposer que la spécification sera la même à des taux de comptage différents.

4.2 Résolution en énergie

La résolution en énergie doit être spécifiée par la FWHM du pic de la raie $K\alpha$ du manganèse et être déterminée conformément à l'Annexe A. Les spectromètres qui permettent la détection de rayons X inférieurs à 1 keV doivent également être spécifiés par les FWHM des raies K du carbone et du fluor. Les FWHM spécifiées doivent être une limite supérieure, la résolution déterminée selon l'Annexe A étant donc garantie pour être inférieure à la valeur spécifiée. La valeur de la résolution doit être accompagnée d'une indication du taux de comptage pour lequel la spécification est valide. Pour la plupart des systèmes de détection, la meilleure résolution en énergie est atteinte à un taux ICR < 1 000 coups/s et doit être spécifiée. Lorsqu'un système de détection possède une capacité de taux de comptage supérieure, un EDS SDD par exemple, la résolution en énergie doit également être spécifiée à un taux ICR élevé, par exemple 50 000 coups/s, 500 000 coups/s.

ISO 15632:2012(F)

4.3 Temps mort

Afin d'évaluer la durée de la méthode de l'EDS, en complément de la résolution en énergie spécifiée en 4.2, il convient que la fraction de temps mort correspondante soit spécifiée. Le calcul de la fraction de temps mort est donné en 3.4.

Les temps morts sont dus au fait que le système électronique rejette les «mauvaises» mesures afin d'obtenir une fidélité du spectre élevée. Dans de nombreux systèmes, le critère de rejet est conçu de façon à assurer que le temps de mesure est identique pour chaque photon. Cependant, il est possible de réduire la fraction de temps mort en relaxant le critère de rejet des impulsions et en permettant des variations du temps de mesure par photon en fonction du temps d'arrivée de ceux-ci («filtrage adaptatif»). Dans ce cas, la durée de la méthode n'est pas définie, la forme et la résolution du pic changeront en fonction du taux de comptage, et cela pourrait entraîner une variation des résultats analytiques en fonction du taux de comptage. Par conséquent, il convient d'inclure une description des éléments de conception essentiels du système électronique, comme indiqué en 4.1, dans toute spécification de la fraction de temps mort.

4.4 Rapport pic sur fond

Le rapport pic sur fond doit être obtenu au moment de la fabrication du spectromètre à partir d'un spectre acquis à l'aide d'une source de ^{55}Fe en tant que paramètre caractéristique du spectromètre. Le rapport doit être donné comme étant l'intensité du pic de la raie $K\alpha$ du manganèse divisée par le bruit de fond. Le bruit de fond de l'instrument doit être calculé comme le nombre moyen de coups par canal dans la gamme d'énergie allant de 0,9 keV à 1,1 keV. Suffisamment de coups doivent être enregistrés dans le spectre pour rendre la mesure statistiquement significative (voir Annexe A, Article A.4) et le(s) seuil(s) électronique(s) doit(doivent) être ajusté(s) de sorte que les éventuelles coupures d'énergie se produisent largement sous la gamme spécifiée.

NOTE 1 Outre d'autres facteurs, le rapport pic sur fond dépend de la résolution du spectromètre. Par conséquent, le rapport est seulement approprié pour la comparaison de spectromètres ayant une performance de résolution semblable.

NOTE 2 Dans un microscope électronique, le bremsstrahlung à partir d'un échantillon de manganèse peut être considérablement plus important que la composante de fond causée par des activités dégradées. Par conséquent, un échantillon de manganèse ne peut pas être employé pour mesurer le rapport pic sur fond.

4.5 Dépendance du rendement de détection instrumental en fonction de l'énergie

Les spécifications minimales pour la dépendance du rendement de détection instrumental en fonction de l'énergie doivent être le rapport d'intensité d'une raie de basse énergie et d'une raie de haute énergie dans le spectre X caractéristique d'un matériau donné. Ce rapport doit être donné comme étant l'aire de pic nette des raies L, divisée par l'aire de pic nette des raies $K\alpha$ dans le spectre d'un échantillon de nickel pur ou de cuivre pur, excité par un faisceau d'électrons de 20 keV perpendiculaire à la surface de l'échantillon et collecté par le détecteur à un angle d'émergence de 35° .

NOTE 1 Ces mesures sont seulement appropriées pour un détecteur assez épais pour absorber au moins 95 % de l'énergie des rayons X incidents à 8 keV.

NOTE 2 Si la chambre d'analyse contenant des ports pour fixer le détecteur ne permet pas un angle d'émergence de 35° , le rapport L/K à n'importe quel autre angle d'émergence peut être converti en celui correspondant à 35° en appliquant le formalisme de correction d'absorption de l'analyse quantitative par microsonde électronique (voir l'Annexe B, Article B.4).

5 Contrôle des autres paramètres de performance

5.1 Généralités

Les paramètres décrits en 4.2, 4.3 et 4.5 doivent être spécifiés par les fabricants et contrôlés périodiquement par les utilisateurs. En outre, les utilisateurs peuvent contrôler d'autres paramètres et effets appropriés pour la performance du spectromètre, en particulier à des taux de comptage élevés.

5.2 Stabilité de l'échelle d'énergie et de la résolution

Pour la gamme de taux de comptage qui sera utilisée dans la pratique, la stabilité de l'échelle d'énergie, c'est-à-dire des positions des pics, peut être contrôlée. Par exemple, la modification de la position du centroïde du pic Mn $K\alpha$ sur une gamme de taux ICR allant de 1 000 coups/s à 50 000 coups/s peut être évaluée sur une base périodique. Pour la détermination de la position du centroïde du pic, il convient d'utiliser uniquement les données à ou proche de l'énergie à mi-hauteur. La stabilité de la résolution avec le taux de comptage peut également être contrôlée.

5.3 Effets d'empilement

À des taux de comptage élevés, les effets d'empilement produisent des pics somme et des artefacts continus d'empilement, de sorte que les aires de pic relatives sont plus ou moins modifiées dans le spectre X aux taux de comptage élevés, même après correction électronique et logicielle. Les effets d'empilement peuvent éventuellement être contrôlés, par exemple en mesurant un spectre à un taux de comptage faible (inférieur à 1 000 coups/s) sur un matériau de référence avec un courant de faisceau connu pendant une durée connue. Il convient ensuite d'augmenter le courant de faisceau et d'enregistrer un nouveau spectre à un taux de comptage plus élevé. Il est recommandé de mettre à l'échelle le spectre en divisant par le courant de faisceau et par la durée et ensuite de comparer. Cela permettra de révéler toute distorsion due à l'empilement et toute distorsion dépendante de l'énergie dans la correction du temps effectif.

5.4 Contrôle périodique de la performance du spectromètre

Le contrôle périodique de la performance du système peut être réalisé par des utilisateurs à l'aide d'un matériau de référence connu et approprié pour le type d'analyse à effectuer. Par exemple, un nouveau matériau de référence et des nouveaux modes opératoires sont décrits dans la Référence [8].

ISO 15632:2012(F)

Annexe A (normative)

Mesure des largeurs de raie (FWHM) pour déterminer la résolution en énergie du spectromètre

A.1 Échantillons

Les échantillons doivent être une source encapsulée de ^{55}Fe pour mesurer la raie $K\alpha$ du manganèse et un morceau ou une feuille en polytétrafluoroéthylène (PTFE, Teflon®) pour les raies K du carbone et du fluor. Afin de contrôler périodiquement les FWHM à un taux de comptage élevé ainsi que dans le laboratoire de l'utilisateur, un échantillon de manganèse poli peut être employé si du ^{55}Fe n'est pas disponible ou ne peut pas être employé dans le laboratoire en raison d'exigences de sécurité. Des alternatives au PTFE pour mesurer les raies K du carbone et du fluor sont respectivement le carbone vitreux et un minéral contenant du fluor tel que CaF_2 .

A.2 Préparation de l'échantillon

L'échantillon de PTFE doit être recouvert d'une couche de carbone évaporée ou pulvérisée ayant une épaisseur d'approximativement 20 nm afin de rendre la surface conductrice. Si du ^{55}Fe est employé avec le spectromètre déjà installé sur un microscope électronique à balayage, des sources semblables à la source de référence VZ-1977 de rayons gamma du ^{55}Fe commercialisée par Amersham Buchler¹⁾ doivent être également recouvertes de carbone d'un côté seulement. Cela permet de trouver plus facilement la position de la pastille radioactive encapsulée et de localiser la source dans le microscope à une distance de travail correcte pour la spectrométrie X.

A.3 Travaux préparatoires

Étalonner l'échelle d'énergie du spectromètre en utilisant le mode opératoire recommandé par le fabricant et enregistrer les raies X et les énergies utilisées pour cet étalonnage.

A.4 Conditions de mesure

- Choisir une largeur de canal ≤ 10 eV.
- Utiliser une énergie d'électrons primaires de 10 keV pour enregistrer les raies K du carbone et du fluor.

NOTE Dans ces conditions, les intensités des pics de carbone et de fluor dans un spectre de PTFE étant proches, cela permet la détermination de la FWHM des deux raies à partir d'un seul spectre.
- Travailler avec une énergie de faisceau de 15 keV dans le cas d'un échantillon de manganèse, pour enregistrer le spectre K du manganèse.
- Ajuster le courant du faisceau de sorte que les taux ICR pendant la mesure soient tels que spécifiés en 4.2.
- Les intensités des pics doivent dépasser 10 000 coups.

1) Exemple de produit approprié disponible sur le marché. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs du présent document et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif du produit ainsi désigné.

A.5 Soustraction du fond continu

Le fond continu doit être négligé dans les spectres issus d'une source de ^{55}Fe , d'échantillons de PTFE ou de carbone vitreux.

NOTE Le rapport pic sur fond pour les raies K dans le cas d'un échantillon de PTFE ou de carbone vitreux est supérieur à 100. Négliger le fond continu surestime légèrement la FWHM du pic d'environ 1 eV ou moins, mais évite tous les problèmes liés à la modélisation et à la soustraction du fond continu. Il peut être considéré comme une mesure fiable et reproductible pour une comparaison système à système.

Un fond continu linéaire doit être soustrait avant le calcul de la FWHM dans le cas d'échantillons minéraux contenant du fluor et du manganèse. Le fond continu linéaire doit être interpolé entre deux points du fond continu situés à deux fois la FWHM au-dessus et au-dessous du centre du pic. Chaque point de fond continu doit être établi comme étant la valeur moyenne de cinq canaux voisins centrés sur le point de fond continu choisi.

A.6 Calcul de la FWHM

Pour le calcul de la FWHM, le procédé suivant doit être appliqué (en accord avec les Références [5] ou [6]). Trouver les deux canaux correspondant à chaque côté du pic pour lesquels le nombre de coups est juste au-dessus et juste au-dessous de la moitié de l'intensité du pic. Faire une interpolation entre chaque paire pour trouver les fractions de la largeur du canal qui correspondent exactement à la moitié du maximum. Calculer la FWHM comme étant l'intervalle dans des canaux entre les deux positions à la moitié du maximum (y compris les parties fractionnaires) multiplié par la largeur du canal, en eV, établie lors du paramétrage du spectromètre.

Le résultat final doit être la moyenne d'au moins cinq mesures différentes.

NOTE Pour certaines conceptions spéciales de processeur d'impulsions, la résolution peut montrer une dépendance mineure vis-à-vis de l'intensité du signal et du contenu du spectre. Dans de tels cas, il se peut que la FWHM mesurée dépende légèrement de l'échantillon utilisé.

A.7 Exemples

Les Figures A.1 et A.2 donnent des exemples d'un spectre du manganèse à partir d'une source de ^{55}Fe mesuré avec une largeur de canal de 10 eV et un spectre de PTFE mesuré à une énergie de faisceau de 10 keV, une largeur de canal de 5 eV et un TOA = 30°, ainsi que les FWHM calculées. La Figure A.3 illustre l'application du mode opératoire de calcul de la FWHM du pic de la raie $K\alpha$ du manganèse comme décrit en A.6 après une soustraction du fond continu comme décrit en A.5. L'énergie de faisceau correspondante était de 15 keV, la largeur de canal de 10 eV et le TOA = 35°.

ISO 15632:2012(F)

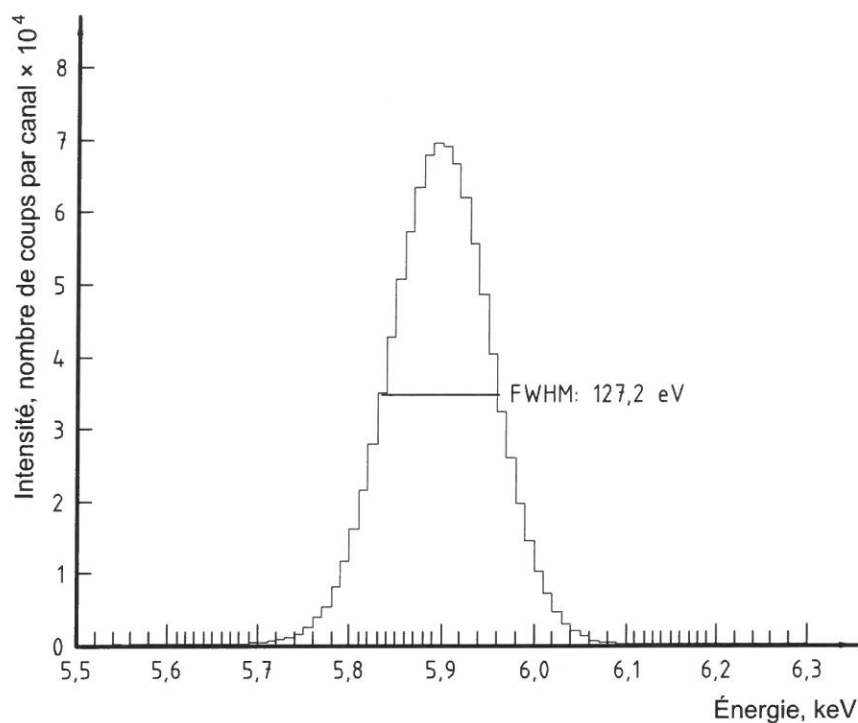


Figure A.1 — Spectre d'émission $K\alpha$ du manganèse à partir d'une source de ^{55}Fe et FWHM calculée

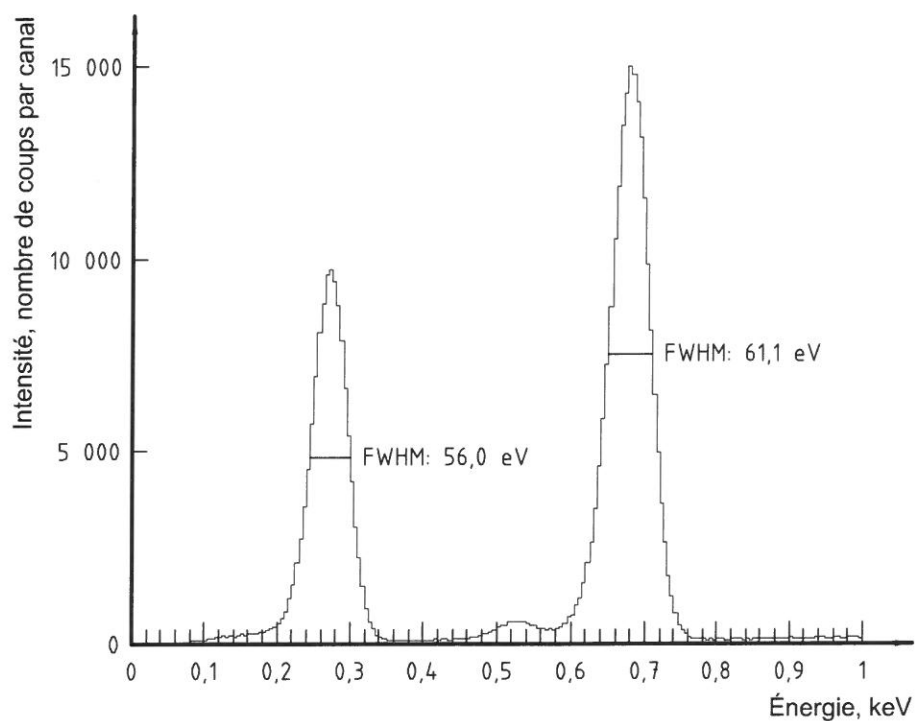


Figure A.2 — Spectre à 10 keV d'un échantillon de PTFE et FWHM calculées pour les raies K du carbone et du fluor

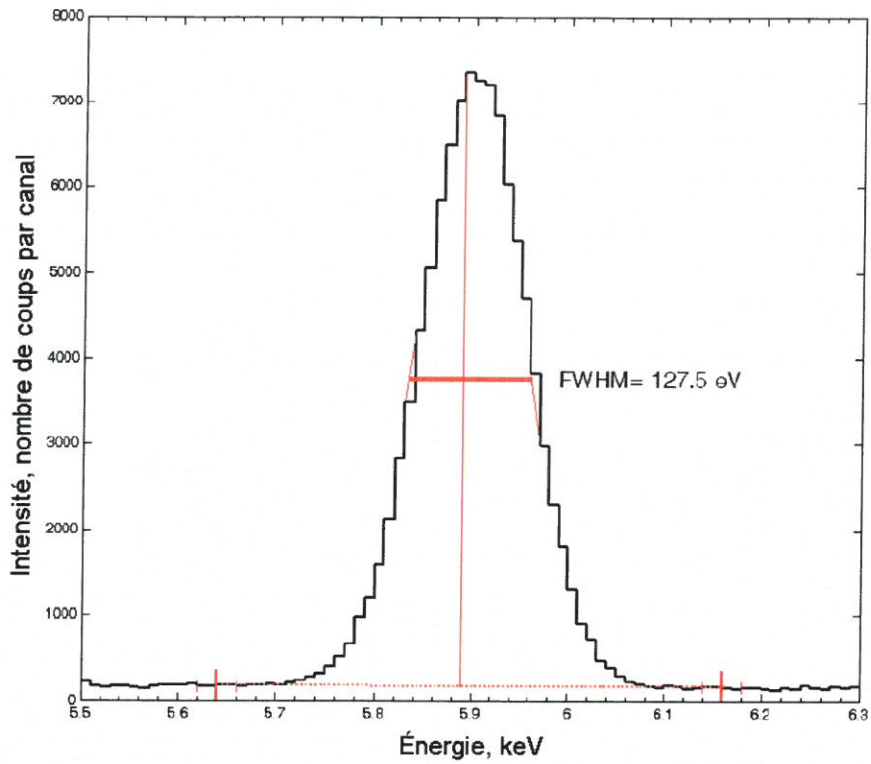


Figure A.3 — Pic de la raie $K\alpha$ du manganèse à partir d'un spectre à 15 keV d'un échantillon de manganèse poli représentant le fond continu linéaire interpolé comme indiqué en A.5 et la FWHM calculée comme indiqué en A.6

ISO 15632:2012(F)

Annexe B
(normative)

**Détermination du rapport L/K comme mesure représentant
la dépendance énergétique du rendement de la détection instrumentale**

B.1 Échantillons

Des échantillons plats, polis et suffisamment nettoyés, de nickel ou de cuivre doivent être employés.

B.2 Conditions de mesure

- Ajuster l'énergie du faisceau à 20 keV.
- Installer l'échantillon de sorte qu'il soit perpendiculaire au faisceau d'électrons et que le TOA soit de 35°.
- Les intensités des pics doivent dépasser 10 000 coups.

B.3 Calcul du rapport L/K

Pour le calcul du rapport L/K, le procédé suivant doit être appliqué: déterminer les aires de pic nettes pour le pic K et les raies L par une soustraction linéaire du fond continu, comme décrit à l'Annexe A. Calculer le rapport L/K comme étant le rapport des aires.

Le résultat final doit être la moyenne d'au moins cinq mesures différentes.

B.4 Conversion du rapport L/K pour un TOA \neq 35°

Dans de nombreux microscopes électroniques à balayage, le détecteur de rayons X voit l'échantillon sous un TOA \neq 35°.

Dans ces cas, le rapport L/K doit être converti pour un TOA \neq 35° en appliquant le formalisme de correction d'absorption de l'analyse quantitative par microsonde électronique. Les Figures B.1 et B.2 donnent des abaques pour cette conversion. Les abaques se basent sur le modèle de correction d'absorption (XPP) défini par Pouchou et Pichoir et leurs coefficients d'atténuation massiques (MAC)^[7].

D'autres formalismes pour la correction d'absorption peuvent aussi être appliqués parce que, dans ce cas, les différences sont dans les limites d'erreur.

NOTE Une surface plate de l'échantillon et le TOA correct sont très importants. Une inclinaison de la surface de l'échantillon de quelques degrés fait varier le TOA de la même quantité. Pour établir correctement le TOA, il est nécessaire que la hauteur de l'échantillon soit correctement choisie. Cette hauteur doit être fournie par le fabricant du microscope. De plus, une certaine incertitude dans les coefficients d'atténuation pour les raies L du nickel et du cuivre rend l'abaque moins fiable pour corriger les mesures dans les cas extrêmes où le TOA est très différent de 35°.

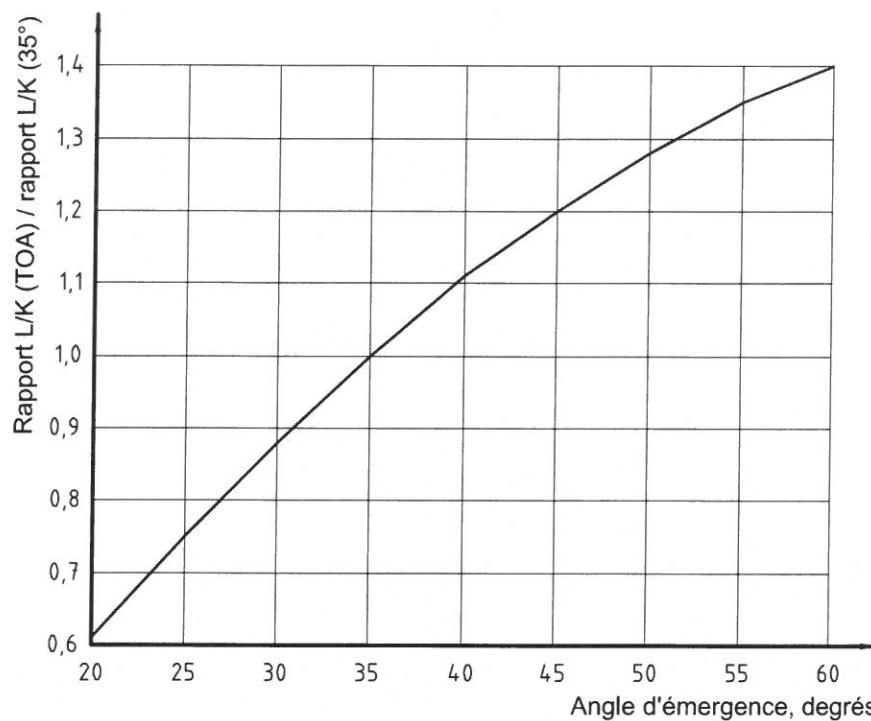


Figure B.1 — Abaque de conversion pour un TOA = 35° dans le cas du nickel

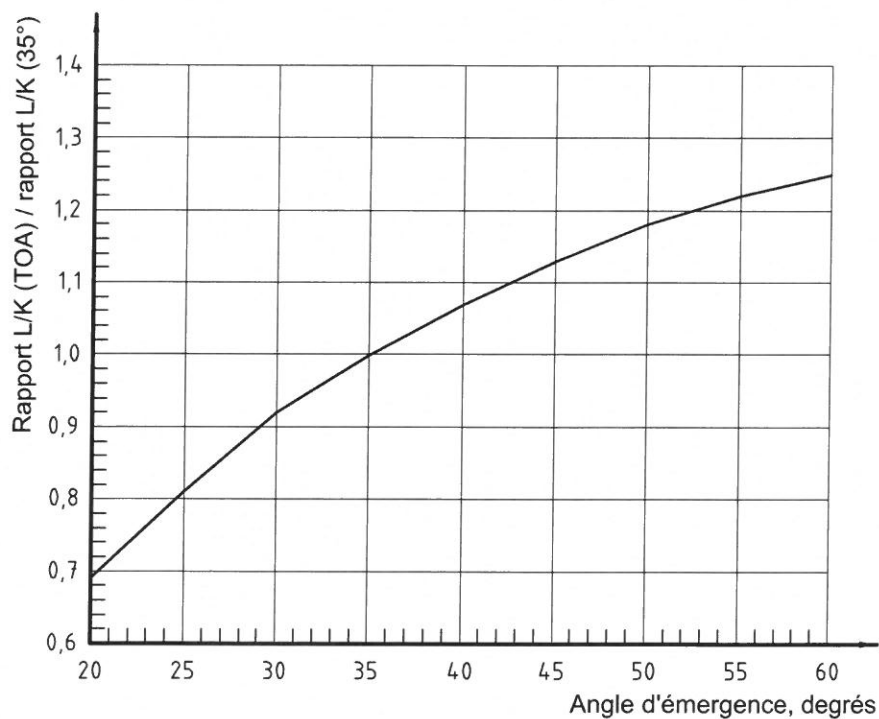


Figure B.2 — Abaque de conversion pour un TOA = 35° dans le cas du cuivre

ISO 15632:2012(F)

Bibliographie

- [1] ISO/CEI 17025, *Exigences générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais*
- [2] ISO 22309, *Analyse par microfaisceaux — Analyse élémentaire quantitative par spectrométrie à sélection d'énergie (EDS) des éléments ayant un numéro atomique de 11 (Na) ou plus*
- [3] ASTM E1508, *Standard Guide for Quantitative Analysis by Energy-Dispersive Spectroscopy*
- [4] ISO 18115-1, *Analyse chimique des surfaces — Vocabulaire — Partie 1: Termes généraux et termes utilisés en spectroscopie*
- [5] CEI 60759, *Méthodes d'essais normalisés des spectromètres d'énergie X à semicteur*
- [6] ANSI/IEEE 759, *Test Procedures for Semiconductor X-Ray Energy Spectrometers*
- [7] POUCHOU, J.-L. and PICOIR, F. in K.E.J. Heinrich and D.E. Newbury (eds.), *Electron Probe Quantitation*, New York 1991, pp. 31-75
- [8] ALVISI, M., BIOME, M., GRIEPENTROG, M., HODOROABA, V.-D., KARDUK, P., MOSTERT, M., NACUCCHI, M., PROCOP, M., ROHDE, M., SCHOLZE, F., STATHAM, P., TERBORG, R. and THIOT, J.F., *The Determination of the Efficiency of Energy Dispersive X-ray Spectrometers by a New Reference Material*, *Microsc. Microanal.*, **12** (2006), pp. 406-415

