

# ISO 16592:2012

AOÛT 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 : 03/03/2018 à 12:02

Diffusé avec l'autorisation de l'éditeur

Distributed under licence of the publisher

# NORME INTERNATIONALE

# ISO 16592

Deuxième édition  
2012-08-01

---

---

## **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**

*Microbeam analysis — Electron probe microanalysis — Guidelines for  
determining the carbon content of steels using a calibration curve method*



Numéro de référence  
ISO 16592:2012(F)

© ISO 2012

## Sommaire

	Page
Avant-propos.....	iv
1 <b>Domaine d'application</b> .....	1
2 <b>Mode opératoire</b> .....	1
2.1 <b>Généralités</b> .....	1
2.2 <b>Matériaux de référence</b> .....	1
2.3 <b>Préparation de l'échantillon</b> .....	2
2.4 <b>Mesure de l'intensité des rayons X de la raie <math>K\alpha</math> du carbone</b> .....	2
2.5 <b>Soustraction du fond</b> .....	4
2.6 <b>Établissement de la droite d'étalonnage</b> .....	5
3 <b>Évaluation de l'incertitude</b> .....	6
4 <b>Rapport d'essai</b> .....	6
<b>Annexe A (informative) Méthode d'estimation de l'incertitude de la valeur calculée à partir d'une droite d'étalonnage</b> .....	8
<b>Annexe B (informative) Exemple de la détermination de la fraction massique de carbone et de l'évaluation de l'incertitude dans un acier</b> .....	10
<b>Bibliographie</b> .....	12

# 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

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale donne des lignes directrices pour une méthode permettant de déterminer la teneur en carbone dans des aciers qui comprennent d'autres éléments d'alliage (en une quantité inférieure à 1 % à 2 % en masse) par la méthode de droite d'étalonnage. Elle spécifie la préparation de l'échantillon, la détection des rayons X, l'établissement de la droite d'étalonnage et le procédé de détermination de l'incertitude de la teneur en carbone mesurée. Elle est applicable aux aciers contenant une fraction massique de carbone inférieure à 1,0 %. La méthode n'est pas applicable aux aciers ayant des teneurs plus élevées en carbone, car cela affecterait de manière significative l'exactitude des résultats d'analyse.

La présente Norme internationale s'applique aux analyses effectuées en utilisant un faisceau en incidence normale par spectrométrie de rayons X à dispersion de longueur d'onde; elle n'est pas prévue pour être utilisée en spectrométrie de rayons X à sélection d'énergie.

## 2 Mode opératoire

### 2.1 Généralités

Afin de déterminer la teneur en carbone dans les aciers en utilisant une droite d'étalonnage, il convient de préparer des matériaux de référence appropriés. Pour une analyse précise, il est recommandé d'apporter une attention extrême pour empêcher la contamination en carbone qui peut augmenter la teneur apparente en carbone de l'échantillon.

Il convient d'effectuer la mesure de l'intensité de la raie  $K\alpha$  du C en utilisant les mêmes modes opératoires pour l'échantillon et les matériaux de référence, c'est-à-dire la préparation de l'échantillon, l'énergie du faisceau, le courant du faisceau, le diamètre du faisceau, le mode de comptage par points, l'écart entre les points en cas d'analyse en ligne et également la méthode de soustraction du fond.

### 2.2 Matériaux de référence

Afin d'établir la droite d'étalonnage pour déterminer la teneur en carbone, il est recommandé d'utiliser un matériau de référence approprié ou un ensemble de matériaux de référence. Des exemples de matériaux de référence sont:

- matériaux de référence de solution solide Fe-C qui sont fabriqués par trempe de l'austénite à température élevée; il convient que ces matériaux de référence soient homogènes et aient différentes concentrations en carbone;
- composé de Fe-C  $Fe_3C$  [1].

Il est recommandé de ne pas utiliser des matériaux de référence ayant une forme du pic  $K\alpha$  du C différente des matériaux inconnus parce que l'utilisation de ces matériaux de référence entraîne une diminution de l'exactitude quantitative.

## ISO 16592:2012(F)

### 2.3 Préparation de l'échantillon

#### 2.3.1 Généralités

La présence du carbone et/ou de ses composés en tant que contamination sur la surface de l'échantillon suite à la préparation de l'échantillon affecte de manière significative l'exactitude de l'analyse du carbone. Il est recommandé d'apporter une attention particulière pour empêcher cette contamination. Il convient que les modes opératoires de préparation de l'échantillon (enrobage, surfaçage et polissage) soient identiques pour le matériau de référence et le matériau inconnu.

#### 2.3.2 Enrobage de l'échantillon

Bien qu'il soit souvent possible d'analyser un échantillon sans utiliser d'enrobage, cela est nécessaire pour des échantillons de petite taille ou de forme irrégulière. Il est important de se rendre compte que le matériau d'enrobage peut agir en tant que source de contamination en carbone. Divers enrobages sont disponibles, tels que la bakélite et les résines chargées de cuivre ou d'aluminium (ou même de graphite), et il est recommandé que l'utilisateur évalue les différents types.

Lorsqu'un enrobage est utilisé, il convient que les zones choisies pour l'analyse soient, si possible, proches du centre de l'échantillon pour éviter des effets de beurrage de la résine proche de l'interface échantillon/enrobage.

Un chemin conducteur doit être établi entre l'échantillon ou le matériau de référence et la masse pour empêcher tout effet de charge.

Il convient de réduire au minimum le dégazage de l'enrobage de l'échantillon. En effet, la porosité de l'échantillon, et des défauts dans l'interface échantillon/enrobage dégraderont le vide et conduiront à des niveaux plus élevés de contamination.

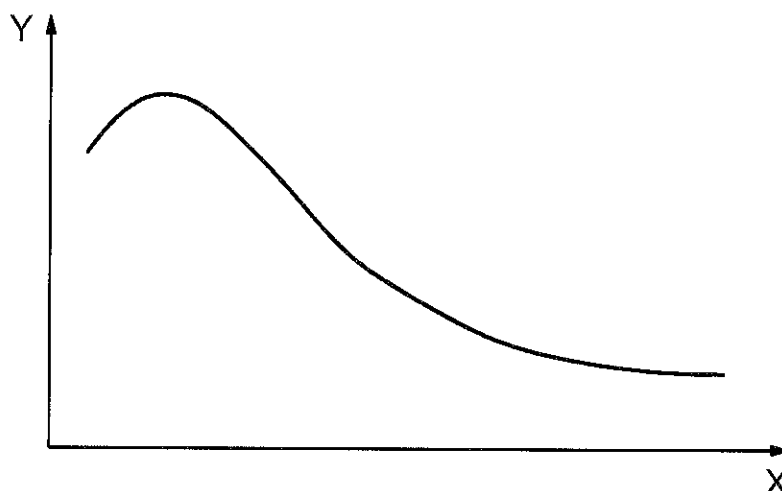
#### 2.3.3 Polissage et nettoyage de l'échantillon

Il est recommandé que la finition de surface de l'échantillon à examiner soit plate, propre et sèche. Il convient que l'échantillon subisse une préparation métallographique normalisée à l'aide de papiers au carbure de silicium pour le surfaçage et de draps diamantés pour le polissage. Il convient que le polissage final soit effectué avec un matériau exempt de carbone tel que de la poudre d'alumine. Après le polissage, il est important de nettoyer minutieusement l'échantillon afin d'éliminer tout résidu résultant de la préparation en effectuant un nettoyage à ultrasons avec un liquide exempt de carbone comme par exemple de l'eau ultrapure.

### 2.4 Mesure de l'intensité des rayons X de la raie $K\alpha$ du carbone

#### 2.4.1 Énergie du faisceau et courant du faisceau

Le niveau d'émission des rayons X du carbone est faible en raison d'une faible probabilité d'ionisation et aussi parce que l'absorption du rayonnement  $K\alpha$  du C est très forte dans presque tous les matériaux de matrice. Le fait d'augmenter l'énergie du faisceau au-dessus du potentiel d'excitation de la raie  $K\alpha$  du C augmente la profondeur de la pénétration des électrons, ce qui augmente le nombre de rayons X générés. Cependant, la fraction de rayons X émise est fortement diminuée comparée à l'intensité générée en raison de l'absorption élevée des rayons X avant d'atteindre la surface (voir Figure 1). L'énergie du faisceau optimale, qui produit l'intensité maximale des rayons X émis, dépend de l'échantillon. Bien que l'énergie du faisceau optimale pour de nombreux types de carbure, qui se rencontrent généralement dans les aciers, se situe dans la région de 6 keV [2], dans la pratique une valeur de 10 keV à 15 keV est plus habituellement utilisée lors de la mesure de la concentration en carbone pour l'intensité de la raie  $K\alpha$  du C et le diamètre du faisceau. L'utilisation d'un courant de faisceau élevé augmente le nombre total de rayons X mais s'accompagne d'une augmentation du diamètre du faisceau. À moins que le diamètre du faisceau soit un problème, il convient de fixer le courant du faisceau pour analyser le carbone dans les aciers à une valeur élevée pour avoir une bonne statistique de comptage. Il est recommandé de maintenir constant le courant du faisceau lors de la mesure de l'échantillon inconnu et de référence. La normalisation des comptages est acceptable si le courant est mesuré à intervalles rapprochés.



#### Légende

X énergie du faisceau, keV

Y intensité mesurée de la raie K $\alpha$  du C, cps/nA

**Figure 1** — Effet de l'énergie du faisceau sur l'intensité mesurée de la raie K $\alpha$  du C (voir Référence [2])

#### 2.4.2 Temps de comptage

Pour de meilleurs résultats, il convient que l'appareillage EPMA ait un dispositif efficace d'anticonamination avec une plaque refroidie à l'azote liquide et/ou une microfuite d'air ou d'oxygène sur l'échantillon pour limiter la contamination. Dans ce cas, il est recommandé que le mode opératoire inclue un temps fixe (selon l'instrument) sur chaque point afin de stabiliser le taux de comptage avant de commencer la mesure, aussi bien pour le matériau de référence que pour l'échantillon inconnu.

NOTE 1 Pour un instrument avec des taux élevés de contamination, la meilleure stratégie pourrait être de collecter autant de photons en un temps aussi court que possible, avant que la contribution des photons dus à la contamination n'atteigne un niveau inacceptable. La stratégie préférée est différente d'un instrument à un autre.

NOTE 2 Les origines du carbone qui pourrait contaminer la surface de l'échantillon par l'irradiation des électrons sont nombreuses (l'échantillon lui-même, le gaz résiduel à l'intérieur de la chambre de l'échantillon, les huiles associées aux pompes à vide, la lubrification de la mécanique du spectromètre, etc.). Comme mentionné plus haut, la contamination qui est due à l'irradiation des électrons peut être réduite à l'aide d'une plaque refroidie à l'azote liquide et/ou d'un jet d'air ou d'oxygène sur l'échantillon [2].

#### 2.4.3 Réglage de l'analyseur d'amplitude des impulsions (PHA)

Il convient d'ajuster les réglages du PHA pour éliminer toutes raies de diffraction d'ordre supérieur à la longueur d'onde utilisée pour la mesure de la raie K $\alpha$  du C.

NOTE Il est plus facile d'ajuster les réglages du PHA en utilisant un échantillon ayant une teneur élevée en carbone tel que Fe<sub>3</sub>C.

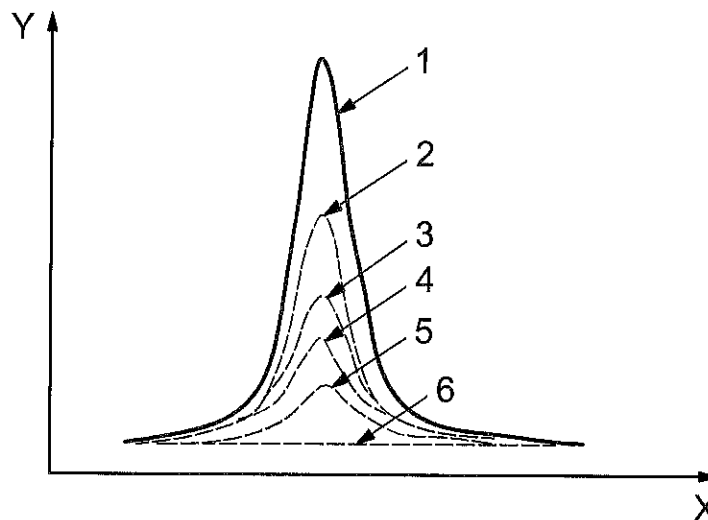
#### 2.4.4 Choix du cristal

Pour obtenir de bonnes statistiques de comptage, il convient que le cristal utilisé fournisse un taux de comptage élevé et un bon rapport pic sur fond à la longueur d'onde utilisée pour la mesure de la raie K $\alpha$  du C. Les instruments plus anciens utilisent un cristal de stéarate de plomb, mais les cristaux multicouches synthétiques avec une distance  $d$  optimisée et une intensité et des valeurs pic sur fond bien meilleures sont de nos jours disponibles.

## ISO 16592:2012(F)

### 2.5 Soustraction du fond

En réalisant des analyses quantitatives d'éléments plus lourds, il est recommandé de faire attention au choix des positions appropriées de mesure du fond de chaque côté du pic à mesurer. Le choix des positions est déterminé de façon à éviter des pics d'autres éléments qui pourraient être présents dans l'échantillon. Dans le cas de l'analyse du carbone, cependant, l'intensité mesurée de la raie  $K\alpha$  du C est la somme de cinq intensités provenant des atomes de carbone dans l'échantillon, l'intensité de la contamination en carbone sur la surface de l'échantillon due à la préparation de l'échantillon (courbe 4 à la Figure 2), l'intensité de la contamination en carbone due à l'irradiation des électrons pendant la mesure (courbe 3), l'intensité des rayons X continus (courbe 6) et l'intensité de tout pic superposé (courbe 5). Afin de déterminer l'intensité nette de la raie  $K\alpha$  du C générée dans le matériau inconnu et de référence, il est recommandé de soustraire ces intensités additionnelles de l'intensité totale mesurée.



#### Légende

- X longueur d'onde
- Y intensité mesurée de la raie  $K\alpha$  du C
- 1 intensité totale mesurée
- 2 intensité nette issue du carbone dans l'échantillon
- 3 intensité de la contamination due à l'irradiation des électrons pendant la mesure
- 4 intensité de la contamination due à la préparation de l'échantillon
- 5 intensité du pic superposé
- 6 intensité des rayons X continus

Figure 2 — Contributions à l'intensité mesurée de la raie  $K\alpha$  du C

La méthode du profil de pic peut être utilisée pour déterminer le niveau du fond continu (courbe 6). Mais la hauteur et/ou la surface du pic résultante ne donnent pas l'intensité nette dans l'échantillon parce que les intensités résultant de la contamination (courbes 3 et 4) sont toujours incluses. Pour estimer l'intensité nette produite dans l'échantillon sans les contributions dues à la contamination (courbes 3 et 4), il est très utile de mesurer l'intensité de la raie  $K\alpha$  du C sur un échantillon de référence de fer pur dans des conditions identiques à celles utilisées pour l'échantillon inconnu. Cette méthode implique d'effectuer un comptage sur du fer pur à la position de l'intensité maximale du pic de la raie  $K\alpha$  du C, sans se déplacer aux positions du fond, pour déterminer l'intensité des rayons X associée à une teneur nulle en carbone. Lorsque des pics superposés sont présents, la contribution apportée par l'élément ou les éléments doit être estimée en utilisant des matériaux de référence appropriés.

## 2.6 Établissement de la droite d'étalonnage

Il convient d'établir la droite d'étalonnage pour la détermination de la teneur en carbone dans les aciers à partir de la relation entre l'intensité nette de la raie  $K\alpha$  du C et un certain nombre de matériaux de référence certifiés ayant des teneurs en carbone différentes, comme le montre la Figure 3.

Compte tenu du fait qu'il existe une relation linéaire entre la teneur en carbone et l'intensité de la raie  $K\alpha$  du C dans la gamme allant de 0 % à 1,0 % en masse de carbone, la courbe d'étalonnage est donnée par l'Équation (1):

$$I_i = b_0 + b_1 C_i \quad (1)$$

où

$I_i$  est l'intensité des rayons X mesurée sur le matériau de référence;

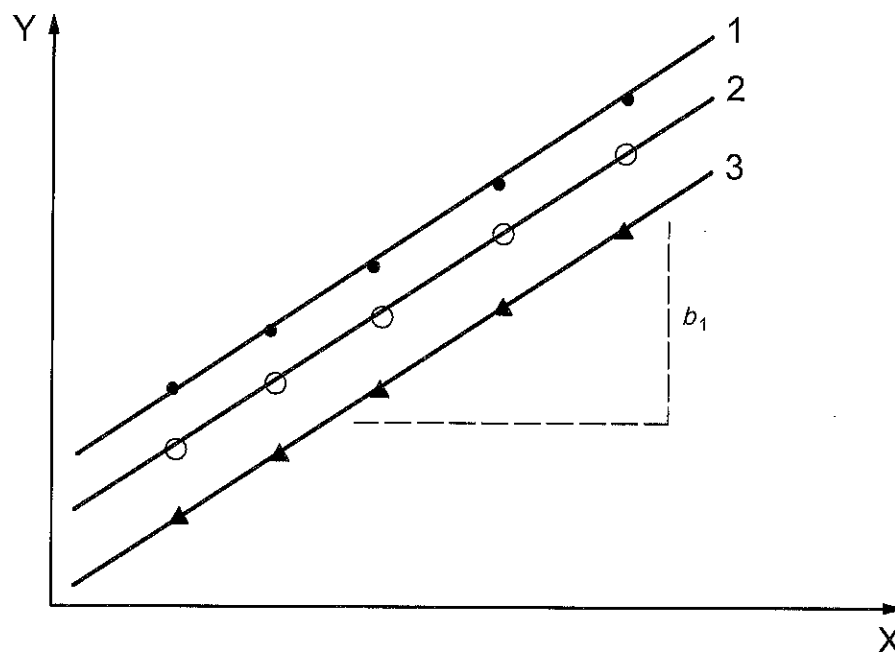
$C_i$  est la fraction massique de carbone dans le matériau de référence;

$b_0$  est l'intersection avec l'axe d'intensité;

$b_1$  est la pente de la courbe d'étalonnage.

Les coefficients  $b_0$  et  $b_1$  peuvent être calculés par ajustement linéaire par moindres carrés (voir Annexe A).

En utilisant du fer pur pour la soustraction du fond, l'intensité nette lorsque la teneur en carbone est nulle devrait théoriquement correspondre à zéro, mais elle a toujours une valeur finie en raison des effets de la contamination. Pour cette raison, il est recommandé d'apporter une attention particulière pour réduire la contamination en carbone.



### Légende

- X fraction massique de carbone, %
- Y intensité mesurée de la raie  $K\alpha$  du C, cps/nA
- 1 intensité totale mesurée de la raie  $K\alpha$  du C
- 2 intensité de la raie  $K\alpha$  du C après soustraction des contributions des pics superposés et du fond continu
- 3 intensité nette de la raie  $K\alpha$  du C après soustraction du fond obtenu sur du fer pur
- $b_1$  pente

Figure 3 — Droite d'étalonnage pour déterminer la teneur en carbone dans les aciers

## ISO 16592:2012(F)

### 3 Évaluation de l'incertitude

Il convient d'effectuer la validation de la méthode avant de faire toutes les analyses. Cela peut être réalisé en utilisant des matériaux de référence certifiés. Il convient que l'analyste établisse la répétabilité, la reproductibilité et l'incertitude de la mesure pour les échantillons typiques analysés dans le laboratoire. Il est également recommandé que l'analyste valide la méthode pour s'assurer qu'elle est adaptée.

Il convient d'identifier les facteurs qui contribuent à l'incertitude de la mesure. Les facteurs typiques sont associés à l'instrument, aux changements de conditions ambiantes, au procédé analytique, à l'échantillon et à l'opérateur. De grandes différences dans la composition chimique de l'échantillon sur de petites surfaces peuvent être une source importante d'incertitude dans la mesure. Il convient d'obtenir la répétabilité de la mesure 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.

Il convient d'établir la reproductibilité de la mesure en réalisant les essais de répétabilité à différents intervalles. Cela peut comprendre différents opérateurs et différentes surfaces de l'échantillon. La participation aux essais d'aptitude et 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 de matériaux de référence certifiés (CRM) en utilisant des conditions de fonctionnement identiques. Cette approche permet également d'établir la traçabilité des résultats par rapport aux normes reconnues et d'identifier l'existence d'erreurs systématiques. Une alternative est que le laboratoire établisse l'exactitude en utilisant des résultats obtenus par une méthode ou des méthodes analytiques établies.

Il convient que l'incertitude des valeurs calculées à partir de la droite d'étalonnage soit estimée en utilisant les méthodes données dans l'Annexe A [3] [4]. Les mesures de répétabilité/reproductibilité fournissent une estimation de l'incertitude combinée à partir de sources aléatoires. Un exemple pratique de détermination de la concentration en carbone dans un acier et de l'évaluation de l'incertitude est montré dans l'Annexe B.

### 4 Rapport d'essai

Il convient de garder les enregistrements de l'instrument et des différentes investigations de sorte que, s'il y a lieu, un rapport d'essai conforme à l'ISO/CEI 17025:2005, 5.10 puisse être établi, y compris ce qui suit:

- a) une référence à la méthode d'essai utilisée, c'est-à-dire l'ISO 16592:2012;
- b) le nom et l'adresse du laboratoire qui a effectué l'étalonnage (ou les étalonnages) ou l'essai (ou les essais) et l'adresse où ceux-ci ont été effectués si cette adresse est différente de l'adresse du laboratoire;
- c) le nom et l'adresse du client, le cas échéant;
- d) la date de réception de l'étalon ou de l'échantillon d'essai et la ou les date(s) à laquelle ou lesquelles l'étalonnage (ou les étalonnages) ou l'essai (ou les essais) ont été effectués, si cette adresse est différente de celle du laboratoire;
- e) le type d'instrument et le numéro de référence;
- f) l'angle d'émergence de l'instrument;
- g) la référence du procédé d'échantillonnage utilisé, le cas échéant;
- h) les matériaux de référence utilisés pour l'établissement de la courbe d'étalonnage;
- i) la méthode de préparation de l'échantillon;
- j) l'énergie du faisceau;
- k) le courant du faisceau;

**ISO 16592:2012(F)**

- l) le cristal utilisé;
- m) les réglages du PHA;
- n) les temps de comptage pour la mesure de l'intensité de la raie  $K\alpha$  du C;
- o) la méthode utilisée pour la mesure du fond;
- p) les résultats et une mesure de leur incertitude;
- q) tout écart, toute addition ou exclusion de la méthode d'étalonnage ou de la méthode d'essai, et toute autre information concernant un étalonnage ou un essai spécifique, par exemple les conditions environnementales;
- r) la date de l'essai et la date à laquelle le rapport d'essai a été établi;
- s) la signature de la personne responsable.

## Annexe A (informative)

### Méthode d'estimation de l'incertitude de la valeur calculée à partir d'une droite d'étalonnage

La fraction massique de carbone dans l'échantillon d'acier peut être calculée en utilisant une droite d'étalonnage établie sur des matériaux de référence appropriés. Le procédé d'ajustement linéaire par les moindres carrés utilisé suppose que les incertitudes des valeurs de la teneur en carbone sont considérablement plus petites que celles des valeurs de l'intensité nette de la raie  $K\alpha$  du carbone. Par conséquent, le procédé habituel de calcul de l'incertitude reflète l'incertitude de l'intensité des rayons X mesurée par EPMA et non une incertitude liée aux matériaux de référence.

La droite d'étalonnage est donnée par

$$I_i = b_0 + b_1 C_i \tag{A.1}$$

où

$I_i$  est l'intensité des rayons X mesurée sur les matériaux de référence;

$C_i$  est la fraction massique de carbone dans les matériaux de référence;

$b_0$  est l'intersection avec l'axe d'intensité;

$b_1$  est la pente de la courbe d'étalonnage.

L'incertitude type  $u_C(y)$  est donnée par l'équation suivante où  $y$  dépend des variables  $x_1, x_2, \dots, x_N$  (voir Références [3] et [4]):

$$u_C^2[y(x_1, x_2, \dots)] = \sum_{i=1}^N \sum_{j=1}^N \frac{\partial y}{\partial x_i} \frac{\partial y}{\partial x_j} u(x_i, x_j) = \sum_{i=1}^N \left( \frac{\partial y}{\partial x_i} \right)^2 u^2(x_i) + 2 \sum_{j=1}^{N-1} \sum_{i=j+1}^N \frac{\partial y}{\partial x_i} \frac{\partial y}{\partial x_j} u(x_i) u(x_j) r(x_i, x_j) \tag{A.2}$$

où  $r(x_i, x_j)$  est le coefficient de corrélation.

Alors l'incertitude  $u(C_S)$  est calculée comme suit:

$$C_S = (I_S - b_0) / b_1 \tag{A.3}$$

$$\begin{aligned} u^2(C_S) &= \left( \frac{1}{b_1} \right)^2 u^2(I_S) + \left( \frac{1}{b_1} \right)^2 u^2(b_0) + \left( \frac{I_S - b_0}{b_1^2} \right)^2 u^2(b_1) + 2u(b_0)u(b_1)r(b_0, b_1) \left( \frac{I_S - b_0}{b_1^2} \right) \\ &= \left( \frac{1}{b_1} \right)^2 u^2(I_S) + \left( \frac{1}{b_1} \right)^2 u^2(b_0) + \left( \frac{C_S}{b_1} \right)^2 u^2(b_1) + 2u(b_0)u(b_1)r(b_0, b_1) \left( \frac{C_S}{b_1^2} \right) \\ &= \left( \frac{1}{b_1} \right)^2 \left[ u^2(I_S) + u^2(b_0) + C_S^2 u^2(b_1) + 2C_S u(b_0)u(b_1)r(b_0, b_1) \right] \end{aligned} \tag{A.4}$$

Les équations à utiliser dans le calcul de  $b_0$ ,  $b_1$ ,  $u^2(b_0)$ ,  $u^2(b_1)$ ,  $r(b_0, b_1)$  sont les suivantes [5]:

$$b_0 = \frac{1}{D} \left( \sum_{i=1}^n \frac{I_i}{\sigma_i^2} \cdot \sum_{i=1}^n \frac{C_i^2}{\sigma_i^2} - \sum_{i=1}^n \frac{I_i C_i}{\sigma_i^2} \cdot \sum_{i=1}^n \frac{C_i}{\sigma_i^2} \right)$$

$$b_1 = \frac{1}{D} \left( \sum_{i=1}^n \frac{1}{\sigma_i^2} \cdot \sum_{i=1}^n \frac{I_i C_i}{\sigma_i^2} - \sum_{i=1}^n \frac{I_i}{\sigma_i^2} \cdot \sum_{i=1}^n \frac{C_i}{\sigma_i^2} \right)$$

$$D = \sum_{i=1}^n \frac{1}{\sigma_i^2} \cdot \sum_{i=1}^n \frac{C_i^2}{\sigma_i^2} - \left( \sum_{i=1}^n \frac{C_i}{\sigma_i^2} \right)^2$$

$$u^2(b_0) = \frac{1}{D} \sum_{i=1}^n \frac{C_i^2}{\sigma_i^2}$$

$$u^2(b_1) = \frac{1}{D} \sum_{i=1}^n \frac{1}{\sigma_i^2}$$

$$r(b_0, b_1) = - \frac{\sum_{i=1}^n \frac{C_i}{\sigma_i^2}}{\sqrt{\sum_{i=1}^n \frac{1}{\sigma_i^2} \cdot \sum_{i=1}^n \frac{C_i^2}{\sigma_i^2}}}$$

où

$b_0$  est l'intersection de la courbe d'étalonnage avec l'axe d'intensité;

$b_1$  est la pente de la courbe d'étalonnage;

$n$  est le nombre de mesures pour l'étalonnage;

$C_S$  est la fraction massique de carbone déterminé pour un échantillon;

$I_S$  est l'intensité des rayons X mesurée sur un échantillon;

$\sigma_i^2$  est l'écart-type de  $I_i$ ;

$I_i$  est l'intensité des rayons X mesurée sur les matériaux de référence;

$C_i$  est la fraction massique de carbone dans les matériaux de référence.

ISO 16592:2012(F)

**Annexe B**  
 (informative)

**Exemple de la détermination de la fraction massique de carbone et de l'évaluation de l'incertitude dans un acier**

La fraction massique de carbone a été déterminée en utilisant une droite d'étalonnage préparée. À cette fin, cinq matériaux de référence ont été utilisés, dont les fractions massiques en carbone étaient de 0,089 %, 0,188 %, 0,281 %, 0,460 % et 0,680 %. Les mesures de l'intensité de la raie  $K\alpha$  du C sur les cinq matériaux de référence ont été faites cinq fois chacune, donnant les résultats du Tableau B.1.

**Tableau B.1 — Intensités mesurées de la raie  $K\alpha$  du C sur les matériaux de référence et inconnus**  
 (unité: comptages)

Fraction massique de carbone %	1	2	3	4	5	Moyenne	Écart-type
0,089	7 842	7 908	7 806	7 956	7 896	7 882	58,6
0,188	9 360	9 168	9 240	9 396	9 342	9 301	94,3
0,281	10 158	10 230	10 380	10 182	10 218	10 234	86,7
0,460	12 612	12 552	12 546	12 930	12 480	12 624	177,3
0,680	14 730	15 012	14 868	14 736	14 562	14 782	168,5
Inconnu	12 372	12 006	12 180	—	—	12 186	183,1

En appliquant les équations données dans l'Annexe A, les résultats suivants ont été obtenus:

$$b_0 = 6\,882$$

$$b_1 = 11\,948$$

$$u(b_0) = 66,87$$

$$u(b_1) = 260,46$$

$$r(b_0, b_1) = -0,794$$

Lorsque l'intensité des rayons X ( $I_S$ ) mesurée sur l'échantillon inconnu était égale à 12 186, la fraction massique de carbone dans l'échantillon inconnu calculée par droite d'étalonnage était comme suit:

$$C_S = (12\,186 - 6\,882)/11\,948 = 0,44 \%$$

Alors l'incertitude  $u(C_S)$  a été calculée comme suit:

$$\begin{aligned} u^2(C_S) &= \left(\frac{1}{b_1}\right)^2 \left[ u^2(I_S) + u^2(b_0) + C_S^2 u^2(b_1) + 2C_S u(b_0)u(b_1)r(b_0, b_1) \right] \\ &= \left(\frac{1}{11948}\right)^2 \left[ 183,1^2 + 66,87^2 + 0,44^2 \times 260,46^2 + 2 \times 0,44 \times 66,87 \times 260,46 \times (-0,794) \right] \\ &= 0,000\ 273 \end{aligned}$$

où  $u^2(I_S) = 183,1^2$  a été calculé sur la base de l'intensité des rayons X mesurée sur l'échantillon inconnu.

Ainsi,  $u(C_S) = 0,017\ %$ .

ISO 16592:2012(F)

## Bibliographie

- [1] SAUNDERS, S.R.J., KARLUCK, P. and SLOOF, W.G. Certified reference Materials for Micro-Analysis of Carbon and Nitrogen, *Microchimica Acta*, **145**, 2004, pp. 209-213
- [2] BASTIN, G.F. and HEIJLINGERS, H.J.M. *Quantitative Electron Probe Microanalysis of Carbon in Binary Carbides*. University of Eindhoven, The Netherlands, 1990
- [3] ELLISON, S.L.R., ROSSLEIN, M. and Williams, A. *Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement*, 2nd edn, EURACHE/CITAC Guide, 2000
- [4] Guide ISO/CEI 98-3, *Incertitude de mesure — Partie 3: Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure (GUM:1995)*
- [5] TAYLOR, J.R. *An Introduction to Error Analysis*, University Science Books, 1982
- [6] SCOTT, V.D., LOVE, G. and REED, S.J.B. *Quantitative Electron Probe Microanalysis*, 2nd edn, Ellis Horwood, London, 1995
- [7] DUERR, J.S. and OGILVIE, R.E. Electron Probe Microdetermination of Carbon in Ferrous Alloys. *Analytical Chemistry*, 1972, **44**, No.14, pp. 2361-2367
- [8] ISO 5725-6, *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure — Partie 6: Utilisation dans la pratique des valeurs d'exactitude*
- [9] 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*
- [10] ISO 14595, *Analyse par microfaisceaux — Microanalyse par sonde à électrons — Lignes directrices pour les spécifications des matériaux de référence certifiés (CRM)*
- [11] 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)*
- [12] 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*
- [13] ISO 23833, *Analyse par microfaisceaux — Analyse par microsonde électronique (microsonde de Castaing) — Vocabulaire*
- [14] ISO/CEI 17025:2005, *Exigences générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais*



**ISO 16592:2012(F)**

---

**ICS 71.040.50**

Prix basé sur 12 pages