

ISO 23833:2013

AVRIL 2013

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

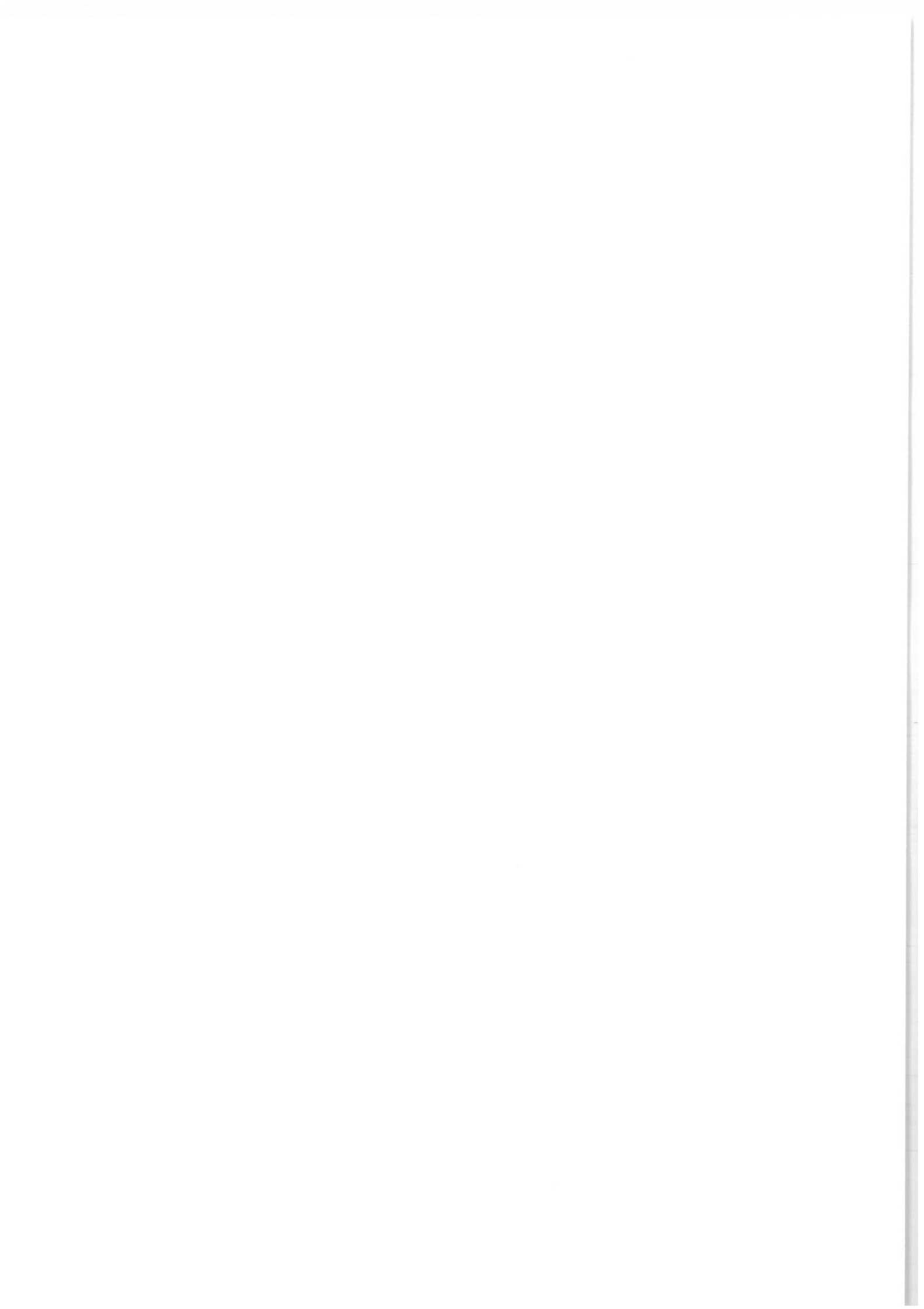
Pour : GN-MEBA

Client : 23432617

le : 01/03/2018 à 17:26

Diffusé avec l'autorisation de l'éditeur

Distributed under licence of the publisher



NORME
INTERNATIONALE

ISO
23833

Deuxième édition
2013-04-15

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

*Microbeam analysis — Electron probe microanalysis (EPMA) —
Vocabulary*



Numéro de référence
ISO 23833:2013(F)

© ISO 2013

ISO 23833:2013(F)



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2013

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, 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, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au 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

ISO 23833:2013(F)

Sommaire

	Page
Avant-propos	iv
Introduction	v
1 Domaine d'application	1
2 Abréviations	1
3 Définitions de termes généraux utilisés dans l'analyse par microsonde de Castaing	1
4 Définition de termes utilisés pour décrire l'instrumentation EPMA	7
5 Définition de termes utilisés en EPMA	18
Bibliographie	28

ISO 23833:2013(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 23833 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 202, *Analyse par microfaisceaux*, sous-comité SC 1, *Terminologie*.

La Société européenne d'analyse par microfaisceaux (EMAS) a contribué à la préparation de ce document.

Cette deuxième édition de l'ISO 23833 annule et remplace la première édition (ISO 23833:2006), dont elle constitue une révision mineure.

La présente Norme internationale est liée par référence croisée à la norme relative au vocabulaire de l'analyse chimique des surfaces préparée par l'ISO/TC 201 (ISO 18115-1:2010).

ISO 23833:2013(F)

Introduction

L'analyse de rayons X par microsonde électronique ou microsonde de Castaing (EPMA) est une technique moderne utilisée pour déterminer sur le plan qualitatif et mesurer sur le plan quantitatif la composition élémentaire de matériaux solides, y compris des alliages métalliques, céramiques, verres, minéraux, polymères, poudres etc., sur une échelle spatiale d'environ un micromètre latéralement et en profondeur. L'EPMA est basée sur le mécanisme physique de l'émission de rayons X stimulée par des électrons et de la spectrométrie X.

Étant l'un des principaux sous-domaines de l'analyse par microfaisceaux, la technique EPMA est largement appliquée dans différents secteurs de l'économie (hautes technologies, industries de base, métallurgie et géologie, biologie et médecine, protection de l'environnement, commerce, etc.) et elle présente un vaste environnement commercial pour la normalisation.

La normalisation de la terminologie dans un domaine technique donné est l'une des conditions de base préalables au développement de normes sur d'autres aspects de ce domaine.

La présente Norme internationale répond à la nécessité de disposer d'un vocabulaire EPMA contenant des définitions cohérentes de termes qui sont utilisés dans la pratique de l'analyse par microsonde électronique, par les communautés scientifiques et techniques internationales qui emploient cette technique.

Analyse par microfaisceaux — Analyse par microsonde électronique (microsonde de Castaing) — Vocabulaire

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale définit des termes employés dans la pratique de l'analyse par microsonde électronique (microsonde de Castaing). Elle couvre à la fois des concepts généraux et des concepts spécifiques, classés selon le rang hiérarchique qu'ils occupent dans un ordre systématique.

La présente Norme internationale est applicable à tous les documents de normalisation relatifs à la pratique de l'EPMA. En outre, certaines parties de la présente Norme internationale sont applicables aux documents relatifs à la pratique de techniques apparentées (MEB, AEM, EDX, etc.) pour la définition des termes communs à ces techniques.

2 Abréviations

BSE	électron rétrodiffusé
MRC	matériau de référence certifié
EDS	spectromètre à sélection d'énergie
EDX	spectrométrie X à sélection d'énergie
EPMA	analyse par microsonde de Castaing ou microsonde de Castaing
eV	électronvolt
keV	kiloélectronvolt
MR	matériau de référence
SE	électron secondaire
MEB	microscope électronique à balayage
WDS	spectromètre à dispersion de longueur d'onde
WDX	spectrométrie X à dispersion de longueur d'onde

3 Définitions de termes généraux utilisés dans l'analyse par microsonde de Castaing

3.1

analyse par microsonde de Castaing

EPMA

technique d'analyse élémentaire à résolution spatiale, basée sur la spectrométrie X par excitation d'électrons, utilisant une sonde électronique focalisée et un volume d'interaction des électrons ayant des dimensions micrométriques à submicrométriques

ISO 23833:2013(F)

3.1.1

EPMA qualitative

mode opératoire de l'EPMA entraînant l'identification des éléments présents dans le volume d'interaction provoqué par l'excitation d'électrons, par une méthode systématique de reconnaissance et d'affectation des pics de spectres de rayons X à des éléments spécifiques

3.1.2

EPMA quantitative

mode opératoire entraînant l'affectation de valeurs numériques pour représenter les concentrations de constituants élémentaires qui avaient été identifiées précédemment dans le volume d'interaction provoqué par l'excitation d'électrons lors de la phase d'analyse qualitative de l'EPMA

Note 1 à l'article: L'analyse quantitative peut être réalisée en comparant les intensités inconnues de pics X aux intensités de pics X mesurées dans les mêmes conditions sur un ou des matériaux de référence, ou bien en calculant la concentration à partir des premiers principes (également connue sous le nom d'analyse sans témoin).

3.2

microsonde de Castaing

instrument permettant de réaliser une microanalyse de rayons X émis par excitation d'électrons

Note 1 à l'article: Cet instrument est généralement équipé de plus d'un seul spectromètre de longueur d'onde et d'un microscope optique pour positionner les échantillons avec fidélité.

3.3

diffusion d'électrons

écart de trajectoire et/ou d'énergie cinétique subi par les électrons d'un faisceau énergétique incident suite à une interaction avec un atome ou électron de l'échantillon

3.3.1

angle de diffusion

angle entre la direction de la particule ou du photon incident et la direction que prend la particule ou le photon après la diffusion

[ISO 18115-1:2010]

3.3.2

rétrodiffusion

échappement d'électrons du faisceau en dehors de l'échantillon, suite à des événements de diffusion suffisants pour faire en sorte que les trajectoires croisent la surface d'entrée de l'échantillon

3.3.2.1

coefficient de rétrodiffusion

η
fraction d'électrons du faisceau qui sont rétrodiffusés, définie par l'équation suivante:

$$\eta = n(\text{BS})/n(\text{B})$$

où $n(\text{B})$ est le nombre d'électrons incidents et $n(\text{BS})$ le nombre d'électrons rétrodiffusés

3.3.2.2

électron rétrodiffusé

électron éjecté de la surface d'entrée de l'échantillon par un processus de rétrodiffusion

3.3.2.3

distribution angulaire d'électrons rétrodiffusés

distribution d'électrons rétrodiffusés en tant que fonction de l'angle relatif à la normale de la surface

3.3.2.4

distribution en profondeur d'électrons rétrodiffusés

distribution d'électrons rétrodiffusés en tant que fonction de la profondeur maximale atteinte dans l'échantillon avant qu'ils ne reviennent à la surface d'entrée pour quitter l'échantillon

ISO 23833:2013(F)

3.3.3

approximation de la perte d'énergie continue

description mathématique de la perte d'énergie par la propagation rapide d'électrons dans la matière, selon laquelle tous les processus inélastiques discrets sont donnés approximativement sous la forme d'un processus unique de perte d'énergie continue

Note 1 à l'article: Appelée aussi approximation du ralentissement continu (CSDA).

3.3.4

diffusion élastique

interaction d'un électron énergétique issu du faisceau incident et d'un atome de l'échantillon, pendant laquelle l'énergie de l'électron reste principalement inchangée mais sa trajectoire est modifiée selon un angle compris entre 0 et π rad (180°), avec une moyenne d'environ 0,1 rad

3.3.5

diffusion inélastique

interaction d'un électron énergétique issu du faisceau incident et d'un atome ou électron de l'échantillon, pendant laquelle l'énergie cinétique est perdue pour l'échantillon par divers mécanismes (génération d'électrons secondaires, bremsstrahlung, ionisation de la couche interne, excitation du plasmon et du photon)

Note 1 à l'article: Pour la diffusion inélastique, la trajectoire des électrons est modifiée selon un angle faible, généralement inférieur à 0,01 rad.

3.3.6

section efficace de diffusion

nombre d'événements de diffusion par unité de surface

description mathématique de la probabilité d'un événement de diffusion (élastique ou inélastique)

Note 1 à l'article: Voir *section efficace d'ionisation* (3.4.4).

Note 2 à l'article: La section efficace de diffusion est généralement exprimée simplement comme une surface, en cm^2 . Le nombre d'événements de diffusion par unité de surface est exprimé par le nombre d'événements/ (atomes/ cm^2).

3.3.7

effet de diffusion

phénomène physique mesurable tel que la rétrodiffusion d'électrons ou la perte de génération de rayons X, résultant de la modification de la trajectoire et/ou de l'énergie cinétique d'un électron du faisceau énergétique incident, par des processus de diffusion dans l'échantillon

3.3.8

électron secondaire

électron d'un échantillon, émis suite à la diffusion inélastique de l'électron primaire du faisceau par des électrons de valence faiblement liés de l'échantillon

Note 1 à l'article: Les électrons secondaires ont par convention une énergie inférieure à 50 eV.

3.4

rayon X

photon de rayonnement électromagnétique créé par l'ionisation de la couche interne ou par décélération d'un électron énergétique dans le champ coulombien d'un atome

3.4.1

rayon X caractéristique

photon de rayonnement électromagnétique créé par la relaxation d'un état atomique excité créé par l'ionisation de la couche interne suite à la diffusion inélastique d'un électron ou d'un ion énergétique, ou par absorption d'un photon X

ISO 23833:2013(F)

3.4.2

rayon X continu

photon de rayonnement électromagnétique créé par décélération (mécanisme de diffusion inélastique) d'un électron énergétique dans le champ coulombien d'un atome

3.4.3

rendement de fluorescence

ω

fraction d'événements d'ionisation de la couche interne qui provoquent l'émission de rayons X caractéristiques pendant la désexcitation qui suit

Note 1 à l'article: Le rendement de fluorescence est indépendant de la méthode d'ionisation.

3.4.4

section efficace d'ionisation

nombre d'événements d'ionisation par unité de surface

description mathématique de la probabilité d'ioniser un atome en rejetant un électron atomique d'une couche particulière d'électrons liés dans le vide non lié ou continuum

Note 1 à l'article: Voir *section efficace de diffusion* (3.3.6).

Note 2 à l'article: La section efficace d'ionisation est généralement exprimée simplement comme une surface, en cm^2 ou en barns (10^{-24}cm^2). La probabilité d'événements d'ionisation est exprimée par le nombre d'événements/ (atomes/ cm^2).

Note 3 à l'article: La section efficace d'ionisation est généralement désignée par Q , qui est défini par l'expression mathématique suivante: $dn = Q(N\rho/A)dx$ où dn est le nombre d'événements d'ionisation qui se produisent à chaque incrément dx du trajet des électrons et $N\rho/A$ est le nombre d'atomes par unité de volume.

3.4.5

énergie d'ionisation

énergie d'excitation critique

énergie de seuil

énergie minimale requise pour ioniser un électron atomique, c'est-à-dire pour retirer un électron lié d'une couche (par exemple K, L, etc.) afin d'obtenir (au minimum) le continuum d'états énergétiques dans un solide

Note 1 à l'article: Les unités d'énergie d'ionisation sont l'électronvolt (eV) ou le kiloélectronvolt (keV).

3.4.6

valeur J

énergie d'ionisation moyenne, un paramètre critique dans les descriptions mathématiques de l'approximation de la perte d'énergie continue

3.4.7

loi de ralentissement

dE/ds

taux de perte d'énergie d'un électron primaire (à partir de tous les processus de diffusion inélastique) par rapport à la distance parcourue dans l'échantillon

Note 1 à l'article: La loi de ralentissement est exprimée comme étant la perte d'énergie par rapport à l'unité de distance (par exemple eV/nm).

3.4.8

effet de fluorescence X

fluorescence secondaire

absorption photoélectrique d'un rayon X (caractéristique ou bremsstrahlung) par un atome, donnant un état atomique excité qui se désexcitera avec une transition d'électron d'une couche à une autre et l'émission ultérieure d'un électron Auger ou d'un rayon X caractéristique de l'atome absorbant

ISO 23833:2013(F)

3.4.9

génération de rayons X

génération de rayons X dans l'échantillon sous l'effet du bombardement d'un faisceau incident (électrons, ions ou photons)

Note 1 à l'article: Les rayons X peuvent être générés par l'ionisation de couches atomiques internes (rayons X caractéristiques) ou par le processus de «rayonnement de freinage» (bremsstrahlung) (rayonnement du continuum ou rayonnement blanc).

3.5

absorption de rayons X

atténuation de l'intensité de rayons X traversant la matière, due principalement à l'absorption photoélectrique pour les énergies X adaptées à l'EPMA

3.5.1

saut d'absorption

énergie d'ionisation pour une couche ou sous-couche particulière d'une espèce d'atome

Note 1 à l'article: Les sauts d'absorption sont détectés dans des spectres comme des discontinuités du fond continu de rayons X (bremsstrahlung) dues à un changement net du coefficient d'absorption massique de rayons X à la discontinuité.

3.5.2

facteur d'absorption

$f(\lambda)$

rapport entre l'intensité de rayons X émise et l'intensité générée vers le détecteur de rayons X

3.5.3

fonction de distribution en profondeur

$\phi(\rho z)$

fonction décrivant la distribution de rayons X générés en fonction de la profondeur en dessous de la surface de l'échantillon

Note 1 à l'article: ρz est exprimé en unités de masse multipliées par l'épaisseur (profondeur).

3.5.4

discontinuité d'absorption

<EPMA, TXRF> rapport du coefficient d'absorption des rayons X à une énergie située juste avant un saut d'absorption à celui obtenu à une énergie située juste après ce saut

Note 1 à l'article: Les spectres d'absorption des rayons X peuvent avoir des formes complexes pour les énergies de rayons X proches des seuils de photo-ionisation et un saut correctement défini n'est pas toujours observé au niveau du seuil.

[ISO 18115-1:2010]

3.5.5

coefficient d'absorption massique

μ_1/ρ

paramètre matériel lié à la perte d'intensité des rayons X due uniquement à l'absorption photoélectrique pendant le passage dans la matière, où μ_1 est le coefficient d'absorption linéaire et ρ est la masse volumique du matériau

Note 1 à l'article: Les dimensions sont exprimées en unité de surface par unité de masse (exemple: cm²/g). Il est parfois fait référence à la section efficace d'absorption massique.

ISO 23833:2013(F)

3.5.6

coefficient d'atténuation massique

μ/ρ

paramètre matériel lié à la perte d'intensité des rayons X due à l'ensemble des processus d'absorption et de diffusion pendant le passage dans la matière, déterminé par l'équation suivante:

$$I/I_0 = \exp[-(\mu/\rho)\rho s]$$

où I_0 est l'intensité des rayons X incidents, I est l'intensité restante après traversée sur une distance s du matériau, μ est le coefficient d'absorption linéaire, ρ est la masse volumique du matériau, s est l'épaisseur du trajet parcouru en cm

Note 1 à l'article: Les dimensions sont exprimées en unité de surface par unité de masse (exemple: cm²/g). Il est parfois fait référence à la section efficace d'absorption massique.

3.5.7

profondeur massique

ρz

description d'une dimension comme produit de la distance linéaire (cm) et de la masse volumique (g/cm³)

Note 1 à l'article: Elle est exprimée en grammes par centimètres carrés.

3.5.8

angle d'émergence des rayons X

ψ

angle formé par la surface de l'échantillon et l'axe central du spectromètre X

3.6

spectre de rayons X

courbe de l'intensité de photons X en tant que fonction de l'énergie ou de la longueur d'onde

Note 1 à l'article: Le plus souvent, c'est le nombre de photons par unité de temps qui est représenté, mais d'autres mesures de l'intensité sont possibles.

3.6.1

spectre de rayons X caractéristiques

pics ou raies X associés à une espèce d'atome en particulier et générés par l'ionisation de la couche interne (causée par un photon, un ion ou un électron énergétique), suivie de transitions électroniques entre couches et de l'émission d'énergie excédentaire sous forme d'un photon

3.6.1.1

famille de raies X

ensemble systématique de rayons X caractéristiques produits en tant que résultat de tous les trajets possibles d'ionisation d'une couche/sous-couche particulière et des transitions électroniques entre les couches qui se produisent par la suite

3.6.1.2

raie K

une des émissions de raies caractéristiques provenant de l'ionisation de la couche K

3.6.1.3

spectre K

série de rayons X caractéristiques provenant de l'ionisation de la couche K d'un atome

3.6.1.4

raie L

une des émissions de raies caractéristiques provenant de l'ionisation de la couche L

3.6.1.5

spectre L

série de rayons X caractéristiques provenant de l'ionisation des couches L d'un atome

ISO 23833:2013(F)

3.6.1.6

raie M

une des émissions de raies caractéristiques provenant de l'ionisation de la couche M

3.6.1.7

spectre M

série de rayons X caractéristiques provenant de l'ionisation des couches M d'un atome

3.6.1.8

raie satellite

composante à abondance relative faible, proche d'un pic caractéristique, qui peut résulter de l'un quelconque de divers processus ou situations: transitions «interdites», raies «hors diagramme» et atomes doublement ionisés

3.6.1.9

table de raies X

table des paramètres fondamentaux pour l'analyse qualitative par EPMA

Note 1 à l'article: La table de raies X pour l'analyse qualitative par EPMA contient les longueurs d'onde (ou énergies) des raies K, L et M des éléments à analyser. Il peut inclure également leurs intensités relatives, la largeur à mi-hauteur (FWHM) de chaque pic, les noms des cristaux de diffraction utilisés et leur distance interplanaire, ainsi que les longueurs d'onde (ou énergies) des raies satellites.

3.6.2

spectre continu de rayons X

continuum

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 E_0 (limite de Duane-Hunt)

3.6.2.1

limite de Duane-Hunt

énergie du faisceau

E_0

énergie photonique maximale dans le spectre de rayons X continu, correspondant à la conversion complète de l'énergie d'un électron incident en un événement isolé

3.6.2.2

loi de Kramer

observation expérimentale de l'intensité du continuum de rayons X en tant que fonction de l'énergie du faisceau d'électrons incident, de l'énergie photonique et du numéro atomique de l'échantillon

4 Définition de termes utilisés pour décrire l'instrumentation EPMA

4.1

optique électronique

système de lentilles électrostatiques et électromagnétiques constituant le système de formation de faisceau

4.1.1

condenseur

première lentille de réduction, c'est-à-dire, dans un système à deux lentilles, celle qui est placée immédiatement en dessous du canon à électrons

Note 1 à l'article: Sa fonction principale consiste à définir le courant du faisceau.

4.1.1.1

diaphragme du condenseur

diaphragme fixe comportant une ouverture axiale qui définit la transmission angulaire du condenseur

ISO 23833:2013(F)

4.1.1.2

courant du condenseur

courant réglable de l'extérieur, qui circule dans la bobine du condenseur, générant le champ magnétique donnant lieu à l'action de focalisation

4.1.2

réduction

valeur numérique correspondant à la réduction en taille du diamètre d'un faisceau au moment où il quitte la lentille, par rapport au diamètre incident, sous l'action de la focalisation

Note 1 à l'article: Cette valeur est égale à p/q , où p est la distance entre l'objet et le centre de la lentille et q est la distance entre l'image et le centre de la lentille.

4.1.3

canon à électrons

source d'électrons dans l'EPMA, se composant d'un émetteur (filament chauffé en tungstène ou LaB_6 ou bien d'une pointe d'émission de champ froide ou assistée thermiquement) et de l'optique d'accélération et d'extraction électrostatique

4.1.3.1

brillance du canon à électrons

β
courant par unité de surface et par unité d'angle solide dans le faisceau, calculé par l'équation suivante:

$$\beta = 4I/(\pi^2 d^2 \alpha^2)$$

où I est l'intensité du courant (A), d est le diamètre du faisceau (cm) et α est la divergence du faisceau (rad)

4.1.3.2

courant du canon à électrons

courant du faisceau

courant du faisceau lorsque celui-ci quitte le dernier élément du canon à électrons

4.1.4

objectif

lentille formant la sonde électronique, c'est-à-dire, dans un système à deux lentilles, celle qui est placée immédiatement au-dessus de l'échantillon et en dessous du condenseur

Note 1 à l'article: Sa fonction principale consiste à focaliser la sonde finale.

4.1.4.1

aberration de l'objectif

n'importe lequel des différents défauts de la lentille (aberration sphérique, aberration chromatique, diffraction, etc.) dégradant la focalisation de la sonde

4.1.4.2

diaphragme de l'objectif

diaphragme comportant une ouverture axiale placée au-dessus de l'objectif, qui définit la divergence angulaire du faisceau focalisé et qui réduit les aberrations sphériques

Note 1 à l'article: Généralement, une sélection de diaphragmes se trouve sur un coulisseau réglable de l'extérieur.

4.1.4.3

courant de l'objectif

courant réglable de l'extérieur, qui circule dans la bobine de l'objectif, générant le champ magnétique donnant lieu à l'action de focalisation

ISO 23833:2013(F)

4.1.5

distance de travail

distance séparant la face inférieure de la pièce polaire de l'objectif et la surface de l'échantillon

Note 1 à l'article: Dans le passé, cette distance était définie comme la distance séparant le plan principal de l'objectif et le plan contenant la surface de l'échantillon.

4.2

faisceau d'électrons

(optique électronique) faisceau d'électrons préalable à sa focalisation par le système optique électronique sur l'échantillon

4.2.1

courant du faisceau

courant électronique du faisceau d'électrons

Note 1 à l'article: Voir *faisceau d'électrons* (3.2).

4.2.1.1

densité du courant du faisceau

courant du faisceau ramené à la surface du faisceau

Note 1 à l'article: Il est exprimé en ampères par centimètre carré.

4.2.1.2

stabilité du courant du faisceau

variation du courant du faisceau au cours du temps

Note 1 à l'article: Voir *courant du faisceau* (4.2.1).

4.2.1.3

diamètre du faisceau

diamètre du faisceau d'électrons contenant une fraction spécifiée du courant total, par exemple 0,8 (80 %) du total.

Note 1 à l'article: Voir *faisceau d'électrons* (4.2).

Note 2 à l'article: Le diamètre du faisceau peut être mesuré comme étant la largeur à mi-hauteur (FWHM) du pic du courant du faisceau sur le diamètre de la section perpendiculaire au faisceau.

4.2.2

cylindre de Faraday

cible spéciale destinée à recueillir le courant du faisceau incident avec une perte de courant négligeable due à la rétrodiffusion ou à l'émission d'électrons secondaires

Note 1 à l'article: Le cylindre de Faraday se compose de manière typique d'un trou borgne percé dans un bloc de carbone recouvert d'un diaphragme métallique d'environ 100 µm de diamètre.

4.3

sonde électronique

(optique électronique) faisceau d'électrons focalisé sur l'échantillon par le système optique électronique

Note 1 à l'article: (instruments) Voir *microsonde de Castaing* (3.2).

Note 2 à l'article: Le diamètre du faisceau sur le plan de l'échantillon est de manière typique de plusieurs nanomètres à plusieurs micromètres.

4.3.1

courant de sonde

courant électronique de la sonde électronique

Note 1 à l'article: Voir *sonde électronique* (4.3).

ISO 23833:2013(F)

4.3.1.1

densité de courant de sonde

courant de sonde ramené à la surface de sonde

Note 1 à l'article: Il est exprimé en ampères par centimètre carré.

4.3.1.2

stabilité du courant de sonde

variation du courant de sonde au cours du temps

4.3.2

diamètre de sonde

diamètre de sonde contenant une fraction spécifiée du courant total, par exemple 0,8 (80 %) du total.

Note 1 à l'article: Le diamètre de sonde peut être mesuré comme étant la largeur à mi-hauteur (FWHM) du pic du courant de la sonde sur le diamètre de la section perpendiculaire à la sonde.

4.3.3

platine porte-échantillon

composant d'une microsonde de Castaing, qui permet de déplacer l'échantillon, généralement sur au moins deux dimensions (le long des axes x et y perpendiculaires au faisceau)

Note 1 à l'article: La platine porte-échantillon peut également déplacer l'échantillon sur trois dimensions (axes x , y et z , l'axe z étant parallèle au faisceau), l'incliner et le faire tourner.

4.3.4

courant absorbé

courant d'échantillon

courant circulant entre l'échantillon conducteur et la masse, représentant la différence entre le courant du faisceau injecté dans l'échantillon et le courant émis sous la forme d'électrons rétrodiffusés et d'électrons secondaires

4.4

image de balayage électronique

image de balayage

image constituée par le déplacement d'un faisceau d'électrons incident vers des emplacements discrets d'un échantillon, en collectant les informations ainsi générées (signal d'électrons secondaires, signal d'électrons rétrodiffusés, rayons X, etc.) et en affichant ce signal à un point correspondant sur un écran tel qu'un tube cathodique ou en le stockant en tant que valeur numérique dans un emplacement de la mémoire d'un ordinateur

4.4.1

balayage d'une zone

action de balayage par faisceau pour couvrir une zone spécifique de l'échantillon pendant l'enregistrement d'une cartographie

4.4.2

image en électrons rétrodiffusés

image d'une plage balayée dans laquelle le signal provient d'un détecteur d'électrons rétrodiffusés spécifique (par exemple d'un scintillateur passif, d'une diode solide, d'un détecteur d'électrons par plaque ou d'un détecteur Everhart-Thornley avec une tension négative)

4.4.3

imagerie spectrale

cartographie X dans laquelle toutes les corrections importantes sont réalisées pour chaque élément d'image afin de produire une carte sur laquelle la concentration quantitative d'un élément est utilisée pour sélectionner l'échelle de gris ou de couleur pour l'affichage final

4.4.4

cartographie binaire

forme d'affichage pour cartes de rayons X dans laquelle l'intensité des rayons X est utilisée pour sélectionner un affichage à deux états, arrêt (noir) ou marche (blanc)

Note 1 à l'article: Les cartes binaires sont de nature purement qualitative.

4.4.5

effet de bord

phénomène dans lequel une image en électrons secondaires apparaît brillante, en particulier sur une protubérance ou au bord d'une partie non uniforme de l'échantillon, en raison d'une augmentation du nombre d'électrons secondaires émis à partir de cette surface

4.4.6

contraste d'image

C

différence de signal entre deux points étudiés (P_1 , P_2) du champ d'image, choisis arbitrairement, par rapport au plus grand signal possible disponible dans les conditions de fonctionnement particulières

Note 1 à l'article: $C = |S_2 - S_1| / S_{\max}$ ($0 < C < 1$), où S_2 et S_1 sont respectivement les signaux des deux points choisis arbitrairement (P_1 , P_2), et S_{\max} est le plus grand signal disponible dans les conditions de fonctionnement particulières.

4.4.7

grandissement d'image

rapport entre la dimension linéaire L de l'affichage de balayage (par exemple le long d'un bord) et la longueur l correspondante du champ de balayage de l'échantillon

$$M = L/l$$

Note 1 à l'article: Traditionnellement, le grandissement était lié aux dimensions de la pellicule utilisée pour photographier les images pour écran à tube cathodique. Pour les images numériques affichables sur des écrans de différentes dimensions, il est plus pertinent de spécifier les dimensions du champ de lecture.

4.4.8

résolution d'image

intervalle minimal nécessaire pour que deux composantes d'une image puissent être reconnues comme distinctes et séparées

Note 1 à l'article: La résolution d'image peut être mesurée comme étant la distance minimale entre deux détails séparables affichés par l'image dans les conditions de fonctionnement choisies.

4.4.9

analyse ligne

analyse obtenue lorsque la sonde électronique traverse une partie de l'échantillon sur une ligne

Note 1 à l'article: Tout au long de l'analyse ligne, il convient que les points d'analyse soient équidistants les uns des autres et que le temps de mesure soit le même.

4.4.10

analyse ponctuelle

analyse obtenue lorsque la sonde électronique est placée à un endroit isolé et qu'elle y est maintenue pendant la durée des mesurages spectrométriques

4.4.11

image en électrons secondaires

image d'un faisceau électronique de balayage dans laquelle le signal provient d'un détecteur qui mesure de manière sélective des électrons secondaires (électrons de moins de 50 eV) et qui n'est pas directement sensible aux électrons rétrodiffusés

ISO 23833:2013(F)

4.4.12

image en courant absorbé

image en courant d'échantillon

image de balayage formée par le signal provenant du courant absorbé par l'échantillon et conduit à la masse

Note 1 à l'article: Un amplificateur de courant placé en série avec l'échantillon est utilisé pour mesurer le courant d'échantillon.

4.4.13

image X

image de balayage dans laquelle on utilise le taux de comptage de rayons X émis par un spectromètre X à sélection d'énergie ou à dispersion de longueur d'onde pour moduler la brillance du pixel affiché, correspondant à la position du faisceau sur l'échantillon

Note 1 à l'article: Le signal X représente de manière typique une gamme étroite d'énergies ΔE ou de longueurs d'onde $\Delta \lambda$ provenant d'une espèce d'élément en particulier, ainsi que le continuum associé dans cette gamme.

4.5

détection X

mesurage d'un événement en rayons X employant un système de détection de rayons X

4.5.1

pertes par coïncidence

(dans le traitement des photons X) perte de comptage de rayons X incidents sur le détecteur due au fait que le circuit de mesurage des impulsions ne traite qu'une seule impulsion à la fois, ce qui engendre un temps mort

4.5.2

résolution énergétique du compteur

étendue de la distribution des impulsions de comptage produites par un rayonnement X monochromatique dans un compteur proportionnel

4.5.3

impulsion de comptage

charge collectée dans un compteur proportionnel, due à l'interaction d'un photon X isolé

4.5.4

statistique de comptage

mesures mathématiques de la distribution d'événements stochastiques tels que les rayons X émis par excitation d'électrons

4.5.5

système de comptage

système de comptage d'impulsions

système électronique utilisé pour détecter et mesurer les impulsions à l'aide d'un compteur proportionnel à gaz ou d'un détecteur à sélection d'énergie

4.5.6

temps mort

τ

temps pendant lequel le système est incapable de mesurer des photons car il est occupé à traiter un événement précédent, et qui est exprimé comme un pourcentage du temps total

Note 1 à l'article: Voir *temps actif* (4.5.11).

4.5.7

discriminateur

(circuit de traitement des impulsions d'un spectromètre X à dispersion de longueur d'onde) circuit dont la fonction consiste à définir la tension d'impulsion minimale ou maximale pour prise en compte

ISO 23833:2013(F)

4.5.8

seuil du discriminateur

valeur minimale de tension qu'une impulsion amplifiée doit atteindre pour être prise en compte par le système de comptage des impulsions

4.5.9

fenêtre du discriminateur

gamme de tensions au-dessus du seuil du discriminateur dans laquelle doit se situer une impulsion pour être prise en compte par le système de comptage des impulsions

4.5.10

multiplication gazeuse

méthode d'amplification d'un signal X dans un compteur proportionnel

Note 1 à l'article: Dans un compteur proportionnel, les rayons X sont détectés suite à l'absorption photoélectrique par un atome de gaz, puis à l'éjection d'un électron, lequel peut se diffuser de manière inélastique avec d'autres atomes et les ioniser par l'éjection d'électrons de faible énergie. Ces électrons de faible énergie sont accélérés dans le champ appliqué et peuvent causer eux-mêmes des ionisations, en multipliant la charge d'origine déposée.

4.5.11

temps actif

temps pendant lequel le circuit de mesurage des impulsions est disponible pour détecter des photons X

Note 1 à l'article: Voir *temps mort* (4.5.6).

Note 2 à l'article: Le temps effectif est le temps réel d'analyse moins le temps mort. Le temps réel est le temps qui serait mesuré par une horloge conventionnelle. Pour l'acquisition des rayons X, le temps réel dépasse toujours le temps effectif.

4.5.12

compteur proportionnel

chambre remplie de gaz pour la détection de rayons X, dans laquelle l'énergie X est transférée à un photoélectron qui suit ensuite une diffusion inélastique

Note 1 à l'article: Il existe une gamme de tensions de polarisation pour laquelle, si la tension de polarisation est appliquée à un fil central de collecte, la charge collectée sera proportionnelle à l'énergie du photon.

4.5.13

distribution d'amplitude des impulsions

distribution statistique des impulsions de comptage produites par des photons de même énergie capturés dans un compteur proportionnel

4.6

spectrométrie X

méthode selon laquelle un spectromètre X est utilisé pour mesurer la distribution de photons X en énergie ou en longueur d'onde

4.6.1

pic caractéristique

composante localisée d'un spectre X ayant une plus grande intensité que le niveau général du fond et associée à une espèce d'atome spécifique

Note 1 à l'article: Les pics caractéristiques sont produits suite à une séquence d'ionisation de la couche interne, suivie de transitions électroniques entre les couches et d'une émission de rayonnement électromagnétique.

Note 2 à l'article: La largeur naturelle du pic en énergie est d'environ 1 eV à 3 eV.

ISO 23833:2013(F)

4.6.2

détecteur

dispositif permettant de détecter un photon X et/ou de mesurer l'énergie de ce photon

Note 1 à l'article: Les détecteurs de rayons X sont, par exemple, des compteurs proportionnels remplis de gaz, des microcalorimètres, des détecteurs au germanium intrinsèque (Ge), des détecteurs de silicium dopé au lithium (Si-Li) ou des détecteurs SDD.

4.6.3

artefacts de détecteur

composante introduite dans le spectre X suite au processus de détection (par exemple pic de coïncidence, pic d'échappement, pic d'ordre supérieur) et non liée au spectre X vrai tel qu'il est émis par l'échantillon

4.6.4

spectromètre X à sélection d'énergie

EDS

dispositif permettant de déterminer l'intensité des rayons X en fonction de l'énergie du rayonnement

4.6.4.1

zone morte

région du cristal semi-conducteur immédiatement en dessous de l'électrode de surface, qui présente une efficacité réduite par rapport à l'intérieur du cristal, pour collecter la charge déposée, lorsqu'un photon X est absorbé

4.6.4.2

pic d'artefact

pic d'un spectre X à sélection d'énergie causé par des processus tels que la coïncidence d'impulsions (ou somme d'impulsions) et la perte de rayonnement provenant du détecteur (par exemple pic d'échappement Si)

4.6.4.3

pic de fluorescence interne

toute composante spectrale produite par fluorescence à l'intérieur du détecteur, plutôt que par l'excitation de l'échantillon

EXEMPLE Dans un spectromètre EDS à semi-conducteur dans lequel un photon est absorbé de manière photoélectrique dans la zone morte juste en dessous de la face avant de l'électrode, l'émission du photon caractéristique du matériau détecteur (par exemple Si) apparaît comme une contribution au spectre mesuré en tant que source équivalente de faible intensité se produisant en apparence sur l'échantillon.

4.6.4.4

microcalorimètre

bolomètre

spectromètre à sélection d'énergie qui fonctionne sur la base de l'absorption photoélectrique et de la thermalisation ultérieure de l'énergie du photon suivie par la thermométrie, afin de déterminer la hausse de température dans l'absorbeur

4.6.4.5

EDS à semi-conducteur

spectromètre à sélection d'énergie qui fonctionne sur la base de l'absorption photoélectrique dans un cristal semi-conducteur et de la diffusion inélastique du photoélectron conduisant à la création de charges et au mesurage

4.6.4.5.1

EDS Ge intrinsèque

spectromètre à sélection d'énergie qui fonctionne par absorption photoélectrique dans un cristal de Ge intrinsèque

4.6.4.5.2

EDS à détecteur de silicium dopé au lithium

EDS Si-Li

spectromètre à sélection d'énergie qui fonctionne par absorption photoélectrique dans un cristal de Si dopé au Li

4.6.4.5.3

EDS SDD

spectromètre à sélection d'énergie qui fonctionne par absorption photoélectrique dans un cristal de silicium dans lequel des champs électriques transversaux par rapport à la surface du détecteur sont utilisés pour guider les électrons dans l'anode réceptrice

4.6.4.6

pic d'échappement

pic de fuite

pic qui apparaît suite à la perte d'énergie du photon incident par fluorescence du matériau du détecteur comme le Si dans un détecteur EDS Si-Li

Note 1 à l'article: Les pics d'échappement apparaissent à un niveau d'énergie égal à celui du pic caractéristique incident moins l'énergie de la(des) raie(s) X émise(s) par l'(les)élément(s) présent(s) dans le détecteur (1,74 keV pour Si).

Note 2 à l'article: Des pics d'échappement ne peuvent pas apparaître en dessous du niveau d'énergie d'ionisation du matériau. Ainsi, dans un détecteur EDS Si-Li, un pic d'échappement Si du K ne se produit pas à des niveaux d'énergie inférieurs à 1,84 keV.

4.6.4.7

pic somme

pic d'artefact provenant de coïncidence d'impulsions, qui se produisent dans le circuit de contrôle des empilements par défaut de séparation de paires

Note 1 à l'article: Les pics somme apparaissent à des niveaux d'énergie correspondant à la somme des énergies des photons qui arrivent sur le détecteur simultanément.

4.6.4.8

pic système

pic d'artefact dans un spectre EDS, causé par l'excitation de la platine porte-échantillon, du collimateur, de la chambre et de la pièce polaire distante de l'échantillon, due à une partie non focalisée du faisceau incident primaire et/ou de la rétrodiffusion à partir de l'échantillon

4.6.5

spectrométrie X à sélection d'énergie

EDX

EDS

forme de spectrométrie X dans laquelle l'énergie des photons individuels est mesurée et utilisée pour établir un histogramme numérique représentant la distribution des rayons X avec l'énergie

4.6.6

résolution en énergie

largeur d'un pic telle que mesurée par un spectromètre X à sélection d'énergie et exprimée comme la largeur à mi-hauteur du pic

Note 1 à l'article: Pour l'EDS, la résolution en énergie est généralement spécifiée comme étant la valeur de la raie Mn K α (5,890 keV) car cette raie peut être obtenue à partir d'une source radioactive contenant l'isotope 55 du fer.

Note 2 à l'article: Les spectromètres qui permettent la détection de rayons X inférieurs à 1 keV doivent également être définis par les FWHM des raies C-K et F-K. Les FWHM spécifiées doivent être une limite supérieure.

Note 3 à l'article: Adapté de l'ISO 15632:2012.

ISO 23833:2013(F)

4.6.7

largeur à mi-hauteur

FWHM

mesure de la largeur d'un pic X dans laquelle on a tout d'abord supprimé le fond pour révéler le profil complet du pic

Note 1 à l'article: L'intensité maximale du pic est déterminée en ajustant l'ensemble des canaux du pic et la largeur est déterminée à la moitié de la hauteur du pic.

4.6.8

spectre à l'intérieur du trou

spectre X mesuré lorsque le faisceau est placé à l'intérieur d'une cage de Faraday à l'endroit où l'échantillon subirait normalement l'analyse

Note 1 à l'article: Ce mode opératoire est utilisé pour déterminer l'étendue du rayonnement parasite dans un instrument à faisceau d'électrons.

4.6.9

pic interférent

pic composite dont l'intensité est due à plus d'un pic X caractéristique

4.6.10

largeur naturelle de raie

largeur naturelle de pic

largeur finie d'un pic X caractéristique qui est une conséquence, selon le principe d'incertitude de Heisenberg, de la durée de vie finie dt de l'état excité d'un atome photo-ionisé, donnant une incertitude dE de l'énergie du photon

4.6.11

décalage de pic

changement de position d'un pic X, causée généralement par des effets de liaison chimique

4.6.12

analyse d'amplitude des impulsions

technique consistant à séparer les rayons X de différentes énergies qui sont diffractés avec un même réglage du WDS

Note 1 à l'article: Dans les spectromètres à dispersion de longueur d'onde, basés sur la diffraction, une interférence de pics peut se produire lorsque les photons de deux énergies différentes mais ayant la même valeur du produit $n\lambda$ sont diffractés avec le même réglage du spectromètre ($n\lambda = 2d\sin\theta$). Si la polarisation du compteur est dans le régime de tension où la charge collectée sur le fil central est proportionnelle à l'énergie du photon, la distribution des impulsions provenant du détecteur présentera un pic séparé pour chacune des deux énergies entrant dans le détecteur. La discrimination des pics d'impulsions est réalisée en plaçant une fenêtre de tension dans la chaîne d'amplification du traitement des impulsions.

4.6.13

rendement d'un spectromètre

fraction de photons incidents dans un spectromètre X qui sont effectivement détectés

4.6.14

spectromètre à dispersion de longueur d'onde

WDS

dispositif permettant de déterminer l'intensité de rayons X en fonction de la longueur d'onde du rayonnement, la séparation étant basée sur la loi de Bragg, $n\lambda = 2d\sin\theta$, où n est un nombre entier, λ est la longueur d'onde des rayons X, d est la distance entre les plans atomiques du cristal ou entre les multicouches d'un cristal synthétique et θ est l'angle d'interférence constructive

Note 1 à l'article: Les rayons X diffractés selon un angle particulier sont réfléchis vers un compteur à gaz fonctionnant en régime proportionnel, où la charge produite est proportionnelle à l'énergie du photon.

4.6.14.1

distance d

distance entre les plans atomiques d'un cristal ou distance inter-couche d'une structure multicouche synthétique utilisée comme cristal

4.6.14.2

défocalisation

écarts de la source de rayons X par rapport au cercle de Rowland, dus par exemple au déplacement du faisceau par le balayage

Note 1 à l'article: Le spectromètre à dispersion de longueur d'onde muni de cristaux courbes diffractants possède des propriétés optiques de focalisation telles que la position de la source de rayons X, le cristal et le détecteur doivent tous se trouver sur le cercle de Rowland. La défocalisation peut engendrer une perte d'efficacité du spectromètre, en particulier si le mouvement suit une direction perpendiculaire à l'épaisseur du cristal ou sort du plan du cristal.

4.6.14.3

cristal diffractant

élément diffusant des rayons X, dans un spectromètre X à dispersion de longueur d'onde, se composant d'un réseau périodique d'atomes soit dans un cristal naturel soit obtenu par une multicouche synthétique

4.6.14.4

diffraction d'ordre élevé

pic observé avec un spectromètre X à dispersion de longueur d'onde, pour lequel l'ordre n de la diffraction (dans l'équation de Bragg $n\lambda = 2d\sin\theta$) est supérieur à 1

4.6.14.5

géométrie horizontale

disposition du spectromètre WDS selon laquelle le plan du spectromètre (ou du cercle de Rowland) est perpendiculaire à l'axe du faisceau d'électrons

4.6.14.6

géométrie inclinée

disposition du spectromètre WDS selon laquelle une grande partie du plan du spectromètre (ou du cercle de Rowland) est projetée dans l'axe du faisceau d'électrons

4.6.14.7

optique de Johann

spectromètre X à dispersion de longueur d'onde dans lequel le cristal est courbé à un rayon égal à deux fois celui du cercle de Rowland, donnant ainsi une situation de «semi-focalisation»

4.6.14.8

optique de Johansson

spectromètre X à dispersion de longueur d'onde dans lequel le cristal est courbé à un rayon égal à deux fois celui du cercle de Rowland puis surfacé à ce rayon, donnant ainsi une situation de focalisation totale

4.6.14.9

microstructure multicouche synthétique

LSM

cristal créé artificiellement par alternance de couches d'un matériau ayant un pouvoir de diffusion des rayons X élevé (par exemple le tungstène) et de couches de matériau peu diffusant (par exemple le carbone), pour créer un réseau à grande période pour diffracter des rayons X de faible énergie (grande longueur d'onde)

4.6.14.10

cristal LDE

cristal multicouche synthétique à grande période permettant de diffracter des rayons X de grande longueur d'onde (faible énergie)

ISO 23833:2013(F)

4.6.14.11

cercle de Rowland

cercle de focalisation sur lequel doivent se situer à la fois la source de rayons X, le cristal et le détecteur pour répondre à la condition de Bragg et obtenir des interférences constructives

4.6.14.12

géométrie verticale

disposition du spectromètre WDS pour laquelle le plan du spectromètre (ou le cercle de Rowland) est parallèle à l'axe z du faisceau d'électrons

4.6.15

spectrométrie à dispersion de longueur d'onde spectrométrie X à dispersion de longueur d'onde WDX

méthode permettant de mesurer l'intensité des rayons X en fonction de la longueur d'onde des photons

4.6.16

résolution en longueur d'onde

largeur à mi-hauteur d'un pic en longueur d'onde ($\Delta\lambda$), correspondant à une simple transition de rayons X mesurée par un WDS

4.6.17

pouvoir de résolution en longueur d'onde

$\lambda/\Delta\lambda$

réciproque du rapport entre la largeur à mi-hauteur d'un pic en longueur d'onde ($\Delta\lambda$), correspondant à une simple transition de rayons X mesurée par un WDS, et la longueur d'onde (λ) de ce pic

5 Définition de termes utilisés en EPMA

5.1

tension d'accélération

différence de potentiel appliquée entre le filament et l'anode pour accélérer les électrons émis par la source

5.1.1

énergie des électrons incidents

énergie cinétique des électrons du faisceau lorsqu'ils entrent dans l'échantillon

5.1.2

potentiel d'accélération optimal

tension d'accélération appliquée, fournissant l'énergie idéale au faisceau pour mesurer un pic X particulier

Note 1 à l'article: Le potentiel d'accélération optimal est basé sur la nécessité d'établir un taux d'excitation suffisant tout en évitant une trop grande profondeur d'émission et donc une perte d'intensité due à l'auto-absorption de l'échantillon.

5.1.3

taux d'excitation

rapport entre l'énergie du faisceau incident et l'énergie d'ionisation d'une couche électronique particulière

Note 1 à l'article: Ce facteur doit être supérieur à l'unité pour que la production de rayons X caractéristiques existe pour cette couche électronique.

5.2

limite de détection

la plus petite quantité d'un élément ou d'un composé qui puisse être mesurée dans des conditions d'analyse spécifiées

Note 1 à l'article: Par convention, la limite de détection est souvent choisie de manière que la quantité de matériau pour laquelle le signal total de ce matériau moins le signal de fond soit égale à trois fois l'écart-type de ce signal au-dessus du signal de fond. Cette convention peut cependant ne pas être applicable à toutes les mesures et, pour une discussion plus complète sur les limites de détection, il convient de consulter la Référence [Z].

ISO 23833:2013(F)

Note 2 à l'article: En fonction du but, la limite de détection peut être exprimée de nombreuses manières. Des exemples d'expressions sont le titre massique, la fraction atomique, la concentration, le nombre d'atomes et la masse ou le poids.

Note 3 à l'article: La limite de détection sera généralement différente pour différents matériaux.

[ISO 18115-1:2010]

5.2.1

limite de détection absolue

limite de détection exprimée comme étant la masse équivalente de l'élément étudié à l'intérieur du volume d'interaction

5.2.2

sensibilité analytique

dans les conditions de mesure particulières en cours, capacité à distinguer, pour un élément donné, deux titres massiques C et C' qui sont presque identiques

Note 1 à l'article: La sensibilité est limitée par les variations statistiques du fond (limite de concentration de titre massique) et décrite par une expression statistique appropriée.

5.2.3

fond

composante non caractéristique d'un spectre X provenant (dans l'idéal) du continuum de rayons X

5.2.3.1

filtrage du fond

technique mathématique de traitement du spectre, basée sur une approche de filtrage en fréquence selon laquelle les composantes à basse fréquence du spectre, comprenant le fond, sont éliminées de manière sélective pour qu'il ne reste plus que les pics caractéristiques

5.2.3.2

modélisation du fond

technique mathématique de traitement du spectre visant à extraire les pics caractéristiques à partir du fond et basée sur une description mathématique du fond (par exemple, loi de Kramer), en termes d'énergie du faisceau, d'énergie des photons et de composition de l'échantillon

5.2.3.3

interpolation linéaire

méthode de soustraction du fond dans laquelle un canal de fond est sélectionné de chaque côté d'un pic et un ajustement linéaire est réalisé entre ces canaux pour estimer le fond se trouvant sous le pic

5.2.4

fluctuation statistique du fond

écarts dans le temps dans la production de photons X du continuum

5.2.5

limite de détection relative

limite de détection exprimée comme étant le titre massique de l'élément étudié

5.3

correction des données expérimentales

correction appliquée aux données expérimentales afin d'obtenir une analyse quantitative

5.3.1

correction du fond

séparation de l'intensité caractéristique et de l'intensité du fond sous-jacent

Note 1 à l'article: L'intensité du fond inclut le continuum de rayons X ainsi que le fond associé à des artefacts.

ISO 23833:2013(F)

5.3.2

correction du courant de faisceau

correction de l'intensité mesurée des rayons X en raison des variations du courant du faisceau incident pendant la période de comptage

Note 1 à l'article: Cette correction suppose généralement que la dérive du courant du faisceau est linéaire avec le temps.

5.3.3

correction du temps mort

correction de l'intensité mesurée des rayons X prenant en compte la perte de photons X due aux coïncidences dues au temps fini de traitement des impulsions par le système de comptage

5.3.4

correction du courant du faisceau

correction de l'intensité mesurée des rayons X en fonction d'un système de surveillance qui enregistre périodiquement le courant du faisceau pendant toute la période de mesurage des rayons X

5.4

analyse quantitative

détermination des quantités de constituants élémentaires dans un volume d'analyse à l'échelle du micromètre, au moyen de la spectrométrie X par excitation d'électrons

Note 1 à l'article: L'analyte peut être de nature élémentaire ou composée.

Note 2 à l'article: La quantité peut s'exprimer, par exemple, en pourcentage atomique ou massique, en fraction atomique ou en titre massique, en moles ou en masse par unité de volume, en nombre (d'atomes) par unité de surface ou en nombre (d'atomes) par unité de volume, selon ce qui convient et ce qui est souhaité.

Note 3 à l'article: Le matériau de l'échantillon peut ne pas être homogène, si bien que l'on peut supposer une structure de modèle particulier lors de l'interprétation. Il est nécessaire d'indiquer les détails de ce modèle.

5.4.1

méthode empirique

méthode de microanalyse semi-quantitative par rayons X basée sur l'utilisation de la relation hyperbolique entre la valeur k et le titre massique c

Note 1 à l'article: Voir *rapport d'intensité* (5.4.4).

5.4.1.1

facteur alpha

coefficient alpha

α

constante de l'équation hyperbolique entre k et c dans la méthode empirique

5.4.1.2

droite d'étalonnage

représentation graphique du signal d'analyse en tant que fonction du titre de l'analyte, généralement déterminée à deux points fixes ou plus, correspondant à des matériaux de référence connus par ailleurs

5.4.2

erreur

écart naturel de la valeur vraie d'une grandeur mesurée, dû (1) à des fluctuations temporelles de comptage aléatoires (par exemple, les photons X) et (2) à des écarts systématiques de la valeur vraie introduits pendant l'application de facteurs de correction calculés (par exemple, des facteurs de correction de matrice ZAF) pour convertir la grandeur mesurée (par exemple, les photons X) en une dimension différente (par exemple, en titre massique)

5.4.2.1

niveau de confiance

étendue de l'erreur d'analyse censée contenir la valeur vraie avec une incertitude déclarée telle qu'elle est estimée à partir d'un modèle statistique du processus de mesurage

5.4.2.2

distribution d'erreurs

étendue des erreurs associées à une grandeur mesurée

5.4.2.3

estimation d'erreur

application de modèles statistiques à une grandeur mesurée, afin d'établir une estimation de l'erreur associée au mesurage

5.4.2.4

histogramme d'erreurs

distribution des erreurs dans une grandeur mesurée, représentée graphiquement sous la forme d'un histogramme entre les fréquences (sur l'axe vertical) et la valeur des erreurs (sur l'axe horizontal)

5.4.2.5

propagation des erreurs

technique mathématique d'estimation de l'impact de l'incertitude sur un ou plusieurs paramètres d'un programme de correction afin de déterminer l'impact des erreurs sur la valeur calculée finale

5.4.2.6

erreur relative

exactitude

%RE

méthode d'expression de l'erreur de mesure où

$$\%RE = [(valeur\ mesurée - valeur\ vraie)/valeur\ vraie] \times 100 \%$$

Note 1 à l'article: Dans cette définition, les surestimations sont des erreurs positives, les sous-estimations des erreurs négatives.

5.4.3

méthode Hall

méthode de microanalyse X semi-quantitative appliquée de manière typique à des échantillons biologiques, qui tente de compenser la perte de masse induite par le faisceau d'électrons par le mesurage du continuum de rayons X pour une énergie élevée (> 10 keV) en tant qu'étalon interne

5.4.4

rapport d'intensité

valeur k

k -ratio

valeur k

rapport entre l'intensité I de photons X mesurée pour un pic caractéristique particulier sur un échantillon inconnu et la valeur mesurée pour le même pic X sur un matériau de référence de composition connue, dans des conditions identiques d'énergie du faisceau, de rendement du spectromètre et du courant, ce rapport étant donné par l'équation suivante:

$$k = I_{\text{inconnu}}/I_{\text{matériau de référence}}$$

Note 1 à l'article: Tout changement intervenu dans les conditions instrumentales entre l'échantillon et le matériau de référence, comme le courant, doit être pris en compte dans les calculs du rapport d'intensité pour la détermination quantitative d'un élément donné.

5.4.5

normalisation

mode opératoire mathématique consistant à diviser chaque concentration par la somme des concentrations, de manière à forcer les valeurs modifiées en une somme d'unité dans la microanalyse X quantitative

ISO 23833:2013(F)

5.4.6

analyse sans témoin

mode opératoire pour la microanalyse X semi-quantitative, dans lequel l'intensité du témoin figurant dans l'expression de la valeur k est fournie à partir de calculs purement physiques, appelés analyse sans témoin de «premiers principes», ou à partir d'une série partielle de matériaux de référence, en utilisant l'ajustement empirique ou des calculs physiques pour remplacer les matériaux de référence manquants ou pour adapter la série de matériaux de référence à des conditions expérimentales différentes

5.4.7

correction de matrice ZAF

méthode d'analyse X quantitative par microsonde de Castaing, dans laquelle des facteurs multiplicatifs séparés sont utilisés pour corriger les différences entre l'échantillon et le matériau de référence en termes de diffusion d'électrons et de ralentissement (Z), d'absorption des rayons X (A) et de fluorescence X secondaire (F)

Note 1 à l'article: Voir *effet de fluorescence X* (3.4.8).

Note 2 à l'article: Les facteurs Z, A et F sont déduits d'une combinaison de mesures expérimentales, d'ajustements empiriques et de calculs théoriques.

5.4.8

correction de matrice $\phi(\rho z)$

méthode d'analyse X quantitative par microsonde de Castaing, dans laquelle des facteurs de correction sont calculés selon des équations empiriques développées à partir d'ajustements aux données expérimentales de génération de rayons X en fonction de la profondeur, fonction dite $\phi(\rho z)$

Note 1 à l'article: Ce terme se prononce «phi rho zed».

5.5

correction d'analyse quantitative

correction appliquée aux rapports d'intensité des éléments afin d'obtenir une analyse quantitative des éléments

5.5.1

correction d'absorption

correction de matrice tenant compte de la perte d'intensité X de l'élément A alors que les rayons X se propagent dans l'échantillon dans la direction du spectromètre sous l'effet de l'absorption photoélectrique par tous les éléments présents dans l'échantillon

5.5.2

correction de numéro atomique

correction de matrice modifiant l'intensité X de l'élément A, par rétrodiffusion d'électrons et par la loi de ralentissement, qui sont influencés par tous les éléments présents dans le volume d'analyse

5.5.3

correction de rétrodiffusion

correction de matrice prenant en compte la perte de production X due à la rétrodiffusion d'électrons du faisceau (distribution de la fraction et de l'énergie)

5.5.4

matériau de référence certifié

MRC

matériau de référence, accompagné d'une documentation délivrée par un organisme faisant autorité et fournissant une ou plusieurs valeurs de propriétés spécifiées avec les incertitudes et les traçabilités associées, en utilisant des procédures valables

[Guide ISO/CEI 99:2007]

Note 1 à l'article: Pour qu'un matériau de référence certifié serve de matériau de référence pour l'analyse par microsonde de Castaing, l'homogénéité microscopique à l'échelle du micromètre doit être certifiée ainsi que la composition.

ISO 23833:2013(F)

5.5.5

correction de fluorescence caractéristique

correction de matrice pour compenser la génération excessive de rayons X de l'élément A, due à l'absorption de rayons X caractéristiques émis par l'élément B dont l'énergie dépasse l'énergie d'ionisation de A

5.5.6

correction de fluorescence du fond continu

correction de matrice pour compenser la génération excessive de rayons X de l'élément A, due à l'absorption du rayonnement X continu dont l'énergie dépasse l'énergie d'ionisation de A

5.5.7

correction de matrice

correction interélément

correction calculée des modifications de l'intensité de rayons X caractéristiques de l'élément A, en raison de la présence d'autres éléments B, C, D, etc., à l'intérieur du volume d'interaction par leur influence sur la diffusion d'électrons et la loi de ralentissement, la génération et la propagation des rayons X ainsi que la fluorescence secondaire

Note 1 à l'article: Voir *effet de fluorescence X* (3.4.8).

5.5.8

matériau de référence

MR

matériau suffisamment homogène et stable en ce qui concerne des propriétés spécifiées, qui a été préparé pour être adapté à son utilisation prévue pour un mesurage ou pour l'examen de propriétés qualitatives

[Guide ISO/CEI 99:2007]

Note 1 à l'article: Pour l'analyse par microsonde de Castaing: un matériau dont la composition globale est connue d'après des mesurages indépendants et, dans l'idéal, absolus (par exemple séparations et analyse gravimétrique) et qui est microscopiquement homogène sur une échelle suffisamment fine que tout emplacement mesuré avec une microsonde de Castaing produise les mêmes intensités de rayons X, dans les limites des statistiques de comptage.

5.5.9

matériau de recherche

matériau qui s'avère posséder les caractéristiques physiques et chimiques requises d'un MRC mais qui est à examiner en détail, y compris la détermination de la composition chimique, la stabilité et la micro- et macro-hétérogénéité, avant d'être certifié comme MRC

5.5.10

stabilité de l'échantillon

(général) résistance d'un échantillon à des changements chimiques et physiques pendant un stockage à long terme à une température et une pression normales

5.5.11

stabilité de l'échantillon

(EPMA) résistance d'un échantillon à des changements de composition chimique pendant le bombardement d'électrons, c'est-à-dire résistance à des changements d'intensité des rayons X caractéristiques correspondants, observés pendant le temps où l'échantillon est exposé au faisceau d'électrons

5.5.12

correction de la loi de ralentissement

correction de matrice représentant la modification de la production de rayons X due à la perte d'énergie d'électrons du faisceau lorsqu'ils pénètrent dans l'échantillon

5.5.13

incertitude

information quantitative indiquant une valeur correspondant à l'écart attendu d'un mesurage par rapport à une estimation de la valeur de la grandeur mesurée spécifique

ISO 23833:2013(F)

5.6

échantillon à analyser

échantillon dont la composition et la microstructure sont à déterminer par EPMA

5.6.1

échantillon massif

échantillon dont l'épaisseur dépasse l'étendue de toutes les sources possibles de rayons X (production principale par les électrons du faisceau et fluorescence secondaire par des rayons X caractéristiques et du continuum), si bien que le maximum possible de rayons X soit produit et qu'aucun ne soit perdu suite à un échappement anormal par le bas ou les côtés de l'échantillon

5.6.2

effet de charge

accumulation de charge dans l'échantillon pendant le bombardement du faisceau d'électrons primaires, en raison de l'absence d'une voie conductrice adéquate vers la masse

Note 1 à l'article: Dans les matériaux isolants, la résistance du matériau peut empêcher d'établir une voie conductrice alors que dans un conducteur tel qu'un métal, l'effet de charge peut toujours se produire si aucun chemin conducteur ne relie l'échantillon à la masse (par un fil, une bande conductrice, etc.).

5.6.3

revêtement conducteur

revêtement

fine couche (généralement de 2 nm à 20 nm) de matériau faiblement résistant (par exemple aluminium, or, carbone, chrome) appliquée à la surface d'un échantillon isolant pour fournir un chemin conducteur vers la masse pour écouler la charge de surface pouvant s'accumuler sous l'effet du bombardement d'électrons

5.6.3.1

artefact dû au revêtement

modification indésirable de la structure de l'échantillon et/ou du spectre X, due aux caractéristiques du matériau de revêtement et pouvant perturber l'interprétation des détails vrais de l'échantillon

5.6.3.2

couche conductrice

(dans un échantillon homogène latéralement mais non homogène en profondeur) région présentant une forte conductivité électrique, distincte d'autres régions qui peuvent être isolantes ou semi-conductrices

5.6.4

contamination

matière étrangère trouvée sur un échantillon, en raison de son environnement, due à des artefacts de préparation ou à une exposition à des gaz résiduels dans l'environnement du microscope

5.6.4.1

contamination au carbone

accumulation progressive sous le bombardement d'électrons de carbone et de matériaux contenant du carbone, due à la réaction, induite par les électrons, d'espèces préexistantes à la surface de l'échantillon ou d'espèces présentes dans le gaz résiduel du système de vide

5.6.4.2

couche de contamination

fine couche de matière étrangère qui se dépose sur l'échantillon

5.6.5

migration induite par le champ

effet se produisant dans les isolants lorsque les champs électriques internes créés par un bombardement d'ions ou d'électrons provoque la migration des atomes dans l'échantillon

[ISO 18115-1:2010]

ISO 23833:2013(F)

5.6.6

effets géométriques

influences de la taille et de la forme de l'échantillon entraînant des modifications dans la génération et/ou la propagation des rayons X dans l'échantillon, ce qui donne des variations des intensités de rayons X mesurées qui ne sont pas liées à des variations de la composition

5.6.7

homogénéité

état d'un échantillon dans lequel chacun des emplacements échantillonnés sans exception a la même composition

5.6.8

effet de masse

effet géométrique d'un échantillon sur l'intensité générée des rayons X, qui se produit suite à la pénétration du faisceau au-delà des limites des particules

5.6.9

effet de matrice

effet interélément

modification de la génération et de l'intensité de l'émission de rayons X pour un élément A, due à la présence d'un élément B

5.6.10

sensible au rayonnement

état dans lequel un matériau est modifié par le bombardement d'électrons, entraînant un certain type de dégradation comme la perte de masse, la migration élémentaire, la rupture de liaison moléculaire, le changement de couleur etc.

5.6.11

échantillon mince

échantillon dont l'épaisseur est inférieure au trajet des électrons et des rayons X de sorte que la production de rayons X est réduite alors que la résolution spatiale est meilleure que celle d'un échantillon massif de la même composition

5.7

résolution spatiale

mesure de la spécificité spatiale de la microanalyse

Note 1 à l'article: Elle est généralement exprimée en termes de volume d'excitation.

5.7.1

résolution spatiale d'analyse

résolution spatiale définie pour un seuil d'excitation d'ionisation X

Note 1 à l'article: Dans un échantillon contenant plusieurs éléments, la résolution spatiale sera différente pour chaque énergie de seuil, le volume échantillonné augmentant en taille à mesure que l'énergie de seuil diminue.

5.7.1.1

surface d'analyse

surface projetée par le volume d'interaction sur la surface d'entrée du faisceau, à partir de laquelle les rayons X sont émis (à une fraction définie, par exemple 95 % du total) et collectés par le spectromètre

5.7.1.2

profondeur d'analyse

profondeur maximale à partir de laquelle une fraction définie des rayons X (par exemple 95 % du total) est émise par le volume d'interaction après absorption

5.7.1.3

volume d'analyse

volume à partir duquel une fraction définie des rayons X (par exemple 95 % du total) est émise après génération et absorption

ISO 23833:2013(F)

5.7.2

volume d'interaction des électrons

volume d'excitation des électrons

volume de diffusion des électrons

région à trois dimensions à l'intérieur de laquelle les électrons du faisceau incident se répandent en raison de la diffusion élastique et inélastique

5.7.3

étendue de la trajectoire d'un électron

distance parcourue par un électron incident si la trajectoire est contenue intégralement à l'intérieur de l'échantillon (c'est-à-dire en l'absence de rétrodiffusion) et si une loi relative à la perte d'énergie continue (par exemple loi de Bethe) est appliquée

5.7.4

volume de fluorescence

région à trois dimensions à l'intérieur de laquelle un rayon X caractéristique spécifique étudié peut être généré sous l'effet de la fluorescence secondaire induite par un autre rayon X caractéristique présent dans l'échantillon

5.7.5

analyse à faible énergie du faisceau

analyse réalisée avec un faisceau ayant une énergie inférieure à 5 keV

Note 1 à l'article: C'est l'énergie de faisceau la plus faible à laquelle un rayon X de la couche K, L ou M peut être excité avec un taux d'excitation d'au moins 1,25 pour tous les éléments de $Z > 4$.

5.7.6

volume d'excitation de rayons X

région à trois dimensions à l'intérieur de laquelle les électrons du faisceau incident sont capables d'exciter un rayon X caractéristique spécifique étudié (taux d'excitation > 1)

5.8

intensité des rayons X

nombre de photons X d'une énergie donnée, déterminé par comptage

5.8.1

comptage de fond

détermination du taux de comptage avec le WDS placé sur longueur d'onde du rayonnement de fond continu, généralement au voisinage d'un pic étudié

5.8.2

courant de faisceau intégré

courant de faisceau mesuré en continu pendant un comptage de rayons X

5.8.3

comptage normalisé

comptage de rayons X au cours duquel une correction est appliquée pour intégrer les changements du courant du faisceau pendant le comptage

5.8.4

comptage de pics

détermination du taux de comptage avec le WDS placé sur la longueur d'onde d'un pic étudié

5.8.5

rapport pic sur fond

rapport entre l'intensité des rayons X caractéristiques et l'intensité du continuum dans une gamme d'énergie (ou de longueurs d'onde) autour du pic étudié

5.8.6

comptage des rayons X

mesurage des photons individuels de rayons X avec un compteur dans un spectromètre X

5.8.7

taux de comptage des rayons X

nombre de photons X comptés par unité de temps

ISO 23833:2013(F)

Bibliographie

- [1] ISO 704, *Travail terminologique — Principes et méthodes*
- [2] ISO 1087-1, *Travaux terminologiques — Vocabulaire — Partie 1: Théorie et application*
- [3] ISO 18115-1:2010, *Analyse chimique des surfaces — Vocabulaire — Partie 1: Termes généraux et termes utilisés en spectroscopie*
- [4] ISO 18115-2:2010, *Analyse chimique des surfaces — Vocabulaire — Partie 2: Termes utilisés en microscopie à sonde à balayage*
- [5] ISO 15632:2012, *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*
- [6] Guide ISO/CEI 99:2007, *Vocabulaire international de métrologie — Concepts fondamentaux et généraux et termes associés (VIM)*
- [7] CURRIE L.A. Nomenclature in evaluation of analytical methods including detection and quantification capabilities. *Pure Appl. Chem.* 1995, **67** (10) pp. 1699–1723
- [8] GOLDSTEIN J.I., NEWBURY D.E., ECHLIN P., JOY D.C., LYMAN C.E., LIFSHIN E. et al. *Scanning Electron Microscopy and X-ray Microanalysis*. Plenum Press, New York, Third Edition, 2003
- [9] HEINRICH K.F.J. *Electron Beam X-ray Microanalysis*. Van Nostrand, New York, 1981
- [10] REED S.J.B. *Electron Microprobe Analysis*. Cambridge University Press, Cambridge, Second Edition, 1993
- [11] SCOTT V.D., LOVE G., REED S.J.B. *Quantitative Electron-Probe Microanalysis*. Ellis Howrwood, Hemel Hempstead, UK, Second Edition, 1995
- [12] VAN GRIEKEN R.E., & MARKOWICZ A.A. *Handbook of X-ray Spectrometry*. Marcel Dekker, Inc, New York, Second Edition, 2002

ISO 23833:2013(F)

ICS 71.040.99;01.040.71

Prix basé sur 27 pages

© ISO 2013 – Tous droits réservés