

Échantillon homogène (exceptés quelques précipités de MnS)

- nombre d'échantillons envoyés : 81
- nombre de laboratoires participants : 66 (81%)
- nombre d'instruments utilisés : 95 (69 EDS, 21 WDS, 5 divers)
- **nombre total d'analyses : 258**

- tension d'accélération (25, 20, 5 kV)
- avec et sans témoin (EDS)
- zones d'analyse diverses
- types de correction (Phiroz, ZAF, MC)

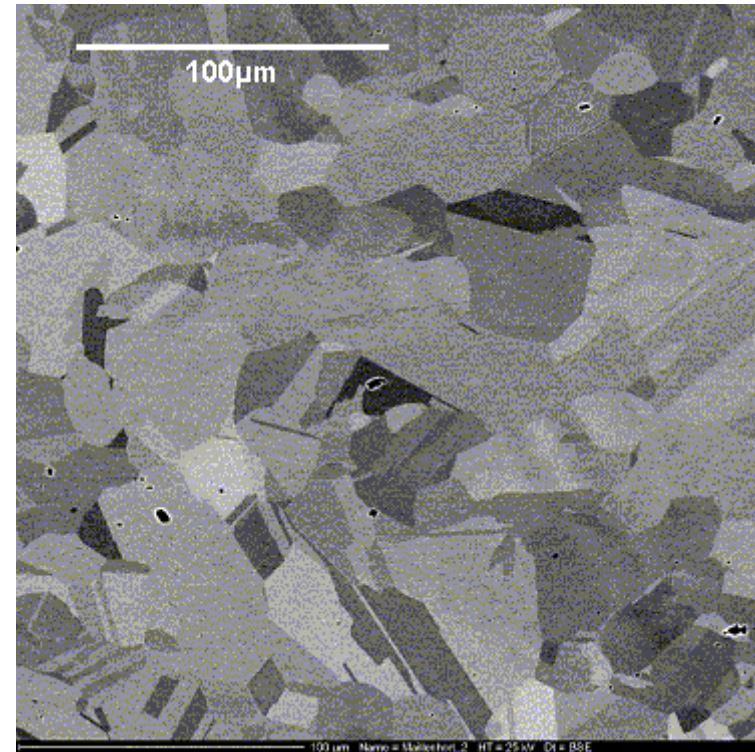


image en électrons rétrodiffusés

Analyses EDS : 69 spectromètres : 64 Si(Li), 2 Ge, 3 SDD

114 analyses 25 - 20 kV
- 81 analyses "sans témoin"
- 33 analyses avec témoin

89 analyses 5 kV
- 59 analyses "sans témoin"
- 30 analyses avec témoin

83 corrections phiroz
23 corrections ZAF
1 correction Monte Carlo
7 non précisées

72 corrections phiroz
10 corrections ZAF
1 correction Monte Carlo
6 non précisées

Analyses WDS : 21 Microsondes

25 analyses 25 kV

19 analyses 5 kV

- Cameca : 5 Camebax, 10 SX50, 4 SX100

- Jeol : 1 JXA8800R, 1 JXA8900R

Corrections :

- ZAF

- XPP

- PAP

- Phiroz

Autres techniques :

- 2 microfluorescences

- 1 TEM : Transmission Electron Microscopy (sur lame mince)

- 1 PIXE : Particle Induced X ray Emission (sur cible massive)

- 1 ICP : Inductively Coupled Plasma (spectrométrie d'émission par torche à plasma - solution diluée, pour analyse de traces)

Valeurs moyennes obtenues sur les éléments majeurs :

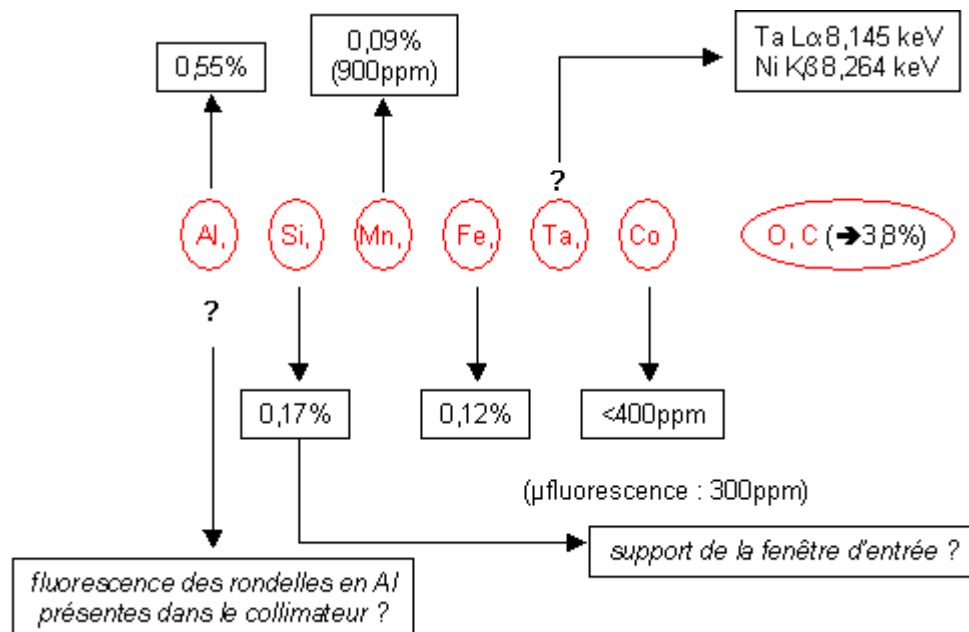
	Ni	Cu	Zn
Microfluorescence 1	18.74	62.93	17.42
Microfluorescence 2	16.17	65.41	17.41
TEM	17	63.2	19.8
PIXE	18.01	61.98	19.27
ICP	17.7	62.6	18.9
EDS 25 kV	17.84 ± 0,83	61.88 ± 1,38	20.07 ± 1,59
WDS 25 kV	17.73 ± 0,33	62.12 ± 0,38	20.21 ± 0,40
EDS 5 kV	20.20 ± 7,05	59.27 ± 13,70	19.34 ± 6,62
WDS 5 kV	21.60 ± 1,87	63.20 ± 5,42	20.58 ± 1,17

A 5kV par rapport à 25 kV :

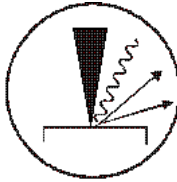
- le Ni est surestimé (coefficient d'absorption de la raie NiLa)
- le Zn et le Cu sont à peu près identiques

Les autres éléments :

- En ICP : Fe (455 ppm) , Mn (950 ppm) , Si (<200 ppm)
- En WDS : Mn (800ppm) , Fe (500ppm)
- En EDS :



GN
MEBA



GRUPEMENT NATIONAL DE
MICROSCOPIE ELECTRONIQUE A BALAYAGE
ET DE MICROANALYSES



En convention de coopération avec la Société Française de Physique

Réunion GN-MEBA 8-9 décembre 2005

Opération « Échantillon test »

Echantillon : alliage de maillechort

(généreusement fourni par F. Grillon...)

Nombre d'échantillons envoyés : 81

Nombre de laboratoires participant : 66 (81%)

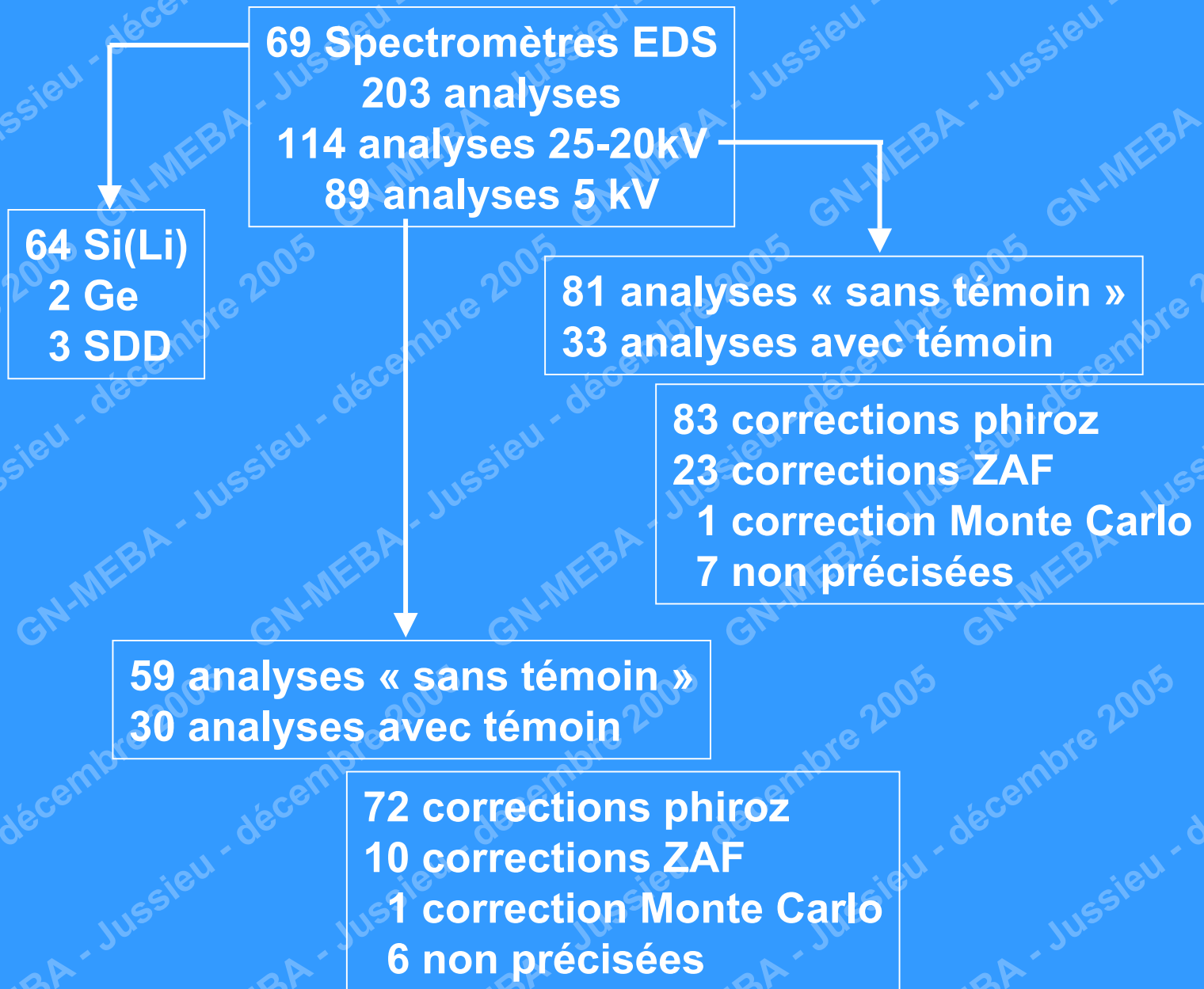
Nombre d'instruments utilisés : 95

69 EDS
21 WDS
5 diverses

Nombre total d'analyses : 258

- tension d'accélération (25, 20, 5 kV)
- avec et sans témoin (EDS)
- zones d'analyse diverses
- types de correction (Phiroz, ZAF, MC)

EDS



WDS

21 Microsondes
44 analyses
25 analyses 25kV
19 analyses 5 kV

Corrections :

- ZAF
- XPP
- PAP
- Phiroz

5 Camebax
10 SX50
4 SX100

Cameca

1 JXA8800R
1 JXA8900R

Jeol

Autres techniques

- 2 microfluorescences
- 1 TEM
- 1 PIXE
- 1 ICP

Les autres techniques d'analyses

	Ni	Cu	Zn	Si	Mn	Al	Fe	Cr	Co
microfluorescence 1	18,74	62,93	17,42	0,6	0,08	0,19	0,06		
microfluorescence 2	16,17	65,41	17,41				0,055		0,03
TEM	17	63,2	19,8						
PIXE	18,01	61,98	19,27		0,11		0,49	0,13	
ICP	17,7	62,6	18,9	<0,02%	950ppm		455ppm		

TEM : Transmission Electron Microscopy

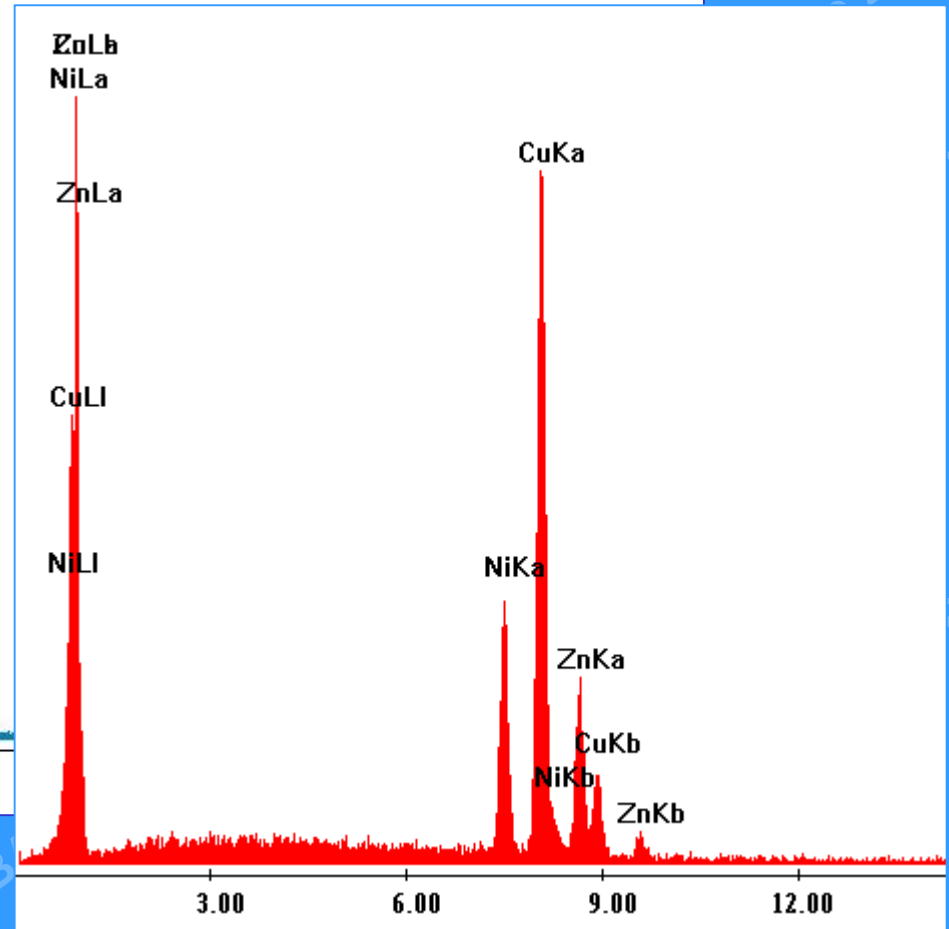
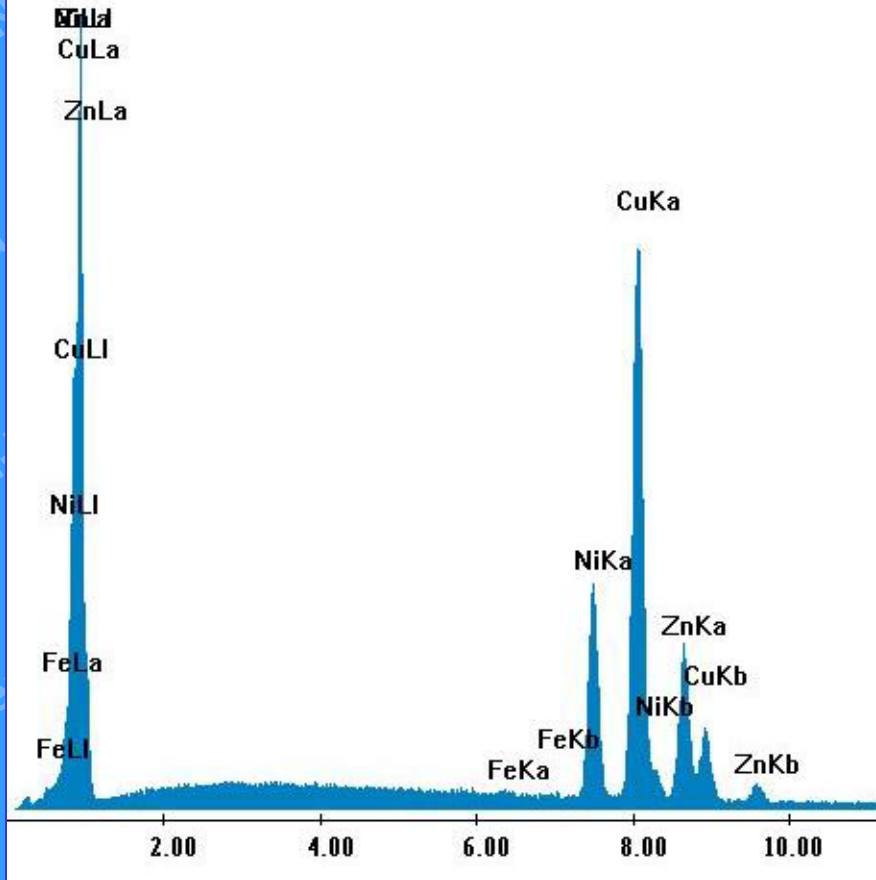
PIXE : Particle Induced X ray Emission

ICP : Inductively Coupled Plasma (*spectrométrie d'émission par torche à plasma*)

Analyses EDS – 25kV

Spectre

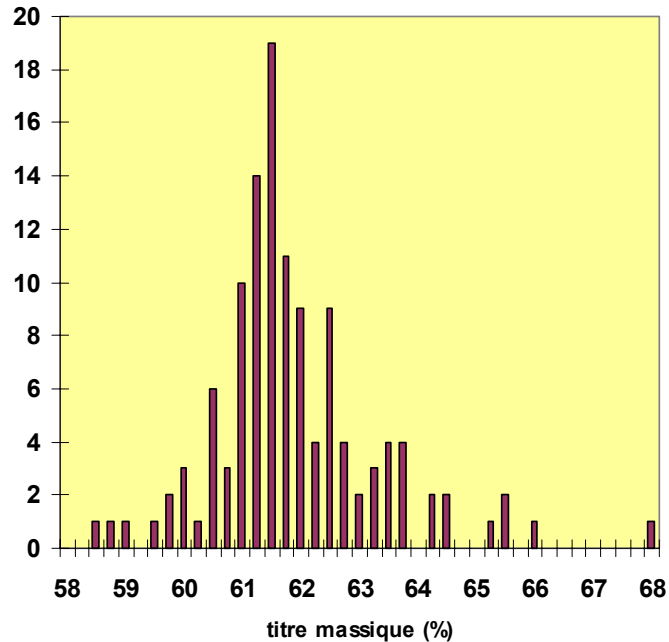
Label A: GN MEBA 25kV



des exemples parmi bien d'autres...

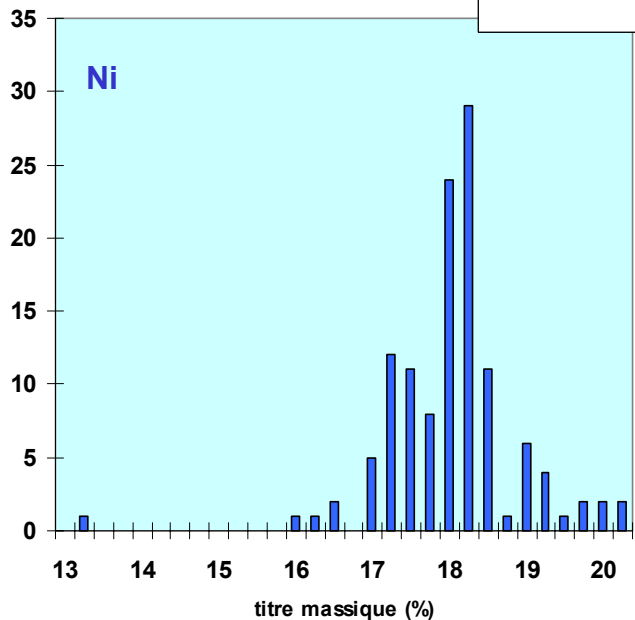
EDS 25kV

EDS (25kV) : Analyse du Cu

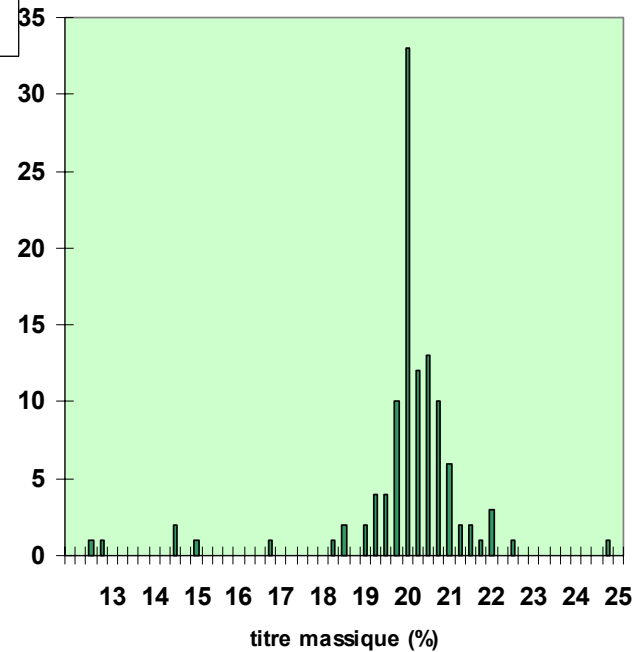


Ni $17,84 \pm 0,83$
Cu $61,88 \pm 1,38$ (1σ)
Zn $20,07 \pm 1,59$

EDS (25kV) : Analyse du Ni



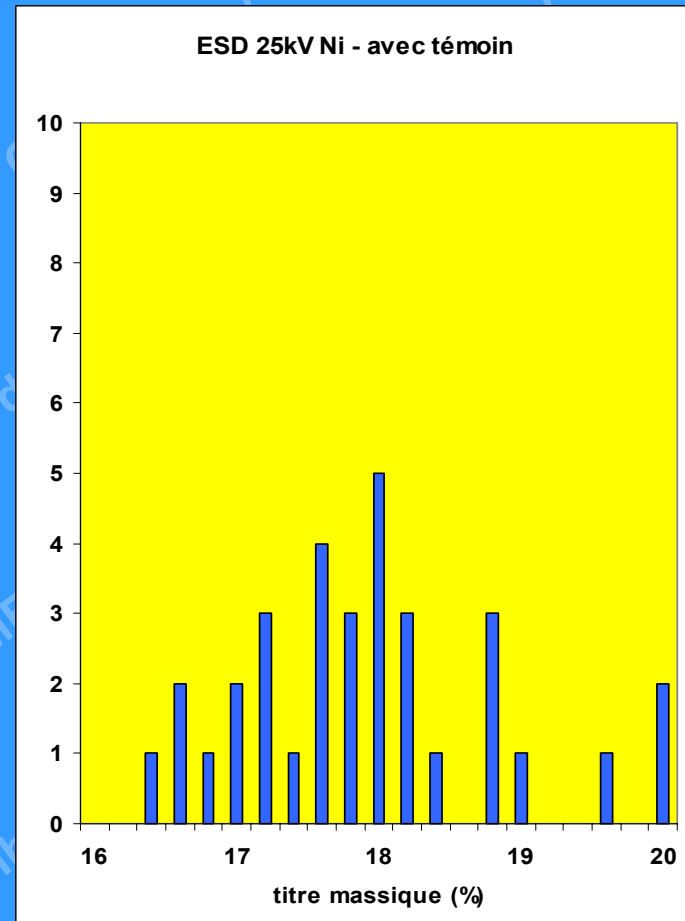
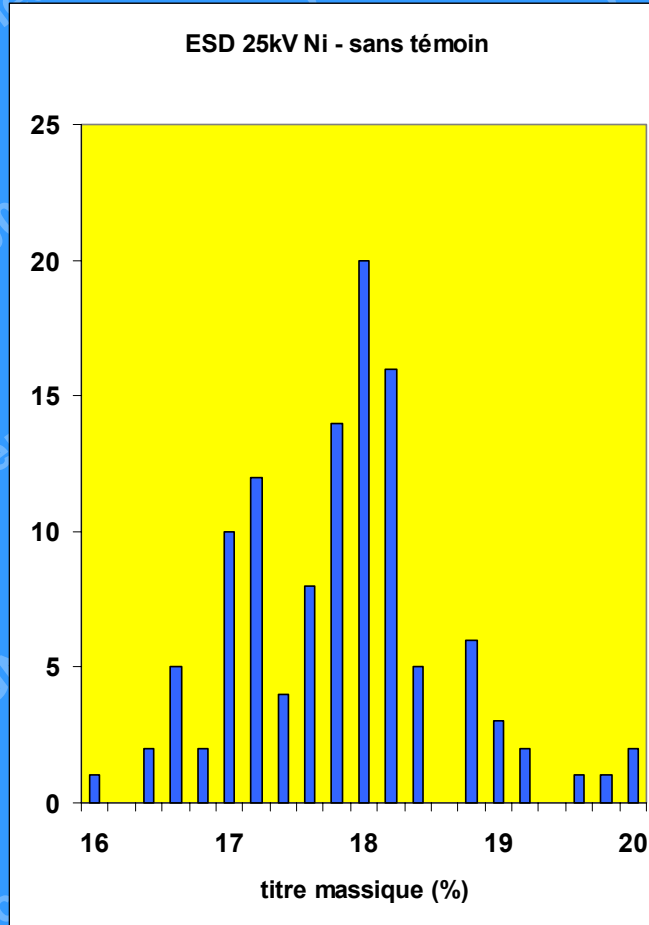
EDS (25kV) : Analyse du Zn



EDS 25kV

avec ou sans témoin ?

Ni

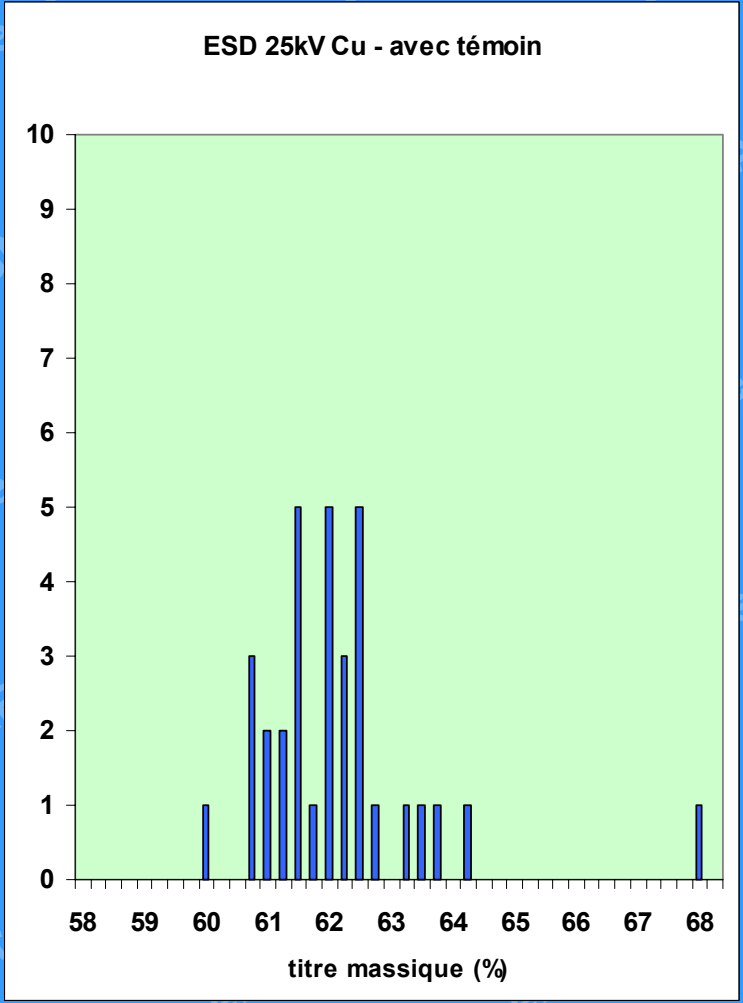
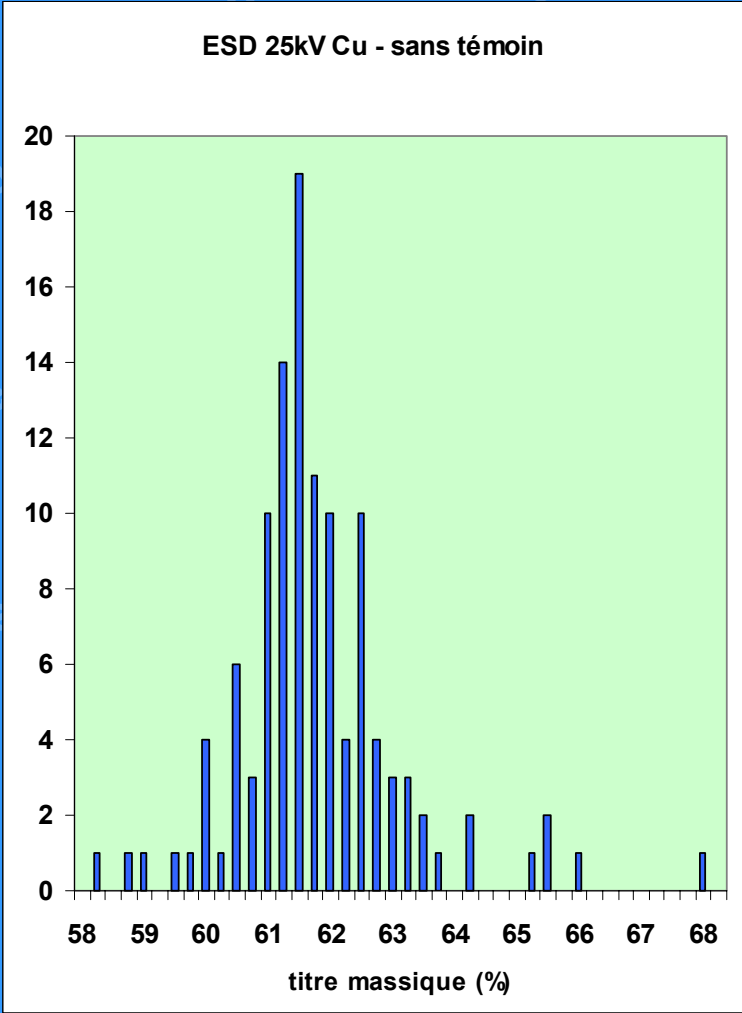


nombre de degré de liberté : 112

t de Student au seuil de 5% : 1,98

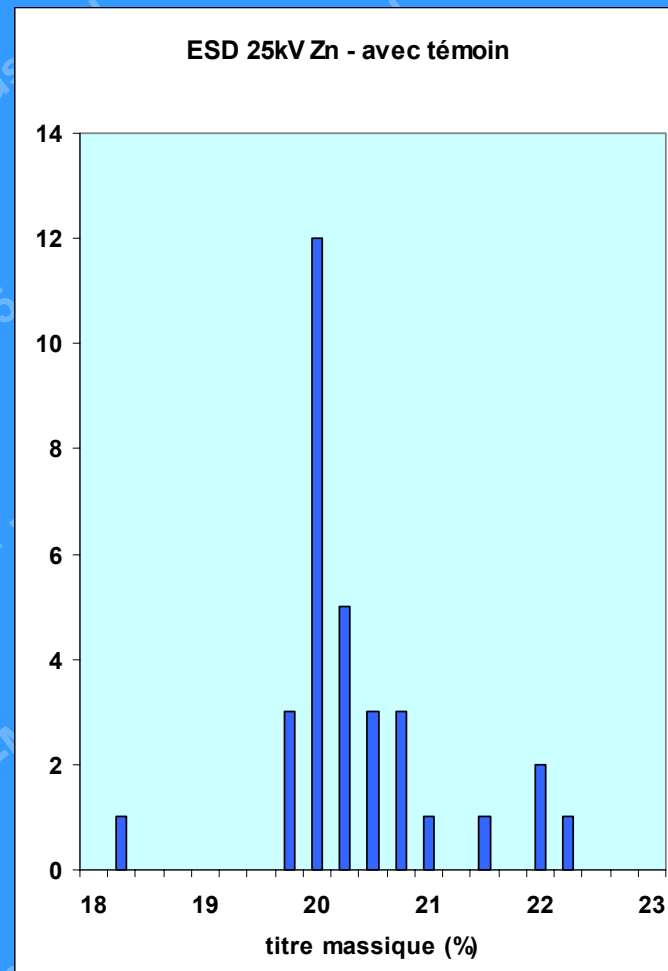
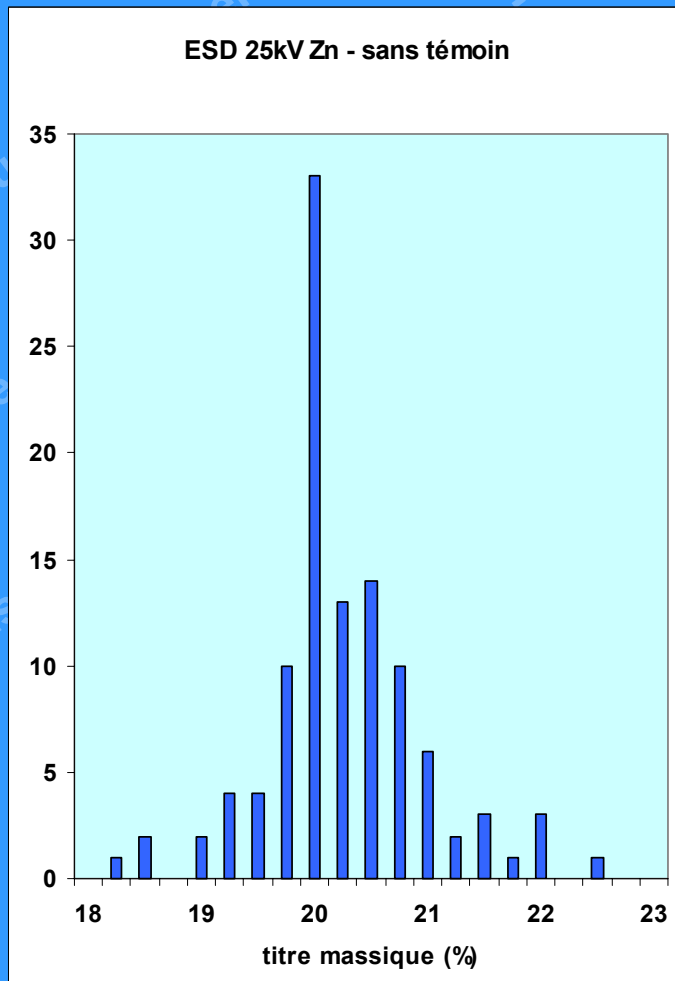
test de Student : $t=1,12 < 1,98$ → pas de différence

Cu



nombre de degré de liberté : 112
t de Student au seuil de 5% : 1,98
test de Student : $t=1,97 < 1,98$ → pas de différence

Zn



nombre de degré de liberté : 112

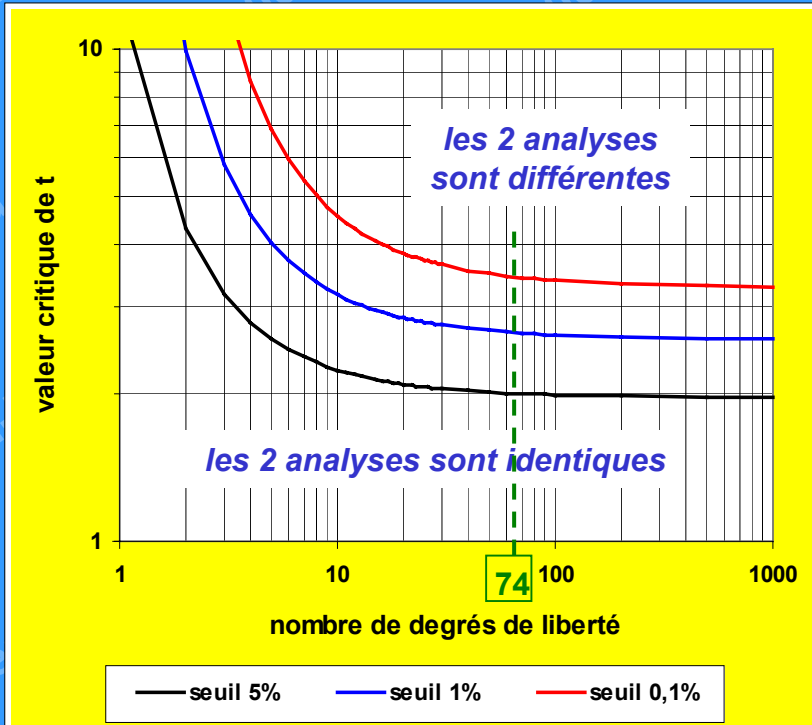
t de Student au seuil de 5% : 1,98

test de Student : $t=0,65 < 1,98$ → pas de différence

ZAF ou Phiroz ?

$$|t| = \frac{|\bar{y}_1 - \bar{y}_2|}{s_c \sqrt{\frac{1}{n_1} + \frac{1}{n_2}}}$$

$$s_c = \sqrt{\frac{(n_1 - 1)s_1^2 + (n_2 - 1)s_2^2}{n_1 + n_2 - 2}}$$

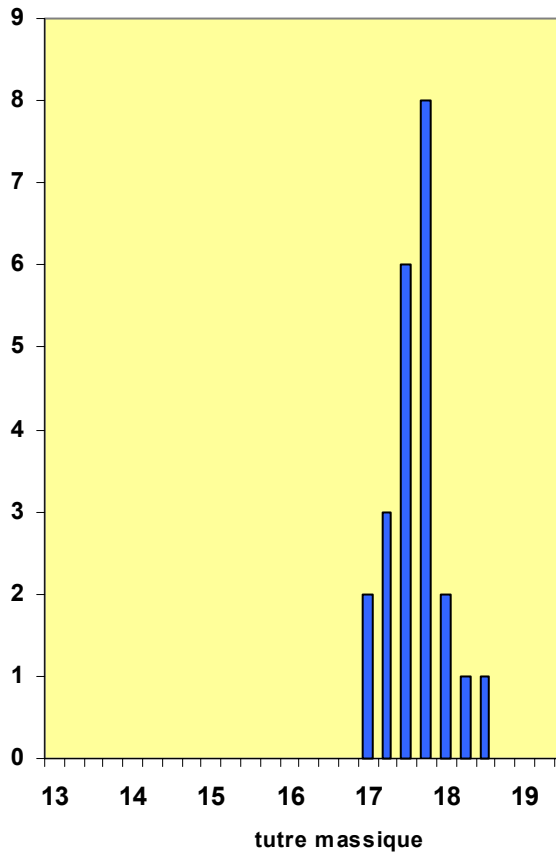


	Ni	Cu	Zn
ddl	74	74	74
t	2,31	0,53	0,70
$t_{5\%}$		1,99	
$t_{1\%}$		2,64	
$t_{0,1\%}$		3,5	

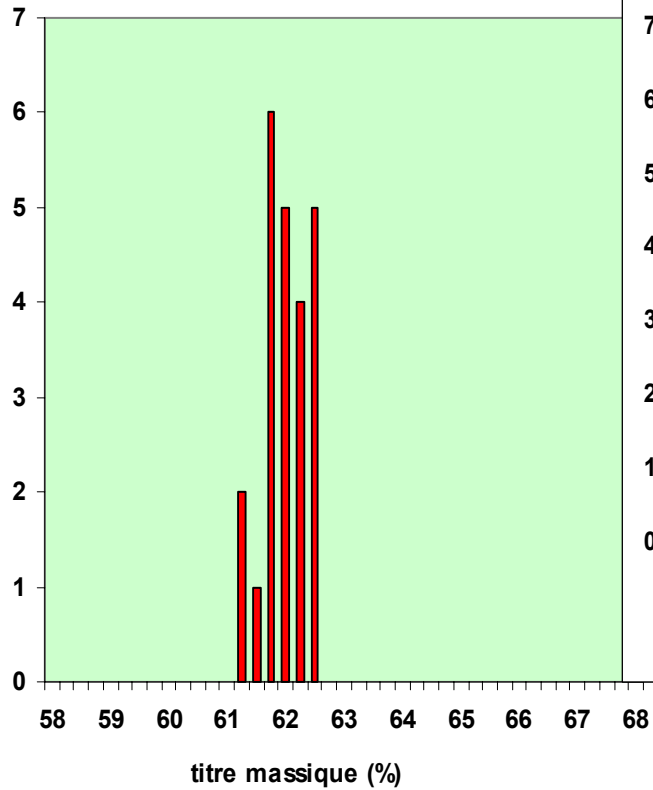
pas de différence notable !

WDS 25kV

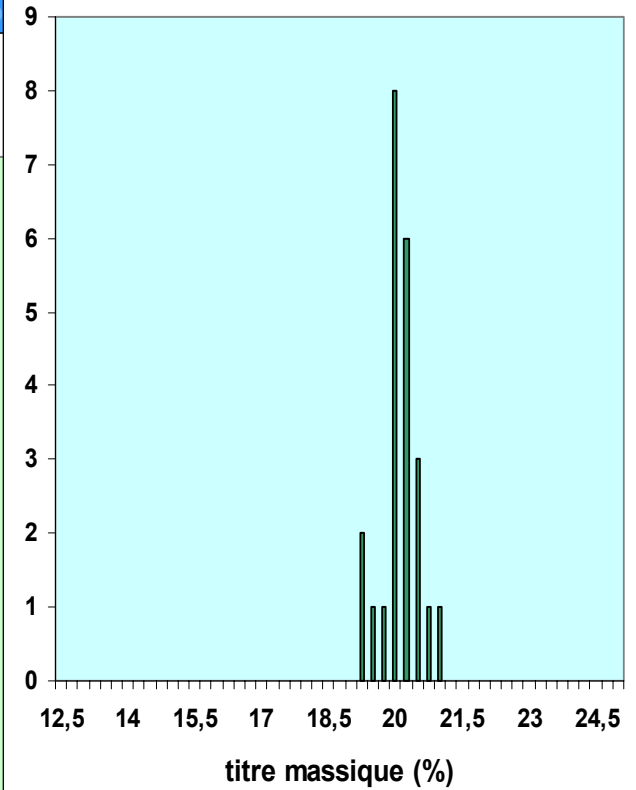
WDS 25kV - analyse du Ni



WDS 25kV - analyse du Cu



WDS 25kV Analyse du Zn



Ni : $17,73 \pm 0,33$
Cu : $62,12 \pm 0,38$
Zn : $20,21 \pm 0,40$

WDS

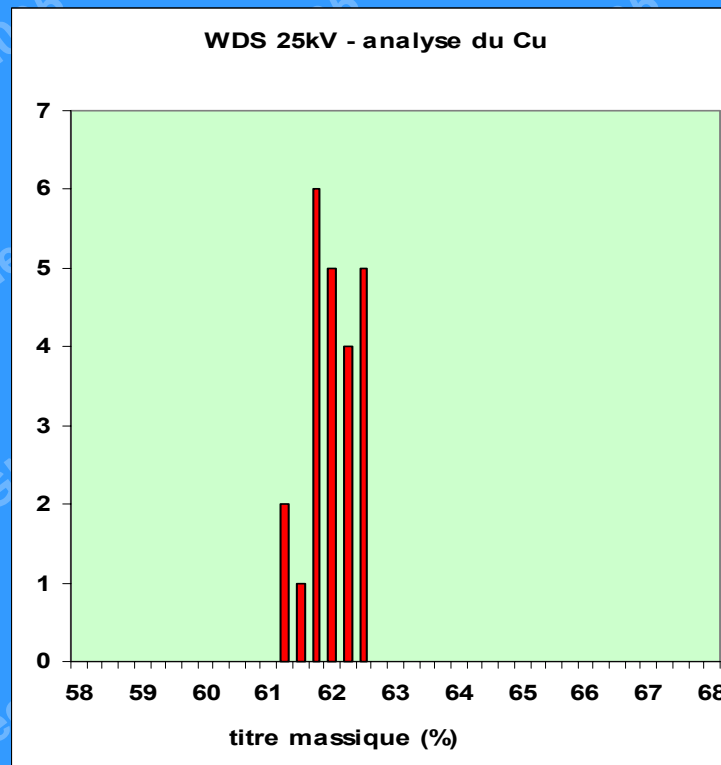
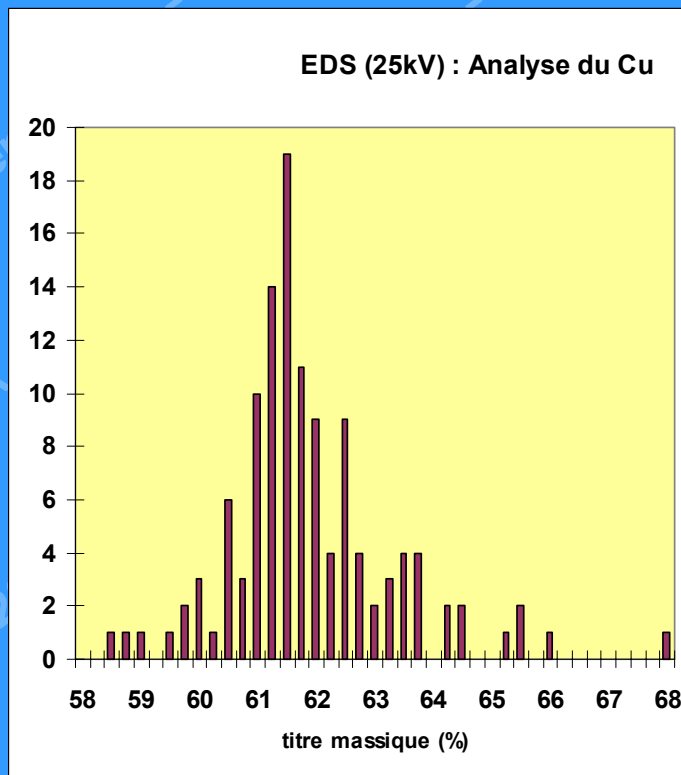
Ni : $17,73 \pm 0,33$
Cu : $62,12 \pm 0,38$
Zn : $20,21 \pm 0,40$

EDS

Ni $17,84 \pm 0,83$
Cu $61,88 \pm 1,38$
Zn $20,07 \pm 1,59$

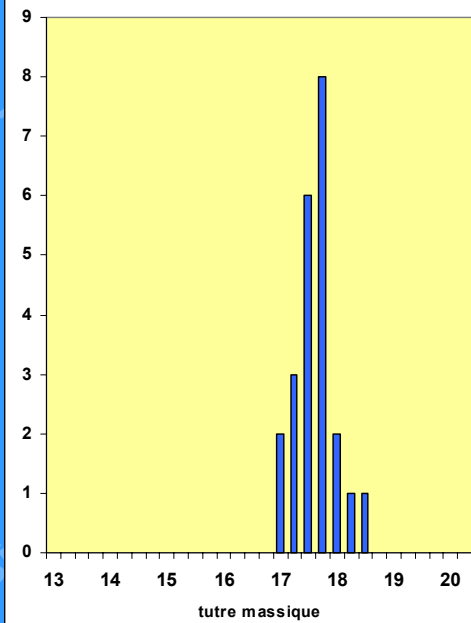
EDS (filtré)

Ni $17,99 \pm 0,61$
Cu $61,82 \pm 1,26$
Zn $20,34 \pm 0,71$



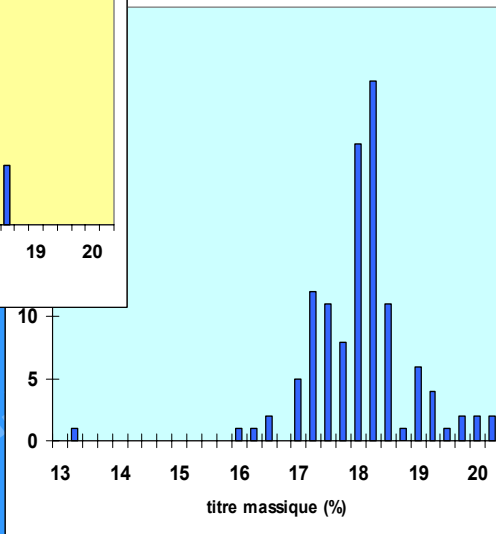
Plus faible dispersion en WDS qu'en EDS

WDS 25kV - analyse du Ni

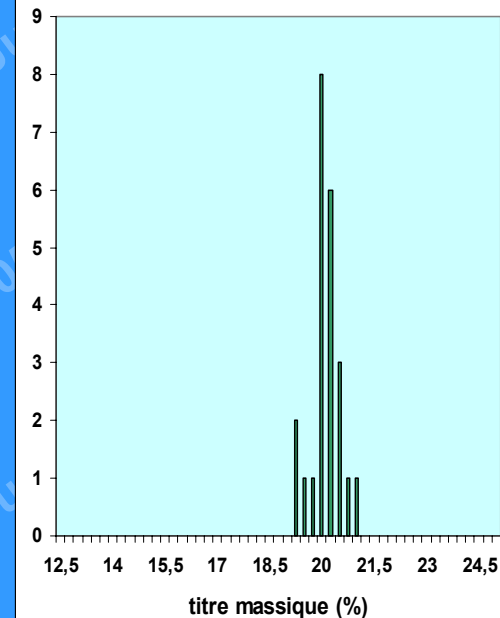


Ni

EDS (25kV) : Analyse du Ni

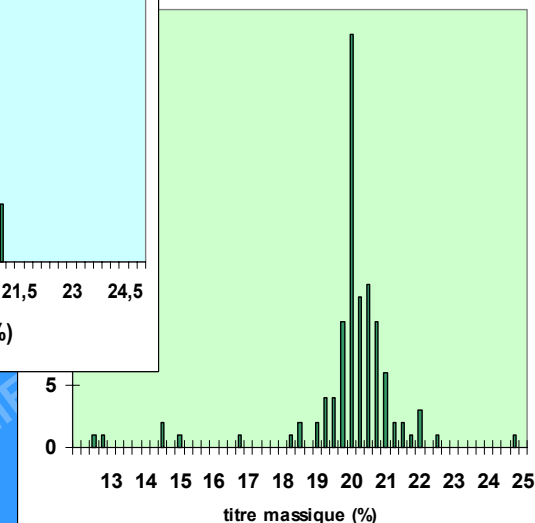


WDS 25kV Analyse du Zn



Zn

(25kV) : Analyse du Zn



WDS-EDS : analyses différentes ?

degrés de liberté : 136

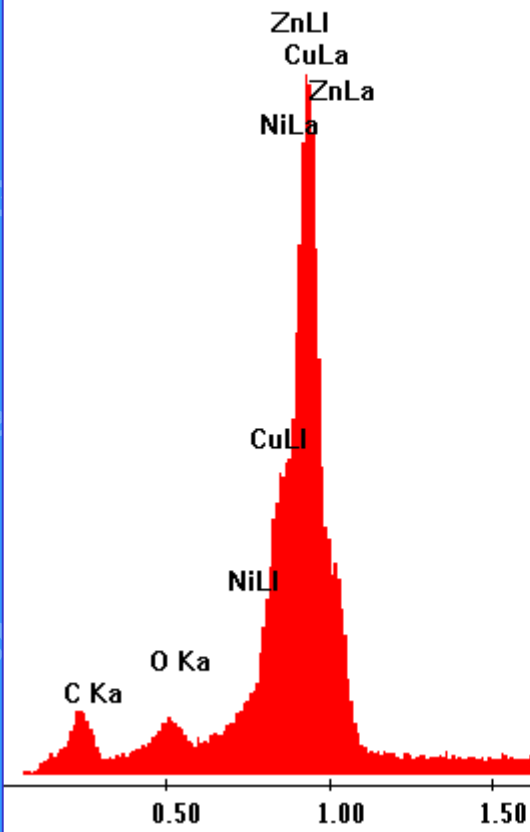
$t_{5\%}$: 1,98

test de Student-Fisher :

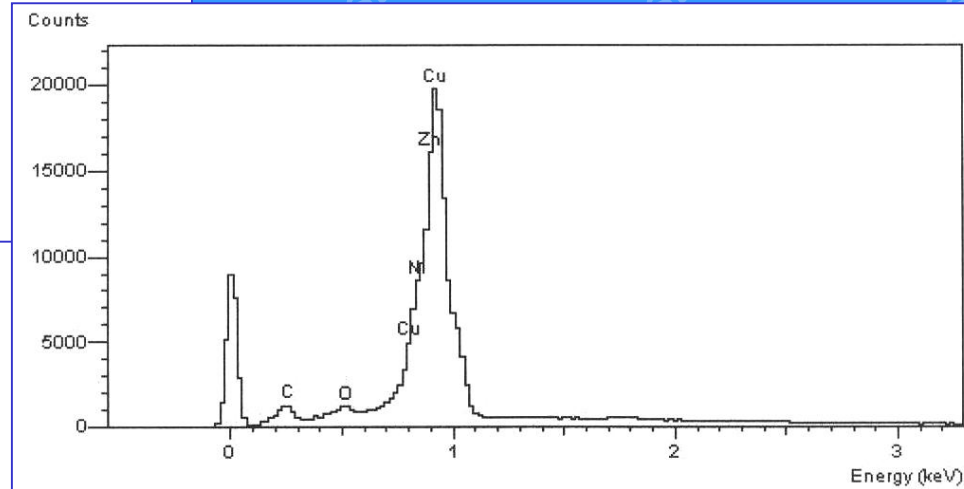
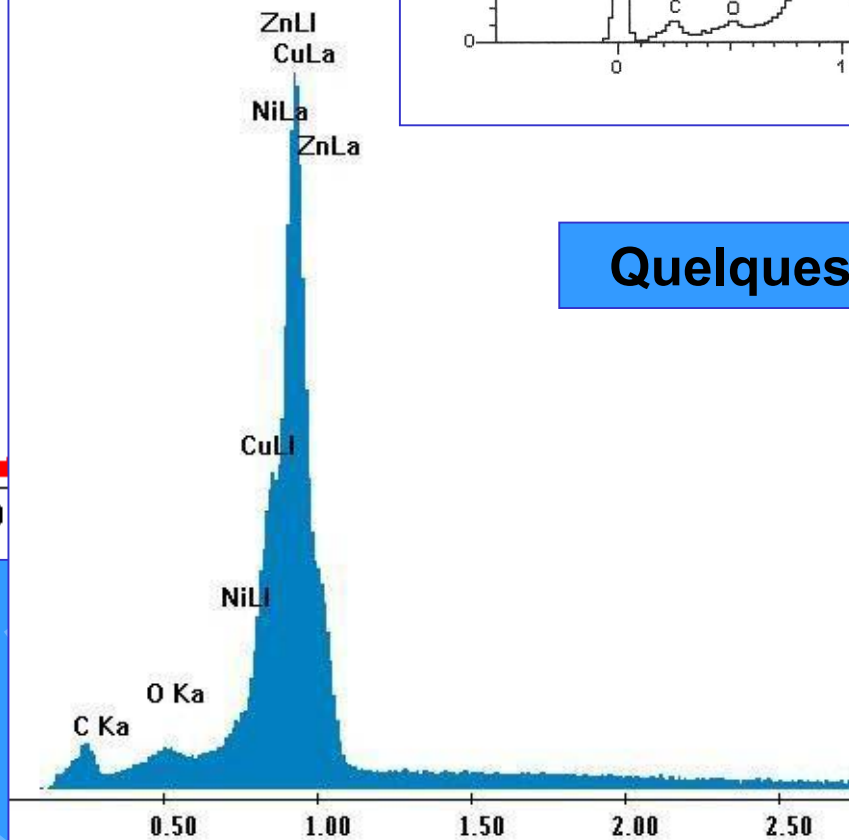
Ni	Cu	Zn
1,40	1,88	2,03

pas de différence notable

EDS 5 kV



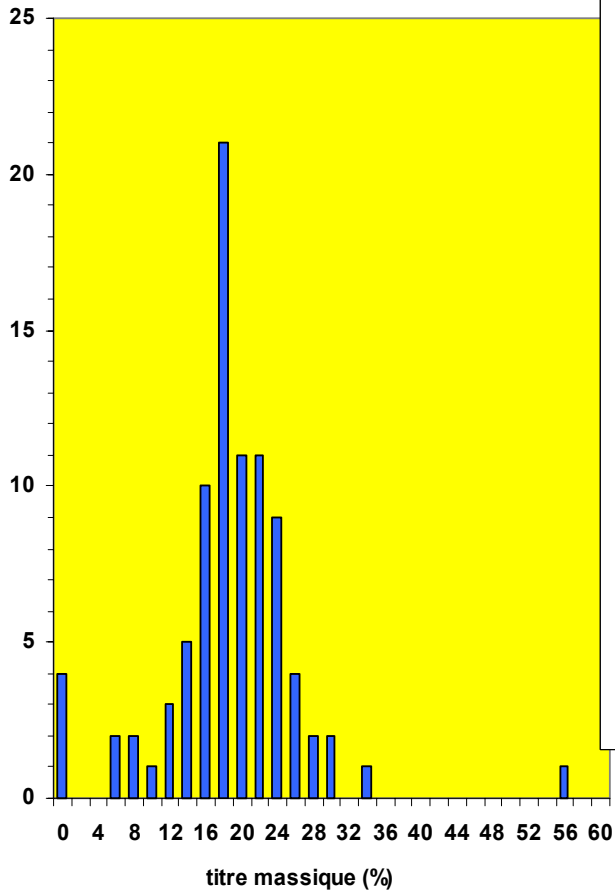
Label A: GN MEBA 5kV



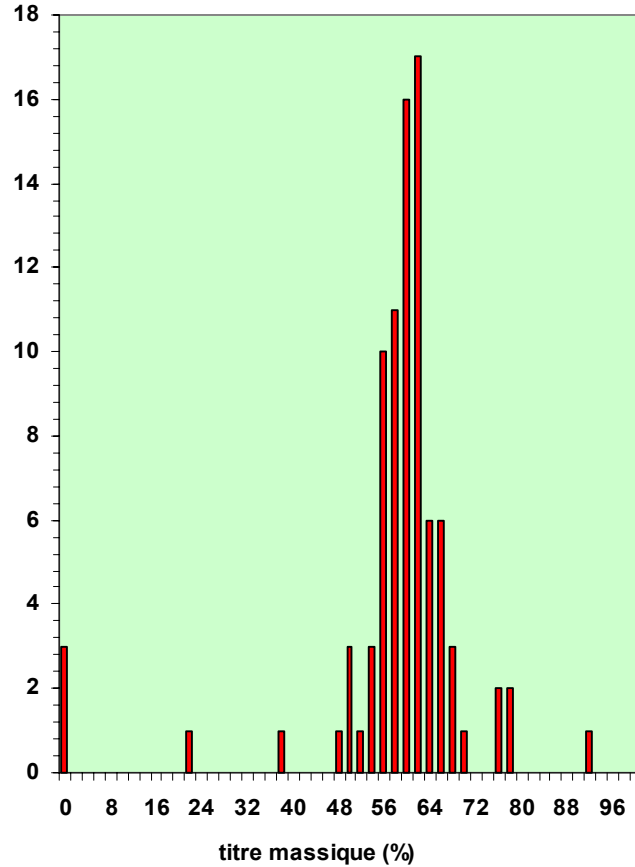
Quelques Spectres

EDS 5 kV

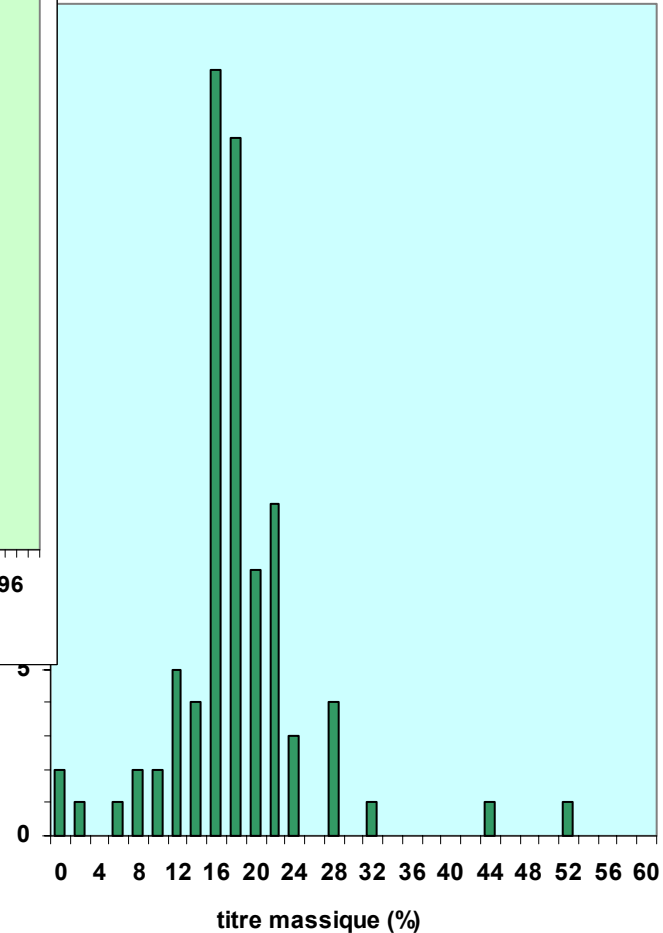
EDS 5kV Analyse du Ni



EDS 5kV Analyse du Cu

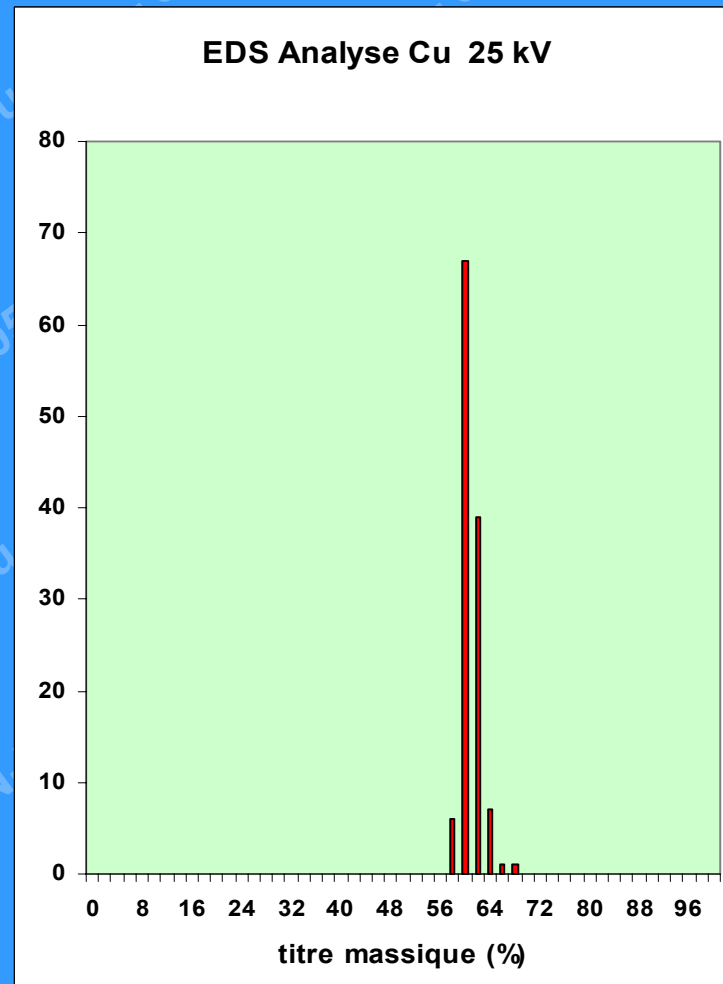
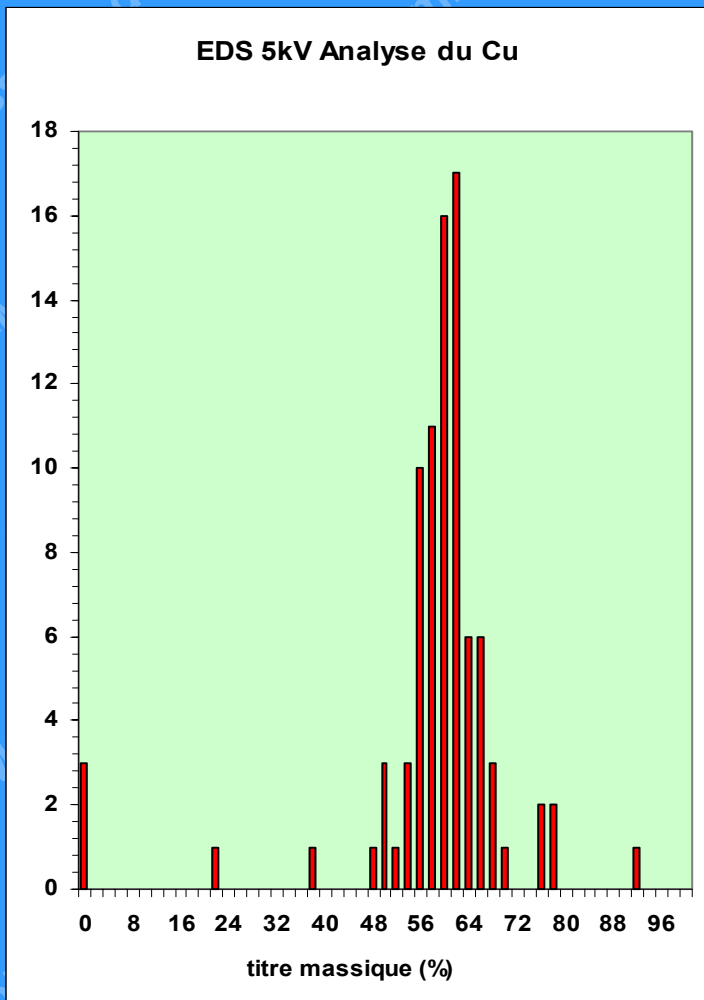


EDS 5kV Analyse du Zn



Ni : $20,20 \pm 7,05$
Cu : $59,27 \pm 13,70$
Zn : $19,34 \pm 6,62$

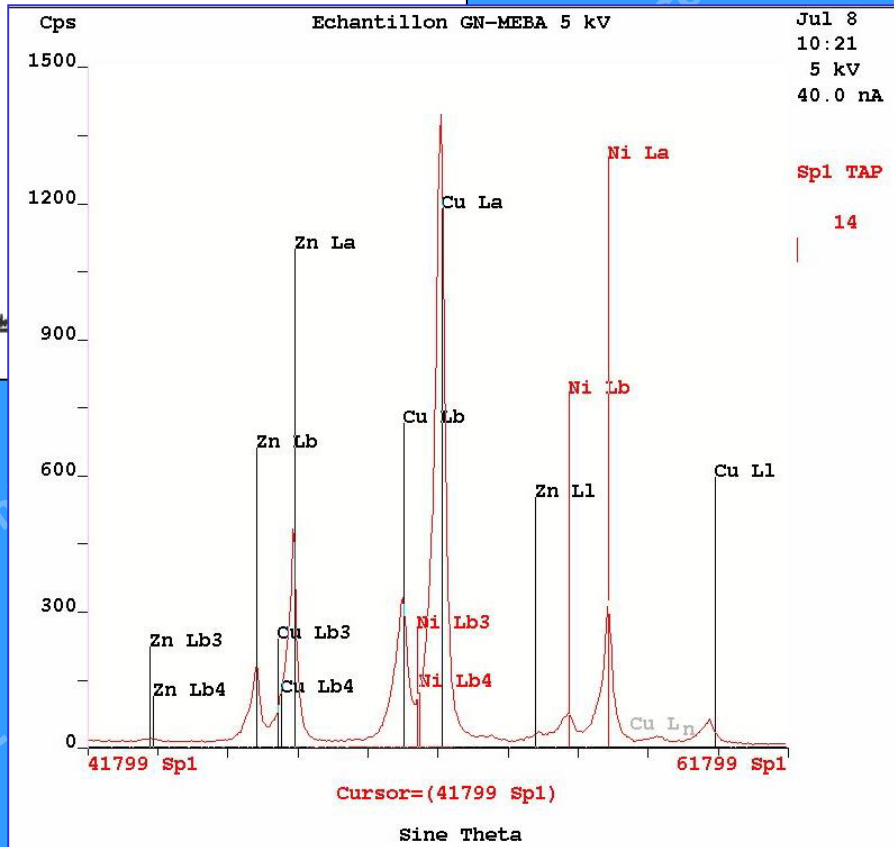
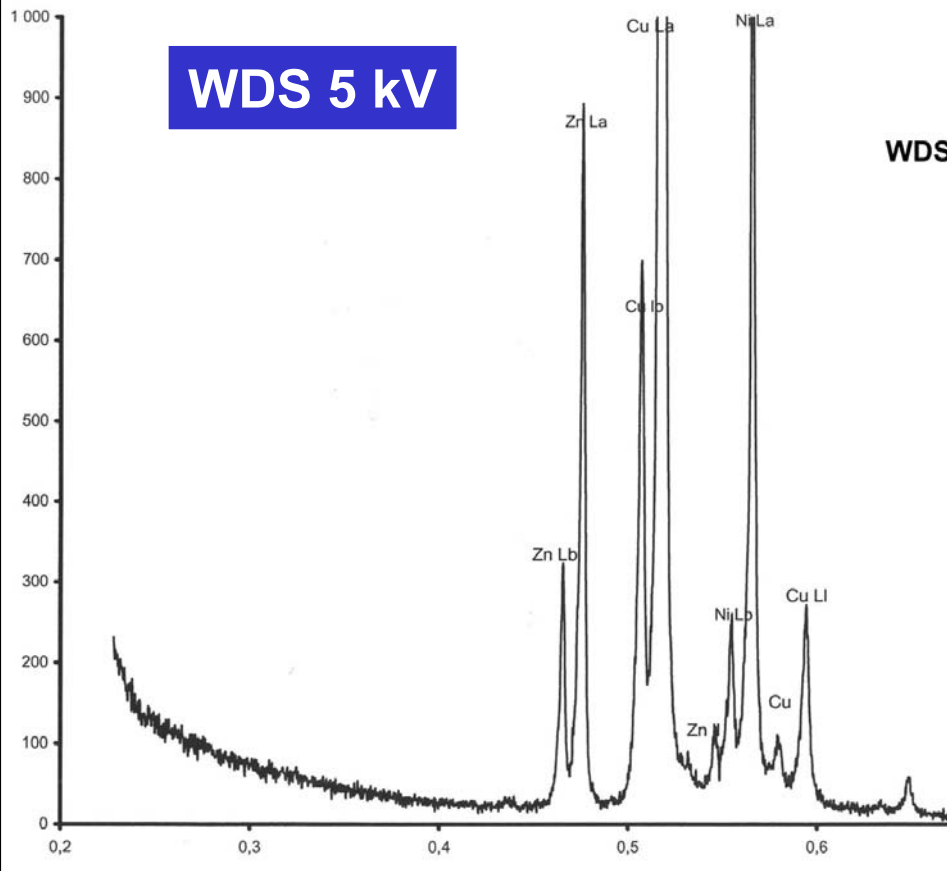
beaucoup plus de dispersion mais...

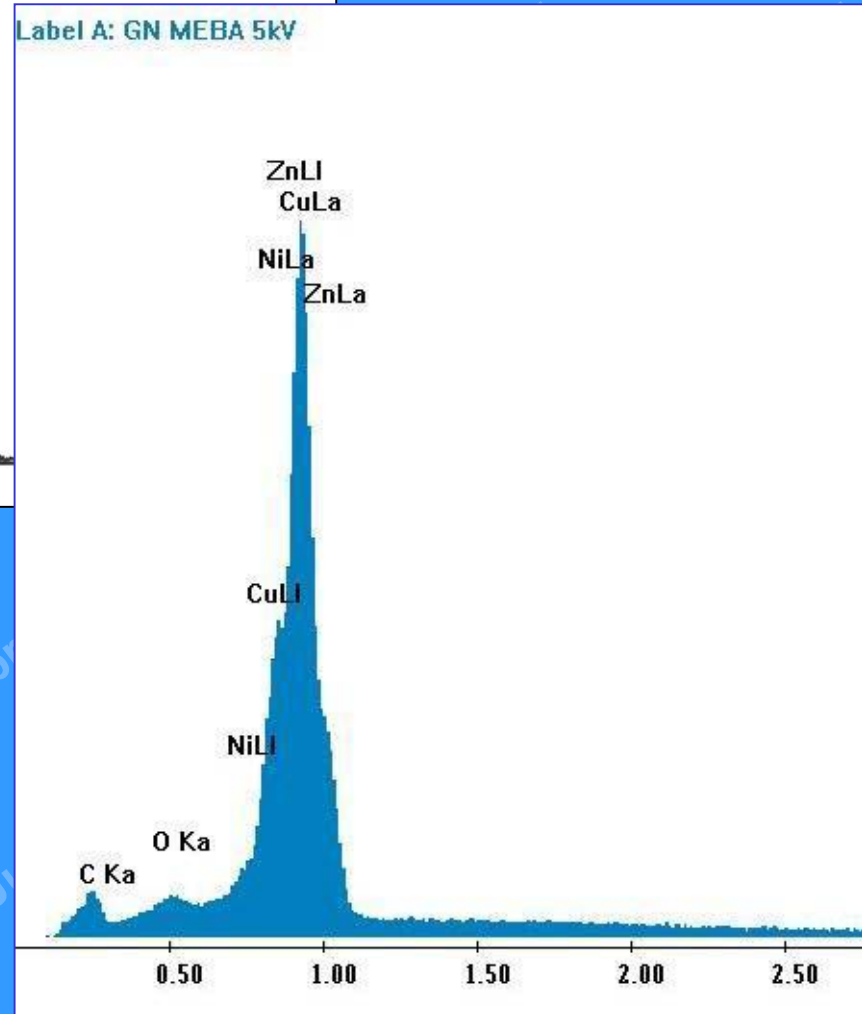
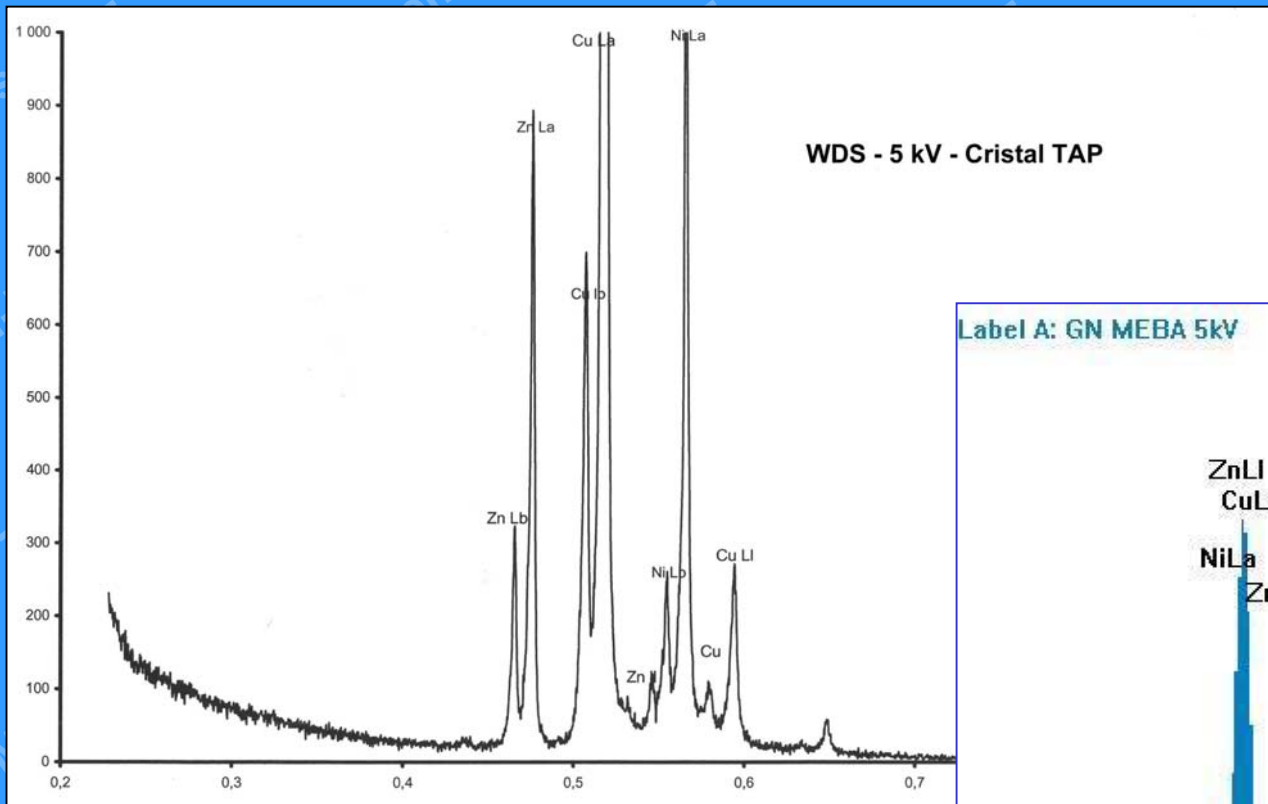


Comparaison EDS 5 et 25 kV (analyse Cu)

WDS 5 kV

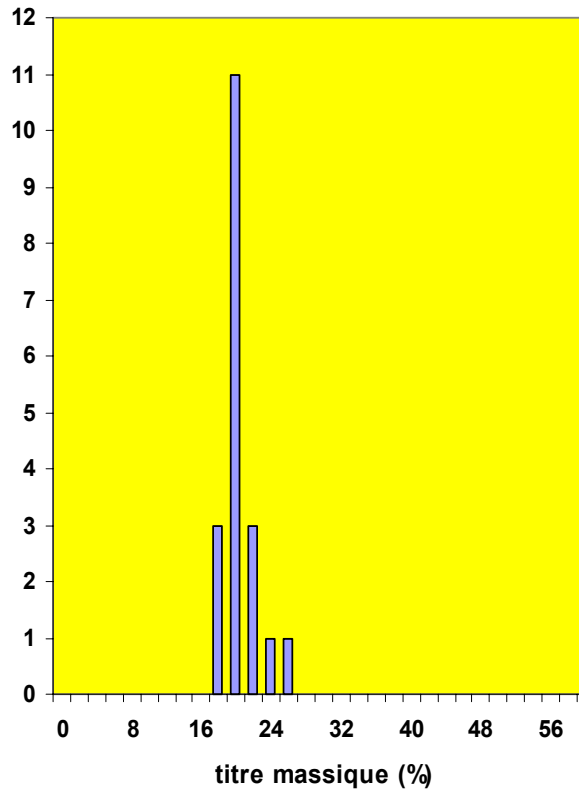
WDS - 5 kV - Cristal TAP



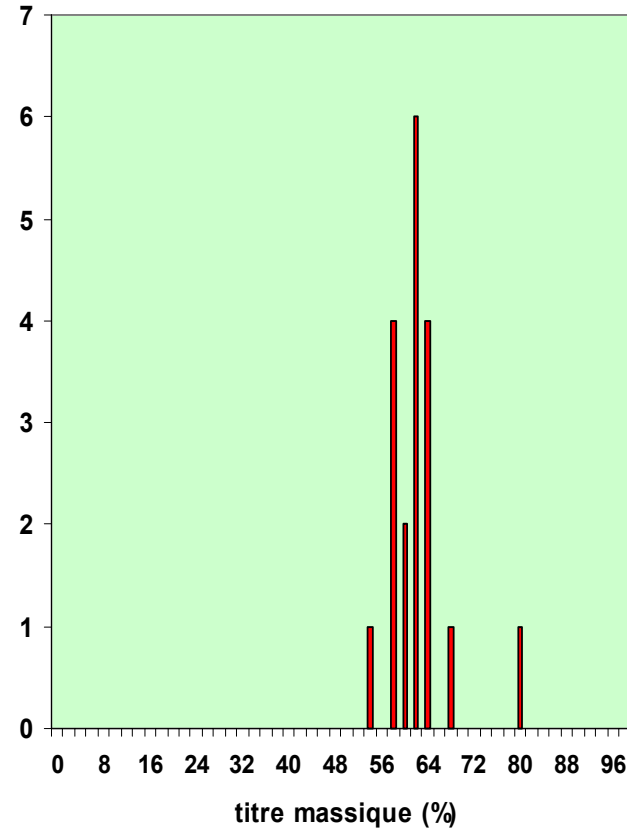


Comparaison WDS-EDS à 5 kV

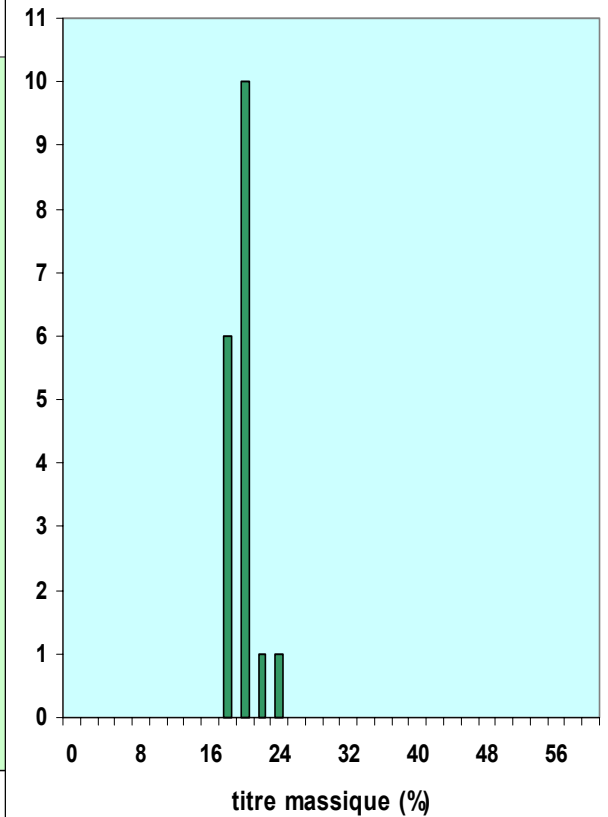
WDS 5kV - analyse du Ni



WDS 5kV - analyse du Cu



WDS 5kV - analyse du Zn



Ni : $21,60 \pm 1,87$

Cu : $63,20 \pm 5,42$

Zn : $20,58 \pm 1,17$

Par rapport à 25kV, plus forte dispersion (mais moindre qu'en EDS)

WDS 25 kV

Ni : $17,73 \pm 0,33$
Cu : $62,12 \pm 0,38$
Zn : $20,21 \pm 0,40$

WDS 5 kV

Ni : $21,60 \pm 1,87$
Cu : $63,20 \pm 5,42$
Zn : $20,58 \pm 1,17$

EDS 25 kV

Ni $17,84 \pm 0,83$
Cu $61,88 \pm 1,38$
Zn $20,07 \pm 1,59$

EDS 5 kV

Ni : $20,20 \pm 7,05$
Cu : $59,27 \pm 13,70$
Zn : $19,34 \pm 6,62$

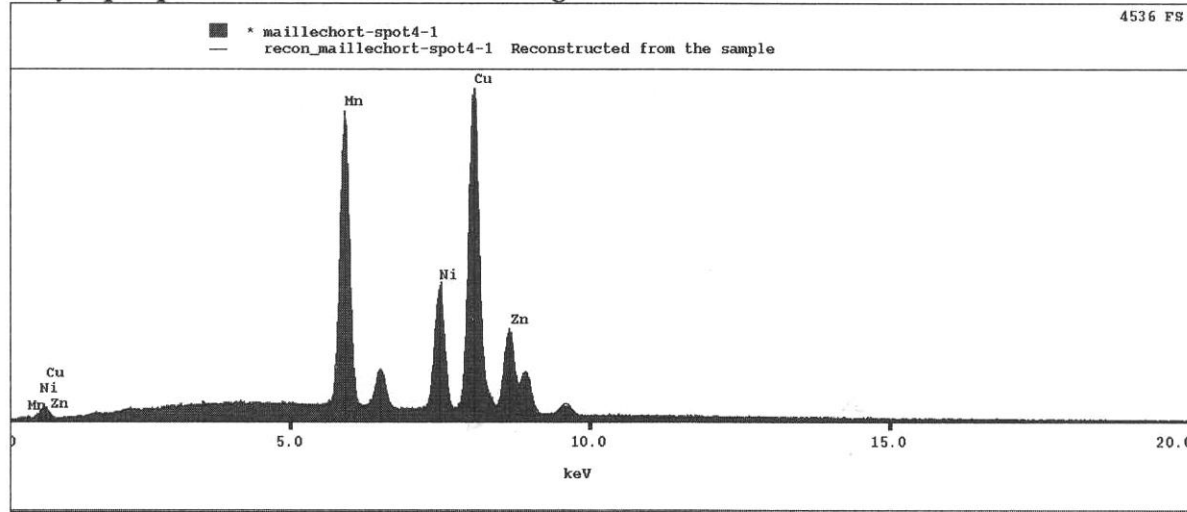
A 5kV par rapport à 25 kV :

- le Ni est surestimé
- le Zn et le Cu sont a peu près identiques

Conclusion : à 5 kV les résultats sont beaucoup plus précis qu'on ne l'aurait craint initialement !

Les autres éléments

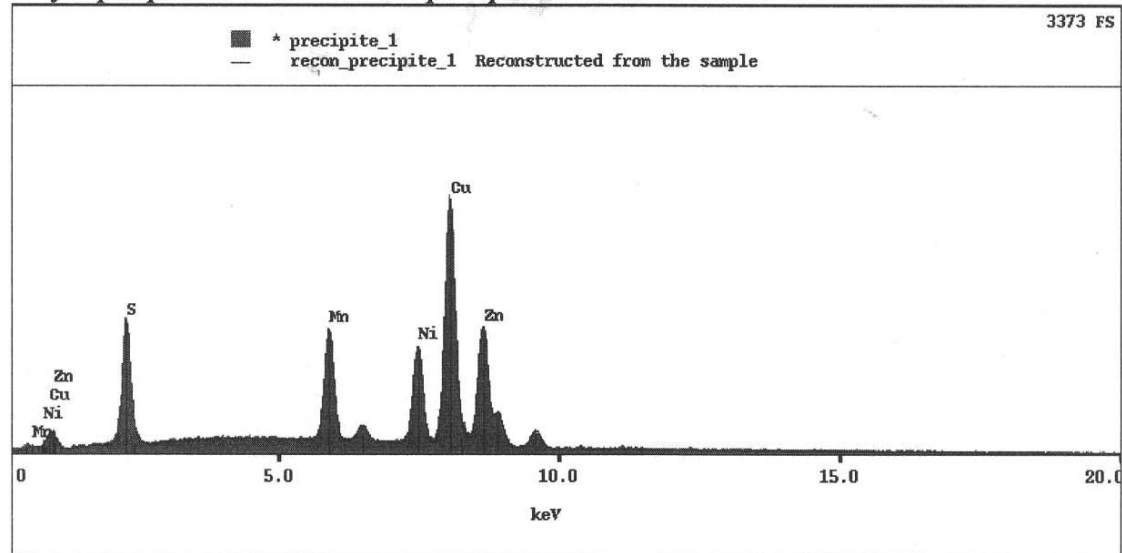
Analyse par pointé à 25 kV sur une hétérogénéité de Mn



présence de Mn

de l'ordre de 0,1%
en moyenne

Analyse par pointé à 25 kV sur un précipité de MnS



Autres éléments observés :

En WDS : Mn (800ppm) - Fe (500ppm)

En ICP : Fe 455 ppm
Mn 950 ppm
Si <200 ppm

En EDS :

