

Les NORMES ISO

relatives aux MEB, Microsonde, MET, EDS, WDS, EBSD

Dans les pages suivantes, leur liste et un cours résumé les concernant.

Ces normes sont disponibles auprès de l'AFNOR, Paris.

Liste des normes – 1/2

ISO/TC 202/ SC 1 – TERMINOLOGIE (3 normes)

- ISO 15932:2013 - Analyse par microfaisceaux -- Microscopie électronique analytique – Vocabulaire.
- ISO 22493:2014 - Analyse par microfaisceaux -- Microscopie électronique à balayage – Vocabulaire.
- ISO 23833:2013 - Analyse par microfaisceaux -- Analyse par microsonde électronique (microsonde de Castaing) – Vocabulaire.

ISO/TC 202/ SC 2 – MICROANALYSE PAR SONDE A ELECTRONS (7 normes)

- ISO 11938:2012 - Analyse par microfaisceaux -- Analyse par microsonde électronique (microsonde de Castaing) -- Méthodes d'analyse par cartographie élémentaire en utilisant la spectrométrie à dispersion de longueur d'onde.
- ISO 14594:2014 - Analyse par microfaisceaux -- Analyse par microsonde électronique (Microsonde de Castaing) -- Lignes directrices pour la détermination des paramètres expérimentaux pour la spectrométrie à dispersion de longueur d'onde.
- ISO 14595:2014 - Analyse par microfaisceaux -- Microanalyse par sonde à électrons -- Lignes directrices pour les spécifications des matériaux de référence certifiés (CRM).
- ISO 16592:2012 - Analyse par microfaisceaux -- Analyse par microsonde électronique (microsonde de Castaing) -- Lignes directrices pour le dosage du carbone dans les aciers par la droite d'étalonnage.
- ISO 17470:2014 - Analyse par microfaisceaux -- Analyse par microsonde électronique (Microsonde de Castaing) -- Lignes directrices pour l'analyse qualitative ponctuelle par spectrométrie de rayons X à dispersion de longueur d'onde (WDX).
- ISO 22489:2016 - Analyse par microfaisceaux -- Microsonde de Castaing -- Analyse quantitative ponctuelle d'échantillons massifs par spectrométrie à dispersion de longueur d'onde (remplace ISO 22489-2006).
- ISO 19463:2018 - Analyse par microfaisceaux -- Analyse par microsonde électronique (Microsonde de Castaing) -- Lignes directrices pour la mise en œuvre des procédures d'assurance qualité (*en anglais*).

Liste des normes – 2/2

ISO/TC 202/ SC 3 – MICROSCOPIE ANALYTIQUE A ELECTRONS (4 normes)

- ISO 19214:2017 - Analyse par microfaisceaux -- Microscopie électronique analytique -- Méthode de détermination de la direction apparente de croissance des cristaux filiformes par microscopie électronique en transmission.
- ISO 25498:2018 - Analyse par microfaisceaux -- Microscopie électronique analytique -- Analyse par diffraction par sélection d'aire au moyen d'un microscope électronique en transmission (remplace ISO 25498 2010).
- ISO 29301:2017 - Analyse par microfaisceaux -- Microscopie électronique en transmission analytique -- Méthodes d'étalonnage du grandissement d'image au moyen de matériaux de référence de structures périodiques.
- ISO 20263:2017 - Analyse par microfaisceaux -- Microscopie électronique analytique -- Méthode de détermination de la position d'interface dans l'image de coupe transversale des matériaux en couches (*en anglais*).

ISO/TC 202/ SC 4 – MICROSCOPIE ELECTRONIQUE A BALAYAGE (7 normes)

- ISO 16700:2016 - Analyse par microfaisceaux -- Microscopie électronique à balayage -- Lignes directrices pour l'étalonnage du grandissement d'image.
- ISO/TS 24597:2011 - Analyse par microfaisceaux -- Microscopie électronique à balayage -- Méthodes d'évaluation de la netteté d'image.
- ISO 13067:2011 - Analyse par microfaisceaux -- Diffraction d'électrons rétrodiffusés -- Mesurage de la taille moyenne des grains.
- 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.
- ISO 22029:2012 - Analyse par microfaisceaux -- Format de fichier standard EMSA/MAS pour échange de données spectrométriques.
- ISO 22309:2011 - Analyse par microfaisceaux -- Analyse élémentaire quantitative par spectrométrie à sélection d'énergie (EDS) des éléments ayant un numéro atomique de 11 (Na) ou plus.
- ISO 24173:2009 - Analyse par microfaisceaux -- Lignes directrices pour la mesure d'orientation par diffraction d'électrons rétrodiffusés.

Normalisation

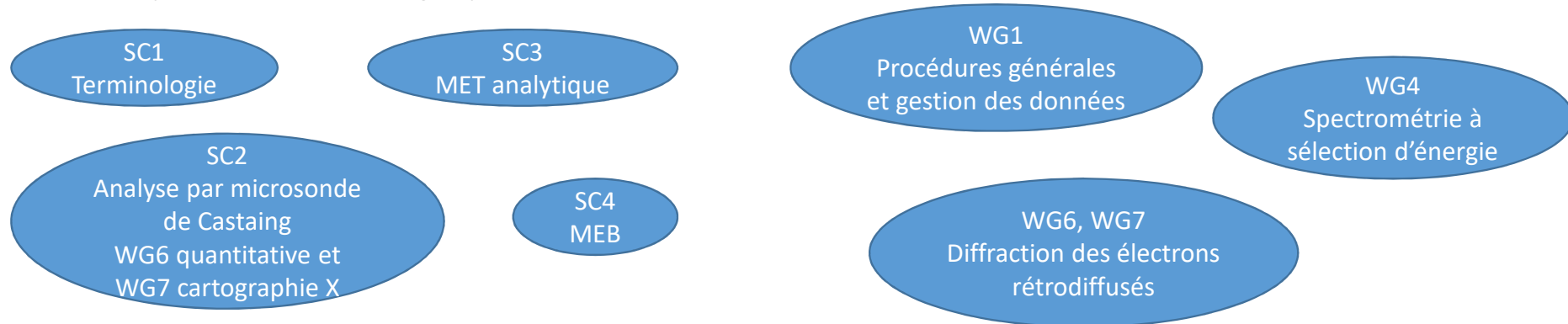
- la Normalisation dans le domaine du MEB et de la microanalyse X est effectuée au niveau international dans le cadre du comité technique [ISO / TC 202 "Analyse par micro-faisceaux"](#) (créé en 1991).
- 13 pays participent à l'élaboration des normes ISO /TC 202, dont la France (AFNOR - *Association Française de NORmalisation*). La France n'a plus qu'un avis consultatif du fait du désengagement de nombreux acteurs, y compris industriels.
 - publication de 19 normes disponibles auprès de l'AFNOR
- toutes les normes internationales sont réexaminées 1 fois tous les 5 ans.
 - confirmation, révision ou annulation

Domaine des travaux :

- normalisation dans le domaine de l'analyse par microfaisceaux qui utilise des électrons comme rayonnement incident (mesures, paramètres, méthodes et matériaux de référence)

ISO TC 202 :

- il est composé de différents sous groupes :



Utilisation :

- les normes sont d'application volontaire
- elles peuvent être imposées par un donneur d'ordre
- le droit peut imposer l'utilisation d'une norme industrielle

Norme ISO 15932:2013 - Microscopie électronique analytique - Vocabulaire

- Cette norme, en français, décrit le vocabulaire utilisé dans les techniques de microscopie électronique analytique (MEA), que ce soit par microscopie électronique en transmission ou par microscopie électronique à balayage en transmission. La MEA regroupe donc la spectrométrie X par excitation des électrons, la spectroscopie de perte d'énergie des électrons et la micro-diffraction. Certaines parties de la norme sont applicables à des techniques apparentées comme le MEB, l'EPMA, l'EDS.
- La normalisation de la terminologie dans un domaine donné est un préalable indispensable à la normalisation sur d'autres aspects de ce même domaine.
- Cette norme est divisée en plusieurs parties :
 - une liste des termes abrégés avec leur signification (FFT, FIB, SE, etc.) ;
 - les termes employés dans les bases physiques de la MEA (émission de champ, focalisation, onde de Bloch....) ;
 - les termes utilisés dans l'instrumentation liée à la MEA (émission Schottky, brillance, astigmatisme...) ;
 - les termes liés à la préparation des échantillons (microtome, réplique, décapage....) ;
 - la définition des termes utilisés pour la formation, le traitement et l'interprétation des images en MEA (contraste, transformée de Fourier, dislocation, etc.) ;
 - les termes utilisés pour le grandissement et la résolution des images (grandissement, grille d'étalonnage, résolution, etc.) ;
 - les termes utilisés pour la diffraction des électrons en MEA (loi de Bragg, double diffraction, axe de zone, etc.).

Norme ISO 22493:2014 - Microscopie électronique à balayage - Vocabulaire

- Cette norme, en anglais, décrit le vocabulaire utilisé dans la technique de microscopie électronique à balayage (SEM). Cette norme est importante car la normalisation de la terminologie en microscopie électronique est un préalable indispensable à la normalisation sur d'autres aspects de ce même domaine.
- Cette norme est divisée en plusieurs parties :
 - la première regroupe les termes utilisés pour décrire les phénomènes physiques mis en jeu (diffusion inélastique, profondeur d'échappement des électrons rétrodiffusés, électrons secondaires de type 1, 2, 3 ou 4, etc.)
 - les termes liés à l'instrumentation en microscopie à balayage (aberrations, systèmes de vide variable ou contrôlé, détecteurs in-lens, etc.)
 - une troisième partie regroupant des termes utilisés pour l'acquisition et le traitement des images (profondeur de champ, bruit, distorsion, etc.)
 - les termes qui sont utilisés pour l'interprétation des images (relation de Bragg, lignes de Kikuchi, cathodo-luminescence, etc.)
 - et enfin une dernière partie sur la calibration du grandissement des images et leur résolution (le grandissement, les différentes résolutions, la taille de sonde, etc.)

Norme ISO 23833:2013 - Analyse par microsonde électronique (microsonde de Castaing) - Vocabulaire

- Cette norme, en français, résume en préalable ce qu'est l'analyse de rayons X par microsonde de Castaing (EPMA). Elle reprend ensuite les définitions des différents termes utilisés dans la pratique de la microsonde électronique, certains s'appliquant toutefois à d'autres techniques comme le MEB et l'EDS.
- Une première partie de la norme définit les termes généraux utilisés dans l'analyse par microsonde de Castaing. Il y est notamment question de rayons X caractéristiques, d'énergie d'ionisation ou de coefficient d'absorption massique.
- Une deuxième partie décrit précisément les termes utilisés pour l'instrumentation liée à une microsonde électronique. On y retrouvera les définitions du courant de sonde électronique, d'un spectromètre à dispersion de longueur d'onde ou d'un cristal diffractant.
- La troisième et dernière partie vous donnera une liste des termes utilisés en EPMA. Par exemple le taux d'excitation, la droite d'étalonnage ou l'erreur relative.

Norme ISO 11938:2012 - Analyse par microsonde électronique (microsonde de Castaing) - Méthodes d'analyse par cartographie élémentaire en utilisant la spectrométrie à dispersion de longueur d'onde

- Le but de cette norme est de décrire les modes opératoires pour l'analyse par cartographie élémentaire utilisant une microsonde électronique avec spectrométrie à dispersion de longueur d'onde.
- Elle décrit cinq types de traitement des données : le méthode des intensités brutes de rayons X, la méthode du k-ratio, la méthode de la courbe d'étalonnage, la méthode de corrélation et la méthode de correction des effets de matrice.

Les différents sujets abordés sont les suivants :

Les Références normatives : les différentes normes associées

Termes et définitions : zone cartographiée, balayage faisceau, cartographie en pseudo-couleur, en fausse couleur et en niveau de gris, pixel et cartographie par déplacement de platine

Mode opératoire de l'analyse par cartographie

- Préparation d'échantillon
- *Donne les conditions de polissage et éventuellement de la métallisation*
- Mode opératoire de mesure
- *Donne sous forme d'organigramme la suite des opérations à effectuer*
- Conditions relatives à la sonde et à la platine
- Choix de la méthode de balayage
- Taille de sonde et nombre de pixels

Méthode d'affichage des cartographies élémentaires

- Mesure des intensités brutes des rayons X
- Méthode du k-ratio
- Méthode de la courbe d'étalonnage
- Méthode de corrélation
- Méthode de correction des effets de matrice

Evaluation de l'incertitude

- *Détermination de la répétabilité, de la reproductibilité et des incertitudes sur les mesures*

Rapport

- *Description des éléments à fournir dans un rapport*

En annexe est traitée la comparaison des effets d'absorption pour les éléments légers

Norme ISO 14594:2014 - Analyse par microsonde électronique (Microsonde de Castaing) - Lignes directrices pour la détermination des paramètres expérimentaux pour la spectrométrie à dispersion de longueur d'onde

Paramètres liés au faisceau incident

- Energie, courant, densité de courant dans le cas de matériaux sensibles, grandissement

Paramètres liés au spectromètre WDS

- Angle d'élévation du spectromètre, résolution spectrale (les facteurs qui l'influencent, aptitude à séparer les signaux X, sensibilité des mesures à la hauteur de l'échantillon et à la position du faisceau sur l'échantillon)

Détecteur de rayons X et chaîne de comptage

- Les discriminateurs de la distribution en énergie des impulsions
- Taux de comptage et temps mort

Position du pic (en λ)

- La différence de position de pic : valeur théorique et valeur pratique (contrôle et correction)
- Cas de rayonnements de faible énergie : la forme du pic peut être modifiée par l'état chimique et une approche autre que le comptage au maximum de l'intensité du pic, comme une mesure de l'aire du pic, peut être nécessaire

Paramètres liés à l'échantillon

- Porte-échantillon : orthogonalité par rapport au faisceau incident, reproductibilité de positionnement
- Echantillon : rugosité de la surface d'analyse, volume d'analyse

Modes opératoires et mesures

- Faisceau, mesure des intensités (correction de temps mort, résolution en énergie, taux de comptage, soustraction du fond continu), échantillon (aire, profondeur, volume d'analyse)

Présentation du rapport de tests

Annexes : Méthodes pour estimer la surface d'analyse
Méthodes pour estimer la profondeur d'analyse ;
Méthodes pour estimer le volume d'analyse à partir des simulations de Monte-Carlo

Norme ISO 14595:2014 - Microanalyse par sonde à électrons - Lignes directrices pour les spécifications des matériaux de référence certifiés (CRM)

Cette norme concerne les matériaux de référence monophasés et donne les conditions pour les réaliser et les utiliser ; ils doivent être plans et polis.

- Test d'hétérogénéité à mentionner dans le certificat du CRM ; elle doit être faible à l'échelle micrométrique ; de larges zones doivent être homogènes (au moins 20 microns environ) exemptes d'inclusion, etc.. Voir annexe A
- CRM de classe 1 si la technique de détermination de la composition est différente de l'analyse EPMA et réalisée par au moins 2 pays.
- Stockage de la plupart des matériaux : dans un dessiccateur (préserver l'état de surface, et de l'endommagement) ; conditions plus exigeantes à préciser selon la nature du matériau.
- S'il y a une influence de la résine et du polissage aux bords : instructions à préciser dans le certificat pour éviter ces zones.

Certification : classe 1 à 3 selon le niveau d'exigence des tests effectués, voir annexe B.

Polissage et métallisation

- Pour les métaux mous, oxydes, minéraux, préparation à chaque utilisation

Procédure de test d'hétérogénéité

- Si beaucoup d'échantillons (200) : sélection aléatoire pour les tests
- Si peu d'échantillons (<20), tous les tester avant découpe
- Tester par optique, BSE puis par WDS si interférence de raies en EDS
- Tester homogénéité au centre, aux bords (influence de l'enrobage, du polissage, etc.) s'il doit y avoir découpe
- 2 profils \perp sont recommandés ou suffisamment de points pris au hasard
- Intensité X (coups) : $[\text{Int}_{\text{moy}} - 3\sigma; \text{Int}_{\text{moy}} + 3\sigma]$

Test de stabilité sous faisceau d'électrons

- Temps d'acquisition : 10 s. \rightarrow 100 s.
- Adapter/préciser les conditions opératoires pour obtenir la stabilité de l'intensité X, peut varier selon les échantillons

Détermination de la composition chimique et validation

- Au moins par 2 laboratoires indépendants
- Moyen d'analyse (ISO) \neq EPMA pour CRM de classe 1
- Voir annexe C pour un exemple

Norme ISO 16592:2012 - Analyse par microsonde électronique (microsonde de Castaing) - Lignes directrices pour le dosage du carbone dans les aciers par la droite d'étalonnage

Cette norme détaille une méthode de détermination de la teneur en carbone inférieure à 1 poids%, dans des aciers comprenant des éléments métalliques d'alliage dont la teneur est inférieure à 1-2 poids%. Cette méthode utilise une droite d'étalonnage. Une attention particulière doit être apportée à ce type d'analyse afin d'empêcher la contamination en carbone sur la surface de l'échantillon qui peut augmenter la teneur en carbone mesurée.

1. Matériaux de référence

solutions solides Fe-C, composé de Fe-C Fe₃C
homogénéité

2. Préparation de l'échantillon et des témoins

- influence de l'enrobage, du polissage et du nettoyage
- polissage final avec un matériau exempt de C, tel que la poudre d'alumine

3. Conditions de mesure de l'intensité de la raie C K α

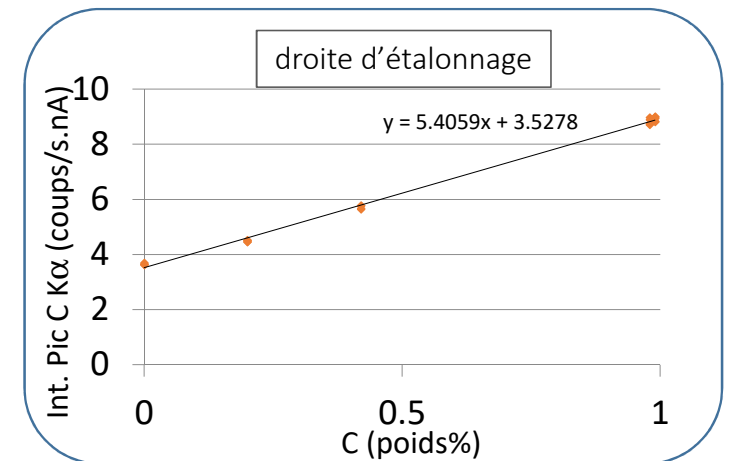
- énergie, courant du faisceau d'électrons
- choix du cristal
- réglage de l'analyseur d'amplitude des impulsions (PHA) - éliminer les raies d'ordre multiple
- temps de comptage

4. Soustraction du fond continu

5. Etablissement de la droite d'étalonnage

6. Evaluation de l'incertitude de mesure

7. Rapport d'essai



Annexes :

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

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

Bibliographie

Norme ISO 17470:2014 - 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 (WDS)

Cette norme donne les lignes directrices pour l'identification et la recherche d'éléments dans un échantillon par spectrométrie WDS à la microsonde de Castaing ou au MEB.

1. L'instrument et les échantillons

2. Procédure d'analyse qualitative

- acquisition de spectres en λ
- mise en garde (problème d'interférence de raies)

3. Définition des conditions d'analyse

- HV, I_{sonde}
- spectromètre WDS
 - cristaux
 - analyseur d'amplitude des impulsions
- spectre en λ (pas, durée d'acquisition)

4. Méthode d'analyse d'un spectre de RX

- détection et identification des pics
- limite de détection (calcul statistique)

5. Contenu du rapport d'analyse qualitative

Annexes :

Exemple de rapport d'analyse qualitative d'un acier inoxydable à la microsonde électronique de Castaing
Bibliographie

Norme ISO 22489:2016 - Microsonde de Castaing - Analyse quantitative ponctuelle d'échantillons massifs par spectrométrie à dispersion de longueur d'onde

1. Principe, procédure de l'analyse quantitative : Intensité $X = f$ (poids% élément émetteur) : variation non linéaire → nécessité de calculs de 'correction' → nécessité de témoins (composition connue)

Les conditions que doivent remplir les témoins et les échantillons en vue de l'analyse X quantitative

Choix des matériaux de référence (norme ISO 14595)

2. Préparation des échantillons et des témoins

3. Calibration de l'instrument (HV, courant de sonde, spectromètre, temps mort)

4. Conditions d'analyse

HV, I sonde, \emptyset sonde, sonde défocalisée, mode balayage de l'échantillon, position de l'échantillon par rapport au spectromètre WDS (sur microsonde ou MEB), choix des raies d'analyse

Méthode de mesure de l'Intensité Pic et FC (position en longueur d'onde du spectromètre, temps de comptage -pic et fond continu-, mesure de l'intensité du fond continu selon la norme ISO 14594)

5. Méthodes de correction des modèles analytiques

Concentrations apparentes, modèles de correction ZAF, $\Phi(\rho z)$, $\Phi(\rho z)$, Bence et Albee

6. Méthode de la courbe de calibration

Sélection des matériaux de référence, incertitude sur les mesures (norme ISO 22309:2006 annexe C), contenu du rapport d'analyse quantitative

Annexes :

- A- Phénomènes physiques et corrections
- B- Différentes méthodes de correction (ZAF, $\Phi(\rho z)$, Bence et Albee)
- C- Mesure des k-ratios dans le cas « d'effets chimiques » sur la forme et la position des raies caractéristiques
- Bibliographie

Norme ISO 19463:2018 - Analyse par microsonde électronique (Microsonde de Castaing) - Lignes directrices pour la mise en œuvre des procédures d'assurance qualité

- Le but de cette norme est d'effectuer le contrôle de l'instrument le plus complet et le plus fiable possible en un minimum de temps pour l'opérateur, l'instrument et l'analyse.
- Destinée à être réalisée périodiquement pour confirmer le fonctionnement optimum de la microsonde, cette procédure permet à l'opérateur de suivre la qualité des performances de l'instrument, de l'alerter sur le besoin d'une intervention ou d'une calibration dès que l'instrument ne répond plus aux spécifications de fonctionnement relatives aux incertitudes de mesure.
- Les procédures décrites dans ce document s'appliquent aux analyses effectuées à la microsonde électronique de Castaing et sur tout autre spectromètre à dispersion de longueur d'onde (WDS).

PRINCIPE DE L'ASSURANCE QUALITE EN WDS

- sélection des matériaux test pour l'assurance qualité
- paramètres de l'assurance qualité
 - environnement du laboratoire
 - paramètres instrumentaux (tension d'accélération, courant de sonde, sélection des spectromètres et cristaux diffractant, énergie du pic et du fond continu à considérer pour l'analyse, optimisation des temps de comptage, conditions d'acquisition des mesures)
- fréquence des tests diagnostiques de l'assurance qualité
- présentation du rapport de tests
- analyse des données (tests statistiques) et suivi des performances

Annexes :

- *exemples d'échantillons test et de référence pour l'assurance qualité en spectrométrie WDS*
- *distinguer les dysfonctionnements de l'instrument des effets de préparation des échantillons*
- *l'origine des dysfonctionnements (échantillon, sonde e⁻, cristal, compteur, mouvements sur le cercle de Rowland, alignement du point source, du cristal et du compteur) indiqués par les résultats des tests*

Norme ISO 19214:2017 - Microscopie électronique analytique - Méthode de détermination de la direction apparente de croissance des cristaux filiformes par microscopie électronique en transmission

- Le but de cette norme est de décrire une méthode pour la détermination de la direction apparente de croissance de cristaux filiformes (fibres et pseudo-fibres) par microscopie électronique en transmission.
- La procédure est basée sur l'étude d'un cristal à partir de l'image en mode bright field (BF) et le cliché de diffraction électronique, dans 2 orientations différentes du même cristal
- La procédure est applicable à des cristaux allongés dont le diamètre et l'épaisseur ont pour valeur une dizaine à quelques centaines de nm
- La norme est basée sur 2 normes de référence : ISO24173 (mesure d'orientation par EBSD) et ISO 25498:2010 (analyse par SAED en TEM)

PRINCIPE DE LA PROCEDURE

- Préparation d'échantillon et choix des conditions d'observation, calibration de l'angle de rotation entre l'image BF et le cliché de diffraction correspondant selon la norme ISO 25498:2010
- Cristal analysé choisi selon ses dimensions, au focus à la position eucentrique
- Acquisition des données
 - Choix d'une orientation de l'échantillon à l'aide d'un porte-échantillon double-tilt ou tilt-rotation, à l'aide de la diffraction en mode sélection d'aire (SAED) de façon à obtenir un cliché de diffraction dont la distribution de la brillance est symétrique et qu'une zone de Laue d'ordre 0 soit observée – Acquisition du cliché de diffraction électronique correspondant aux angles de tilt X1 / Y1 (porte-échantillon double tilt) - Acquisition de l'image BF correspondante
 - L'opération est répétée pour une 2^{ème} orientation (angles de tilt X2 / Y2)
 - Un angle ψ est obtenu à partir des angles X1 / Y1 et X2 / Y2 (cf. ISO 25498:2010, §8.2)
 - La norme décrit la méthode de détermination de l'espace inter-planaire et d'indexation des clichés de diffraction
- Détermination de la direction cristalline
 - Définition de la direction de projection
 - Détermination de la projection stéréographique
- Estimation de l'incertitude

Contenu des annexes :

- *Relation entre indices de Miller et indices de Miller-Bravais dans les cristaux à structure hexagonale*
- *Matrice d'inversion G / G^{-1} dans les différents systèmes cristallins*
- *Exemple de rapport de test*

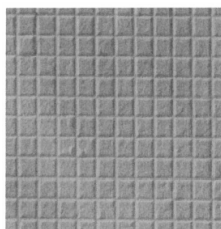
Norme ISO 25498:2018 - Microscopie électronique analytique - Analyse par diffraction par sélection d'aire au moyen d'un microscope électronique en transmission

- Cette norme, en anglais, décrit la méthode de diffraction par sélection d'aire en MET. Elle débute par l'énoncé de quelques termes et définitions.
- La technique SAED est la technique de diffraction la plus couramment employée en MET par rapport à la diffraction par faisceau convergent ou à la microdiffraction. Elle permet l'analyse directe de petites zones ; son principe est décrit.
- Quand un faisceau interagit avec un échantillon mince cristallin, un cliché de diffraction, caractéristique du cristal, peut apparaître. Pour obtenir des informations plus fiables, il pourra être intéressant d'orienter le cristal en axe de zone à l'aide d'un porte-objet (PO) double inclinaison ou inclinaison-rotation. Si l'échantillon est un peu trop épais, il peut apparaître les lignes de Kikuchi décrites en 1928. Si la zone étudiée comprend plusieurs cristaux, le diagramme d'anneaux partiel ou complet peut apparaître.
- Placer l'échantillon sur le PO et faire tous les réglages de la colonne nécessaires, y compris l'eucentricité. Obtenir une image en champ clair au grandissement adéquat. Insérer le diaphragme de sélection d'aire de diamètre adéquat ; le positionner et passer du mode image au mode diffraction. Pour des analyses quantitatives, il est nécessaire de calibrer le système, la constante de diffraction (méthode décrite et qui permettra d'analyser tous les clichés de diffraction et donc de les indexer).
- Les sources d'erreurs sont discutées.
- En annexe, les tables correspondant aux témoins Au et Al sont données, ainsi que des schémas correspondant à des clichés typiques des structures cristallographiques BCC, FCC, HCP.

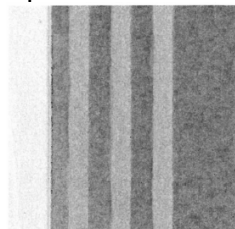
Norme ISO 29301:2017 - Microscopie électronique en transmission analytique - Méthodes d'étalonnage du grandissement d'image au moyen de matériaux de référence de structures périodiques

- Terminologie en MET, procédure d'acquisition et de traitement des images de calibration.
- Terminologie spécifique : MET, réglages (focus, hystérésis...), image (format et dynamique de l'image...), réseaux, axes de zone...
- Echantillons : CRM (certified reference material) ou RM (reference material).
- Conditions d'acquisition des images de référence (procédure en 18 étapes) : pression, stabilité de l'instrument (2,5h), positionnement de l'échantillon, piège anti-contamination, limitation de l'hystérésis des bobines, etc.
- Procédure de mesure : prise en compte de la nature du détecteur (Négatif, Image Plate, Camera CCD), de l'orientation du réseau, du nombre de lignes, etc. ⇒ Taille de pixels
- Annexes :
 - paramètres influençant le grandissement de l'image (HT: valeur et stabilité), astigmatisme, convergence du faisceau, hystérésis, instabilité de la lentille objectif, positionnement en hauteur de l'échantillon, non-linéarité du contrôle des grandissements, erreur de calibration différente pour chaque valeur de grandissement, orientation du réseau (l'échantillon), stabilité thermique et électronique des circuits électroniques du MET, format d'image, distorsion de l'image (ratio X et Y) et positionnement des limites du réseau lors de la mesure.
 - procédure de calibration pas-à-pas : logigramme de la procédure
 - détermination du nombre de lignes du réseau à utiliser
 - matériaux de référence :
 - CRM multicouche AlGaAs-InGaAs sur Si (74nm, 145nm, 288nm, 478nm et 964nm)
 - CRM multicouche Si/Ge sur Si <001> (10nm, 100nm, 1µm et 5µm)
 - CRM pseudo-cristaux W-Si (5nm - 50nm) sur Si
 - RM répliques (2µm, 10µm, 50µm et 500µm)
 - RM cristaux : Au ou Si
 - exemple de rapport de test

Echantillons CRM/RM utilisés pour la calibration du grandissement :



Réplique pour faibles grandissements (2000 lignes/mm)



Structure GaAs (9,5nm)/AlAs (9,5nm) pour grandissements moyens



Cristal Au (200) – 0,204 nm pour grandissements élevés

Au	<111>	0,235 nm
	<200>	0,204 nm
	<220>	0,144 nm
Si	<111>	0,314 nm
	<200>	0,272 nm
	<220>	0,192 nm

distances inter-réticulaires

Norme ISO 20263:2017 - Microscopie électronique analytique - Méthode de détermination de la position d'interface dans l'image de coupe transversale des matériaux en couches

- Le but de cette norme est d'explicitier et de définir la méthode de positionnement moyen des interfaces de matériaux multicouches observés par microscopie électronique en Transmission (TEM) et/ou en transmission mode balayage (STEM : Scanning Transmission Electron Microscopie). Les observations sont réalisées sur échantillons en coupe (cross-section).
- Utilisée dans le but de réaliser des mesures précises et reproductibles des épaisseurs de couches, de l'épaisseur totale d'une multicouche, de sa planéité, en déterminant précisément la localisation moyenne d'une interface, pour des couches de quelques nm à quelques μm .
- L'objet de cette norme n'est pas la détermination du positionnement exact d'une interface entre deux couches cristallines car il suffit de réaliser des images HR (Haute résolution) en TEM ou STEM où les colonnes d'atomes sont visibles puis d'y appliquer un traitement par MMS (multi-slices method) pour mesurer les épaisseurs.
- La méthode s'applique spécifiquement aux matériaux multicouches avec des interfaces entre :
 - des couches amorphes
 - un matériau amorphe et un matériau cristallin
- Les procédures décrites dans ce document s'appliquent également aux images acquises par spectrométrie EDS, ou par EELS (spectrométrie par perte d'énergie) ou à tout autre type d'images digitales acquises par caméras digitales, sur plaques photographiques ou pour des images acquises sur plaques photographiques numérisées par scanner.

PRINCIPE DE LA METHODE DE POSITIONNEMENT DE L'INTERFACE

- méthodologie employée à la préparation de l'échantillon
 - détermination de la localisation physique de la coupe à préparer, méthodes de préparation possibles
- paramètres instrumentaux
 - positionnement physique de l'interface // à l'axe Y au mieux, affichage écran, acquisition de profils, intensité du signal, définition dpi images, types images....
- procédure détaillée quant à la détermination du positionnement plus précis de l'interface suivant le type d'images obtenues (basse résolution ou haute-résolution (FFT, Filtre passe Bas puis IFFT) sur 3 exemples (- 2 interfaces // à y - 1interface // à y -aucune interface // à y)
- Mesures des incertitudes

Contenu des annexes :

- *3 exemples sur échantillons en TEM-STEM*
- *2 applications en découlent : la mesure d'épaisseur de couches et la calibration du grandissement image (et de la taille de pixel)*

Norme ISO 16700:2016 - Microscopie électronique à balayage - Lignes directrices pour l'étalonnage du grandissement d'image

- Le but de cette norme est de fournir des lignes directrices quant à la mise en œuvre de l'étalonnage du grandissement image des microscopes électroniques à balayage (SEM). La procédure décrite dans ce document renvoie également vers 4 autres normes ISO traitant
 - des compétences et exigences relatives aux laboratoires de tests et calibrations
 - des matériaux de références certifiés ou non : définition, exigences, principes de certification
 - des exigences et compétences requises quant aux fournisseurs de ces matériaux standards certifiés ou non
- La norme rappelle les fondamentaux quant aux choix des matériaux de références certifiés (CRM) ou non (RM), leur forme, leurs utilisations et les conditions de stockage.

PROCEDURE D'ETALONNAGE DU GRANDISSEMENT IMAGE POUR UN MEB

- Mise en place de l'échantillon
- Paramètres d'acquisition microscope pour la calibration
- Acquisition de l'image, mesures à effectuer sur l'image
- Procédure de calibration du grandissement et de l'échelle avec calcul d'incertitudes
- Etablissement d'un rapport d'étalonnage (contenu essentiel à faire figurer dans le document)

Contenu des annexes :

- *Annexe A : liste des fabricants de CRM et exemples de références RM*
- *Annexe B : liste des paramètres influençant le grandissement image sur un MEB (les contributions des différentes parties instrumentales du microscope : du canon, aux diverses lentilles électromagnétiques mais également des artefacts de distorsion dus aux plaques photo, système d'enregistrement de l'image, distance de travail, non planéité de l'échantillon...)*
- *Annexe C : Calculs d'incertitudes sur le grandissement*
- *Annexe D : Exemple de rapport d'étalonnage*
- *Bibliographie*

Norme ISO/TS 24597:2011 - Microscopie électronique à balayage - Méthodes d'évaluation de la netteté d'image

- Le but de cette norme est de décrire les méthodes d'évaluation de la netteté d'images numérisées produites par un microscope électronique à balayage (MEB).
- Trois méthodes sont décrites: transformée de Fourier (TF), contraste sur gradient (CG) et dérivée (DR)
- Cette norme s'appuie sur les documents de référence suivants:
 - ISO 16700:2004 (étalonnage du grandissement)
 - ISO/CEI 17025:2005 (exigences générales)
 - ISO 22493 (MEB-vocabulaire)

PRINCIPE DE L'ÉVALUATION DE LA NETTÉTÉ D'IMAGE MEB

- Acquisition d'une image en optimisant les paramètres (inclinaison, champ balayé, taille de pixel, rapport contraste/bruit, focalisation)
- Sélection d'une zone de l'image comprenant au moins 256 X 256 pixels et enregistrement d'un fichier bitmap ou TIF non compressé (min. 8 bits)
- Contrôle du rapport contraste/bruit (CNR) qui doit être supérieur à 10 et évaluation d'un facteur de netteté suivant une des méthodes décrites (dans l'espace des fréquences ou dans l'espace réel)
 - Méthode TF: basée sur les composants de fréquence spatiale fournis par la transformée de Fourier d'une image MEB
 - Méthode CG: basée sur le calcul d'une moyenne des gradients d'intensité des pixels de l'image
 - Méthode DR: basée sur l'ajustement de fonctions d'erreur aux profils des bords
- Rédaction d'un rapport d'essai dont le contenu est conforme à une liste spécifiée dans la norme

Contenu des annexes :

- *Contexte de l'évaluation de la netteté d'image*
- *Méthode de préparation d'échantillons d'essai (dépôt d'or sur carbone)*
- *Détails sur le rapport contraste sur bruit (CNR)*
- *Caractéristiques, détails et adéquation des méthodes TF, CG et DR*
- *Exemple de rapport d'essai*

Norme ISO 13067:2011 - Diffraction d'électrons rétrodiffusés - Mesurage de la taille moyenne des grains

Cette norme décrit *les méthodes permettant de mesurer la taille moyenne des grains à partir de cartographies des mesures d'orientation locale en utilisant l'analyse EBSD.*

A- Acquisition d'une cartographie EBSD

- ✓ *exigences relatives au matériel : cf. norme 24173 (2009)*
- ✓ *exigences relatives au logiciel*
- ✓ *préparation de l'échantillon : cf. Annexe B de la norme 24173 (2009)*
- ✓ *définition des axes de l'échantillon*
- ✓ *placement de l'échantillon dans le porte-objet et étalonnage*
- ✓ *choix du pas d'analyse en fonction de la taille moyenne des grains et de la résolution spatiale du système*
- ✓ *niveau de précision angulaire requis (vitesse d'acquisition, nombre de bandes de Kikuchi, paramètres de Hough)*
- ✓ *choix de la surface à cartographier, du grandissement, du nombre de grains à analyser*
- ✓ *considérations lors de l'examen des matériaux déformés plastiquement*

B- Méthode d'analyse

- ✓ *définition des joints de grains (angle de désorientation, traitement des joints spéciaux)*
- ✓ *traitement post-acquisition des données d'analyse brutes*
- ✓ *nettoyage des données d'analyse (filtre, choix de la taille des grains minimale dans le calcul de la taille de grains, grains en bord de cartographie..)*
- ✓ *effet des méthodes de nettoyage sur la mesure de la taille des grains*
- ✓ *mesure de la taille des grains à partir des diamètres (méthode détaillée en annexe A)*
- ✓ *représentation des données de mesure*

C- Incertitude de mesure de la taille moyenne des grains

- ✓ *facteurs qui contribuent à l'incertitude*

D- Contenu du compte-rendu d'analyse de la taille moyenne des grains

Norme ISO 15632:2012 - 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

OBJET DE LA NORME

- Le but de cette norme est de spécifier les exigences minimales, ainsi que la façon appropriée de contrôler les paramètres de performances d'un spectromètre à sélection d'énergie (EDS), consistant pour ses principaux éléments en un détecteur à semi-conducteur, un préamplificateur et une unité de traitement des signaux.
- Cette norme définit précisément les spécifications requises qui doivent être fournies par le constructeur, mais également d'autres spécifications complémentaires.
- Cette norme décrit les procédures de contrôle de toutes ces spécifications à effectuer afin de confirmer le fonctionnement optimal du détecteur au cours de son utilisation. Les procédures décrites dans ce document s'appliquent au spectromètre EDS équipant un microscope électronique à balayage ou une microsonde électronique de Castaing pour la pratique de la microanalyse X.

SPECIFICATIONS REQUISES

- Résolution en énergie
- Temps mort
- Rapport d'intensité Pic/Fond continu
- Dépendance du rendement de détection instrumental en fonction de l'énergie

SPECIFICATIONS COMPLEMENTAIRES CONSEILLEES

- Stabilité de l'échelle en énergie du spectre et de sa résolution en énergie
- Gestion de l'artéfact d'empilement
- Contrôle périodique de l'ensemble des performances du spectromètre. Cette procédure permet à l'opérateur de suivre la qualité des performances du détecteur EDS, de l'alerter sur le besoin d'une intervention dès que l'instrument ne répond plus aux spécifications initiales requises.

Contenu des annexes :

**Annexe A : Procédure de mesure des largeurs de raies pour la détermination de la résolution en énergie*

(Choix et préparation des échantillons, Conditions de mesure, Soustraction du fond continu, calcul de la FWHM, exemples)

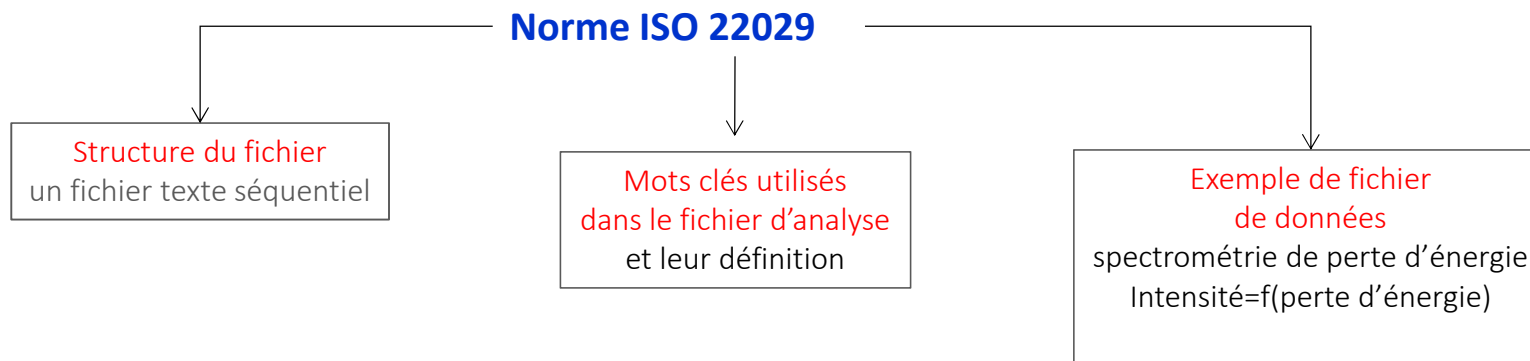
**Annexe B : Détermination du rapport d'intensité des raies L/K comme mesure représentant la dépendance énergétique du rendement de la détection instrumentale (Choix et préparation des échantillons, Conditions de mesure, Calcul du rapport d'intensité des raies L/K, Conversion du rapport d'intensité des raies L/K pour un angle d'émergence différent de 35° avec abaques fournies)*

Norme ISO 22029:2012 - Format de fichier standard EMSA/MSA pour échange de données spectrométriques

EMSA : Electron Microscopy Society of America / MSA

Intérêt : échanger des données numériques spectrales d'un système d'analyse à un autre, grâce à un format de fichier désigné comme un standard EMSA/MSA.

- fichiers de données issus de différents systèmes d'acquisition peut être importé sur différents systèmes de traitement
- test possible de différentes procédures d'analyses de logiciels libres ou commercialisés,..
- simple et facile d'utilisation
- lisible à la fois par l'utilisateur et l'ordinateur
- non limité à un type de PC, langage de programmation, ou système d'exploitation
- compatible avec ≠ programmes d'analyse et de représentation des données



Disponible sur la plupart des systèmes d'analyse X commercialisés.

Norme ISO 22309:2011 - Analyse élémentaire quantitative par spectrométrie à sélection d'énergie (EDS) des éléments ayant un numéro atomique de 11 (Na) ou plus

Cette norme s'applique « aux analyses quantitatives EDS de routine pour des titres massiques > 1%, en utilisant soit des échantillons de référence (témoins), soit des méthodes dites 'sans témoin' »

A- Préparation de l'échantillon à analyser et des témoins

- enrobage
- préparation métallographique
- nettoyage
- évacuation des charges e^- à la masse
- placement dans le porte-objet

B- Précautions préliminaires

- stabilité du faisceau et du détecteur
- calibration en énergie du détecteur
- résolution spectrale du détecteur
- efficacité de détection

C- Méthode d'analyse – conditions opératoires

- position de l'échantillon p.r. au détecteur
- faisceau d' e^- (HV, I_s)
- taux de comptage et durée de comptage
- chaîne de traitement des impulsions

D- Traitement des données

- « l'intensité relative des pics des \neq éléments ne doit pas être utilisée pour représenter les teneurs relatives des éléments »
- identification des pics caractéristiques
- estimation de l'intensité du pic
(soustraction du fond continu, déconvolution)
- calcul des k-ratios
- k-ratios corrigés des effets de matrice
- utilisation des échantillons de référence (témoins)
- analyse 'sans témoin'
- incertitudes associées aux résultats d'analyse EDS

Contenu des annexes :

- *procédure d'identification des raies caractéristiques, des pics somme et des pics d'échappement*
- *interférences de pics caractéristiques*
- *facteurs influençant l'incertitude associée aux résultats d'analyse EDS*
- *analyse des éléments plus légers que l'azote : les difficultés rencontrées*
- *exemple de données d'une étude de reproductibilité des mesures EDS intra-laboratoire et inter-laboratoires*

Norme ISO 24173:2009 - Lignes directrices pour la mesure d'orientation par diffraction d'électrons rétrodiffusés

- Cette norme fournit des recommandations sur la façon d'obtenir des mesures cristallographiques et aborde aussi la préparation des échantillons, la configuration de l'instrument et son étalonnage, puis l'acquisition des données. La norme définit, en préambule, un ensemble de termes et donne des définitions utiles ainsi que le schéma classique d'un équipement (MEB-EBSD).
- La norme pointe le fait que le signal ne provient que d'une zone très proche de la surface de l'échantillon et exige donc une préparation très soignée exempte d'artéfacts liés à la préparation. La norme donne en annexe des lignes directrices concernant la préparation.
- L'alignement de l'échantillon par rapport au faisceau et à la platine porte-échantillon est vérifié avec soin car cela intervient dans le calcul de l'orientation. Il en est de même pour les variations de la distance de travail (WD) et la taille des champs analysés car la position du PC (pattern center) affecte aussi la détermination de l'orientation. Un étalonnage sera donc requis afin de connaître la position du PC pour chaque cliché et ainsi être capable de donner l'orientation d'un cristal donné par rapport au repère échantillon. Ceci est fait à l'installation, généralement avec un échantillon connu et est ajusté par l'utilisateur.
- Afin d'obtenir suffisamment de signal, il pourra être intéressant d'utiliser une tension et un courant de faisceau assez élevés ou sur une CCD de regrouper des pixels. Pour améliorer le traitement du cliché de diffraction, une correction sera appliquée.
- L'orientation (absolue ou relative) mesurée est entachée d'une incertitude qui dépend de différents facteurs qui sont discutés brièvement ; celle-ci peut être de l'ordre de 0.5° .
- En annexe, et outre la préparation des échantillons, sont présentés les principes de l'EBSD ainsi qu'une brève introduction à la cristallographie.