
**Analyse chimique des surfaces —
Spectrométrie d'émission optique à
décharge lumineuse — Introduction à
son emploi**

*Surface chemical analysis — Glow discharge optical emission spectrometry
(GD-OES) — Introduction to use*
iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 14707:2000

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b2b873c6-0805-42f8-b1ea-c2d4d990b9f0/iso-14707-2000>



PDF — Exonération de responsabilité

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 14707:2000](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b2b873c6-0805-42f8-b1ea-c2d4d990b9f0/iso-14707-2000)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b2b873c6-0805-42f8-b1ea-c2d4d990b9f0/iso-14707-2000>

© ISO 2000

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'ISO à l'adresse ci-après ou 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

Version française parue en 2003

Imprimé en Suisse

Sommaire

	Page
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	2
5 Appareillage	2
6 Mode opératoire	5

Annexe

A Sécurité	9
A.1 Généralités	9
A.2 Utilisation d'une alimentation haute tension et mise à la terre de l'instrument	9
A.3 Utilisation des radiofréquences	9
A.4 Utilisation et stockage des bouteilles de gaz comprimé	9
A.5 Vérification de sécurité avant et en cours d'utilisation	9

iTech STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 14707:2000

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b2b873c6-0805-42f8-b1ea-c2d4d990b9f0/iso-14707-2000>

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 3.

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 de la présente Norme internationale 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.

La Norme internationale ISO 14707 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 201, *Analyse chimique des surfaces*, sous-comité SC 8, *Spectroscopie à décharge lumineuse*.

L'annexe A de la présente Norme internationale est donnée uniquement à titre d'information.

[ISO 14707:2000](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b2b873c6-0805-42f8-b1ea-c2d4d990b9f0/iso-14707-2000)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b2b873c6-0805-42f8-b1ea-c2d4d990b9f0/iso-14707-2000>

Introduction

La spectrométrie d'émission optique à décharge lumineuse (SEO-DL, appelée ici en abrégé SDL) est utilisée pour déterminer la composition élémentaire d'échantillons solides. La technique SDL peut s'utiliser soit pour une analyse en masse, soit pour un profilage d'épaisseur. Dans le cas d'une analyse en masse, les variations de la composition chimique de l'échantillon en fonction de la profondeur sont considérées comme étant négligeables. Par contre, l'objectif principal d'une analyse de profilage d'épaisseur vise généralement à obtenir des informations portant sur ces variations de composition. Les épaisseurs de couche pouvant être étudiées par le profilage en profondeur SDL vont de quelques nanomètres à cent micromètres environ.

Comme cela est le cas pour toute méthode d'analyse instrumentale, la qualité de l'analyse par SDL dépend, de façon notable, de l'optimisation et du fonctionnement corrects des instruments. Le présent document fournit des indications de bonnes pratiques à suivre pour s'assurer que les analyses effectuées par SDL sont de la meilleure qualité possible.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 14707:2000](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b2b873c6-0805-42f8-b1ea-c2d4d990b9f0/iso-14707-2000)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b2b873c6-0805-42f8-b1ea-c2d4d990b9f0/iso-14707-2000>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 14707:2000

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b2b873c6-0805-42f8-b1ea-c2d4d990b9f0/iso-14707-2000>

Analyse chimique des surfaces — Spectrométrie d'émission optique à décharge lumineuse — Introduction à son emploi

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale fournit des lignes directrices applicables à des analyses en masse ou de profilage en profondeur par spectrométrie d'émission optique à décharge lumineuse (SDL). Les indications présentées dans le présent document se limitent à l'analyse de solides rigides et ne s'appliquent pas à l'analyse de poudres, de gaz ou de solutions. Ces lignes directrices, une fois associées à des méthodes normalisées spécifiques qui seront disponibles à l'avenir, devraient permettre le réglage des instruments et le contrôle des conditions de mesure.

Différents types de sources pour émission optique par décharge lumineuse ont été mis au point; toutefois, les indications contenues dans le présent document prennent le type «lampe de Grimm» comme exemple. Ceci s'explique par le fait que le type Grimm représente une très large majorité des dispositifs d'émission optique à décharge lumineuse utilisés actuellement. Il convient de bien comprendre que les indications données dans le présent document sont également applicables à d'autres types de sources, telles que celles du type Marcus, et que le type Grimm n'est pris qu'à titre d'exemple.

2 Références normatives

Les documents normatifs suivants contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui y est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Pour les références datées, les amendements ultérieurs ou les révisions de ces publications ne s'appliquent pas. Toutefois, les parties prenantes aux accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des documents normatifs indiqués ci-après. Pour les références non datées, la dernière édition du document normatif en référence s'applique. Les membres de l'ISO et de la CEI possèdent le registre des Normes internationales en vigueur.

ISO 3497:2000, *Revêtements métalliques — Mesurage de l'épaisseur du revêtement — Méthodes par spectrométrie de rayons X*

ISO 5725-1:1994, *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure — Partie 1: Principes généraux et définitions*

ISO 5725-2:1994, *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure — Partie 2: Méthode de base pour la détermination de la répétabilité et de la reproductibilité d'une méthode de mesure normalisée*

ISO 5725-3:1994, *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure — Partie 3: Mesures intermédiaires de la fidélité d'une méthode de mesure normalisée*

ISO 5725-4:1994, *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure — Partie 4: Méthodes de base pour la détermination de la justesse d'une méthode de mesure normalisée*

ISO 6955:1982, *Méthodes d'analyse par spectroscopie — Émission de flamme, absorption atomique et fluorescence atomique — Vocabulaire*

3 Termes et définitions

Pour les besoins de la présente Norme internationale, les termes et définitions donnés dans l'ISO 3497, l'ISO 5725-1, l'ISO 5725-2, l'ISO 5725-3, l'ISO 5725-4 et l'ISO 6955 s'appliquent.

4 Principe

L'analyse par spectrométrie optique à décharge lumineuse (SDL) comporte les opérations suivantes:

- a) préparation de l'échantillon à analyser, se présentant généralement sous la forme d'une plaque plane ou d'un disque de dimensions appropriées à l'instrument ou aux exigences analytiques considérées (des échantillons ronds ou rectangulaires ayant une largeur de 10 mm à 100 mm sont acceptables);
- b) atomisation et érosion par bombardement ionique, puis excitation des éléments à analyser par des processus de transfert d'énergie se produisant dans la zone de décharge;
- c) mesure des intensités d'émission des raies spectrales des substances à analyser (pour le profilage d'épaisseur, les intensités d'émission sont enregistrées en fonction du temps);
- d) détermination des concentrations des éléments à analyser contenus dans l'échantillon par étalonnage avec des échantillons de référence de compositions connues (pour le profilage en profondeur, la profondeur érodée en fonction du temps est également déterminée par étalonnage avec des matériaux de référence de composition et de vitesse d'érosion connues).

Un schéma d'un système SDL type est présenté à la Figure 1. La technique SDL s'appuie sur l'utilisation d'un dispositif à décharge lumineuse servant de source d'émission optique. Ce dispositif à décharge lumineuse se compose d'une chambre à vide remplie d'un gaz inerte, généralement de l'argon. Le plasma lumineux, qui donne son nom à la décharge, est maintenu à l'aide d'une haute tension contrôlée de 500 V à 1 000 V appliquée entre l'anode et la cathode dans le gaz inerte. L'échantillon solide à analyser sert de cathode.

L'atomisation de l'échantillon lors de la décharge lumineuse est le résultat d'un bombardement ionique. Les ions de gaz inerte formés dans le plasma subissent une accélération due au champ électrique existant dans le plasma en direction de la surface de la cathode. Quand un ion heurte la surface, l'énergie cinétique qu'il possède peut se transmettre aux atomes de la surface et provoquer l'éjection de certains d'entre eux dans le plasma. Une fois dans le plasma, ces atomes d'échantillon éjectés peuvent subir une excitation due à des collisions non élastiques avec des électrons ou avec d'autres éléments. La majorité de ces atomes excités va alors avoir une émission optique caractéristique lors de la relaxation vers un état électronique inférieur. Cette émission optique est traduite en un signal analytique à l'aide de composants optiques et électriques appropriés. On emploie généralement un polychromateur pour pouvoir quantifier plusieurs éléments de façon simultanée. Il est possible d'avoir accès aux raies spectrales qui ne sont pas présentes dans le polychromateur en utilisant un monochromateur, si on en dispose. En pratique, il est possible de déterminer pratiquement tous les éléments du tableau périodique, métalliques, métalloïdes et non métalliques.

5 Appareillage

Au minimum, un appareil comporte les éléments suivants:

5.1 Source d'émission optique à décharge lumineuse

Un schéma d'appareil d'émission optique à décharge lumineuse de type Grimm est présenté à la Figure 2. Les fabricants d'instruments ont introduit plusieurs modifications, mais le principe de base demeure celui illustré par la Figure 2. Comme mentionné à l'Article 4, l'échantillon sert effectivement de cathode. L'anode a la forme d'un tube ayant généralement un diamètre intérieur de 2,5 mm à 8 mm. La distance entre la face avant de l'anode et la surface de la cathode est généralement comprise entre 0,1 mm et 0,3 mm. En conséquence, l'érosion est limitée à une région circulaire de la surface de l'échantillon dont le diamètre correspond à peu près au diamètre intérieur de l'anode.

Le dispositif à décharge lumineuse demande, pour fonctionner, plusieurs éléments d'équipements périphériques. Ces éléments comprennent une alimentation électrique, une ou deux pompes à vide, une source de gaz inerte, un moyen d'introduire ce gaz dans l'appareil de façon contrôlée et un manomètre. Il est parfois nécessaire d'avoir un dispositif de refroidissement, tel un bloc métallique avec une circulation de liquide de refroidissement, pour les échantillons de faible épaisseur.

Légende

- 1 Spectromètre
- 2 Chambre à vide pour spectres UV
- 3 Entrée électrique
- 4 Pré-amplificateur
- 5 Circuit de mesure des intensités lumineuses
- 6 Système de contrôle du vide
- 7 Tube photomultiplificateur
- 8 Fente de sortie
- 9 Cercle de Rowland
- 10 Système de refroidissement
- 11 Système de contrôle du gaz
- 12 Alimentation radiofréquence
- 13 Alimentation en courant continu
- 14 Circuit de contrôle
- 15 Unité informatique
- 16 Échantillon
- 17 Ordinateur personnel
- 18 Réseau de diffraction
- 19 Fente d'entrée
- 20 Lentille
- 21 Source à décharge lumineuse
- 22 Système de contrôle de la décharge lumineuse

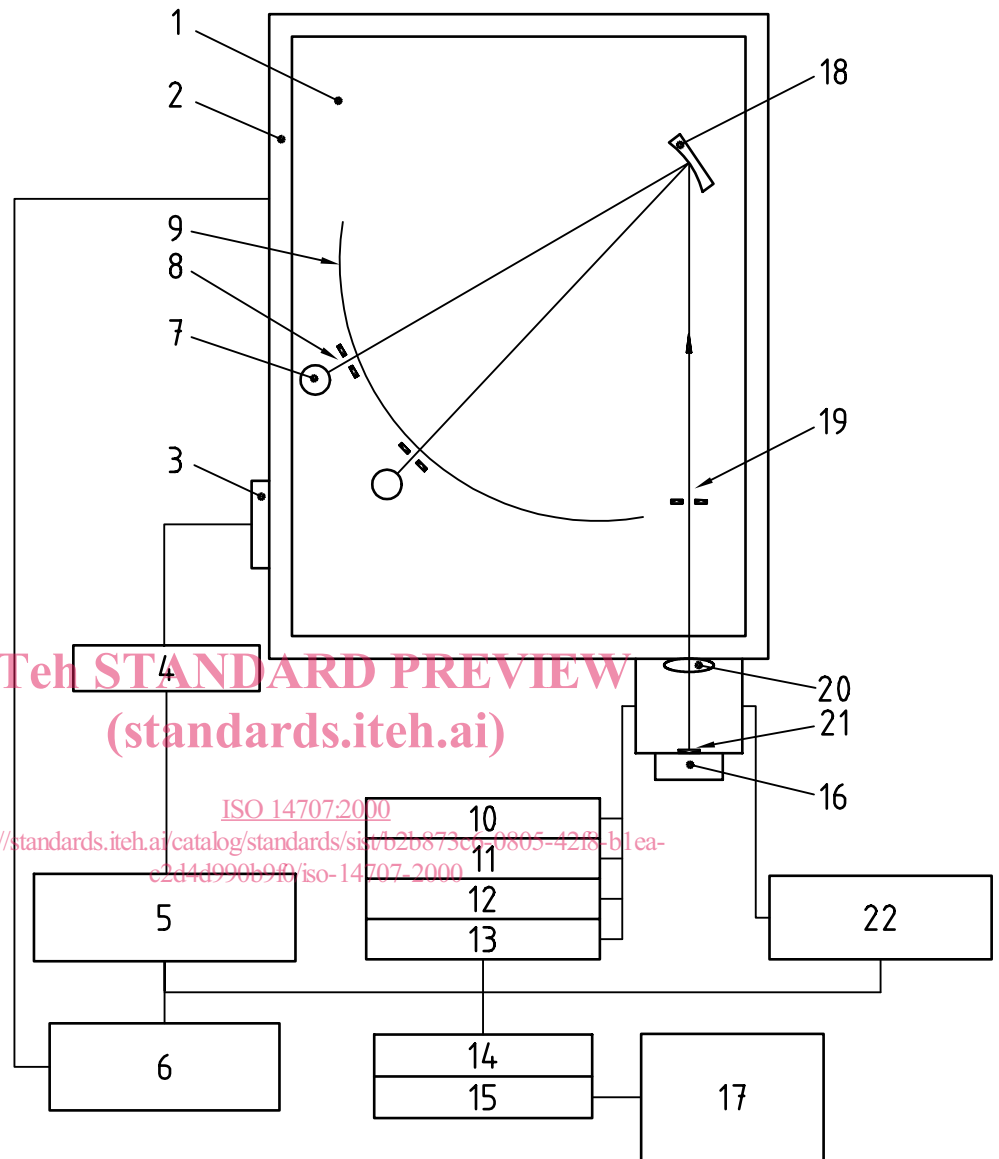


Figure 1 — Représentation schématique d'un système d'émission optique à décharge lumineuse

a) Paramètres de source

Les appareils à décharge lumineuse peuvent fonctionner soit en mode courant continu, soit en mode radiofréquence. Il a été également fait état de combinaisons de ces deux modes, telles que l'utilisation d'une tension de radiofréquence superposée à une tension de courant continu.

- 1) Pour un fonctionnement en courant continu, les paramètres électriques pertinents sont l'intensité du courant de décharge (5 mA à 200 mA) et la tension (400 V à 2 000 V). En plus des paramètres électriques, d'autres paramètres sont importants pour les caractéristiques de l'appareil. Ce sont le diamètre intérieur de l'anode (2,5 mm à 8 mm), le type de gaz et sa pureté (par exemple, argon > 99,999 %), le débit de gaz (0,2 l/min à 0,3 l/min, voir note ci-dessous) et les caractéristiques physiques du matériau de l'échantillon (rendement d'émission d'électrons secondaires et rendement d'érosion, par exemple). Les effets combinés de tous ces facteurs déterminent le caractère spectrochimique de la décharge lumineuse. Généralement, il est recommandé que le débit de gaz varie en temps réel, de façon à avoir une intensité et une tension constantes. À titre d'exemple, les conditions de fonctionnement types pour une analyse en masse d'aciers