NORME INTERNATIONALE

ISO 18116

Première édition
2005-08-15

Analyse chimique des surfaces — Lignes directrices pour la préparation et le montage des échantillons destinés à l'analyse

Surface chemical analysis — Guidelines for preparation and mounting of specimens for analysis

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 18116:2005
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9ab47f08-2678-4d3f-8cf0-ac19148c2b89/iso-18116-2005

Numéro de référence
ISO 18116:2005(F)

© ISO 2005

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 18116:2005
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9ab47f08-2678-4d3f-8cf0-ac19148c2b89/iso-18116-2005

© ISO 2005

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 du 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

Sommaire

Page

1 Domaine d'application 1
2 Références normatives 1
3 Termes et définitions 1
4 Symboles et termes abrégés 1
5 Exigences générales 1
6 Inspection visuelle de l'échantillon 2
7 Considérations sur l'échantillon 2
7.1 Historique 2
7.2 Information recherchée 2
7.3 Échantillons précédemment examinés par d'autres techniques analytiques 2
8 Sources de contamination de l'échantillon 3
8.1 Outils, gants, socles de montage, et matériaux similaires 3
8.2 Exposition à des gaz 3
8.3 Exposition au vide instrumental 3
8.4 Exposition aux électrons, aux ions, et aux rayons X 4
8.5 Contamination de la chambre d'analyse 4
9 Stockage et transfert de l'échantillon 4
9.1 Temps de stockage 4
9.2 Récipients de stockage 4
9.3 Température et humidité 5
9.4 Transfert de l'échantillon 5
10 Procédures de montage de l'échantillon 5
10.1 Procédures générales 5
10.2 Poudres et particules 6
10.3 Fils, fibres, et filaments 6
10.4 Support de montage 6
10.5 Réduction des dommages thermiques pendant l'analyse 6
11 Méthodes pour réduire la charge de l'échantillon 7
11.1 Considérations générales 7
11.2 Masque, grille, enveloppe, ou revêtement conducteurs 7
11.3 Canon de neutralisation 7
11.4 Faisceaux d'électrons et d'ions 7
12 Techniques de préparation de l'échantillon 8
12.1 Considérations générales 8
12.2 Séparation mécanique 8
12.3 Amincissement contre élimination 8
12.4 Élimination du substrat 8
12.5 Techniques de coupe 9
12.6 Croissance des surcouches 10

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 18116:2005
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9ab47d08-2678-4d3f-8cf0-ac19148c2b89/iso-18116-2005

12.7 Solvants 10
12.8 Décapage chimique 11
12.9 Pulvérisation d'ions 11
12.10 Décapage par plasma 12
12.11 Chauffage 12
12.12 Rayonnement ultraviolet 13
13 Fracture, clivage et traçage 13
13.1 Fracture 13
13.2 Clivage 14
13.3 Traçage 14
14 Techniques spéciales de manipulation 14
14.1 Pompage préalable des échantillons contenant des gaz 14
14.2 Liquides visqueux 14
14.3 Résidu dissous 14
Bibliographie 15

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 18116:2005
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9ab47f08-2678-4d3f-8cf0-ac19148c2b89/iso-18116-2005

© ISO 2005 – Tous droits réservés

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.

iTeh STANDARD PREVIEW

L'ISO 18116 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 201, *Analyse chimique des surfaces*, sous-comité SC 2, *Procédures générales*.

(standards.iteh.ai)

ISO 18116:2005
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9ab47f08-2678-4d3f-8cf0-ac19148c2b89/iso-18116-2005

© ISO 2005 – Tous droits réservés

Introduction

La présente Norme internationale doit permettre d'aider les analystes dans la manipulation, le montage et le traitement d'échantillons en vue d'une analyse chimique des surfaces. Bien que principalement élaborées pour les techniques de spectroscopie des électrons Auger (AES), spectroscopie de photoélectrons par rayons X (XPS) et spectrométrie de masse des ions secondaires (SIMS), les méthodes décrites dans la présente Norme internationale sont également applicables à beaucoup d'autres techniques analytiques sensibles aux surfaces telles que la spectrométrie de diffusion d'ions, la diffraction d'électrons de faible énergie et la spectroscopie de perte d'énergie des électrons, où la manipulation de l'échantillon peut influencer les mesures sensibles aux surfaces. AES, XPS et SIMS sont sensibles à des couches de surface qui sont typiquement de quelques nanomètres d'épaisseur. Ces couches minces peuvent être sujettes à de sévères perturbations causées par la manipulation de l'échantillon ou par les traitements de surface qui peuvent être nécessaires avant l'introduction dans la chambre d'analyse.

Une préparation correcte et un montage approprié des échantillons sont particulièrement critiques pour l'analyse chimique des surfaces. Une préparation inappropriée peut causer une altération de la composition de surface et engendrer des analyses non fiables. Les échantillons doivent être manipulés soigneusement de sorte que l'introduction de contaminants parasites soit évitée ou minimisée. Le but est de préserver l'état de la surface pendant la préparation et le montage de sorte que l'analyse demeure représentative de l'échantillon original. La présente Norme internationale décrit les méthodes que l'analyste des surfaces peut avoir besoin d'utiliser afin de minimiser les effets de la préparation de l'échantillon lorsqu'il utilise toute technique d'analyse sensible aux surfaces. La présente Norme internationale décrit également des méthodes pour mettre en place les échantillons de façon à s'assurer que l'information analytique désirée n'est pas compromise.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 18116:2005
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9ab47f08-2678-4d3f-8cf0-ac19148c2b89/iso-18116-2005

© ISO 2005 – Tous droits réservés

Analyse chimique des surfaces — Lignes directrices pour la préparation et le montage des échantillons destinés à l'analyse

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale donne des indications sur les méthodes de montage et de traitement de surface pour un échantillon destiné à subir une analyse chimique des surfaces. Elle est destinée à l'analyste comme aide permettant de comprendre les conditions de manipulation spécialisées de l'échantillon nécessaires pour des analyses par des techniques telles que la spectroscopie des électrons Auger, la spectroscopie de masse des ions secondaires, et la spectroscopie de photoélectrons par rayons X.

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 18115, *Analyse chimique des surfaces — Vocabulaire*

3 Termes et définitions

ISO 18116:2005
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9ab47f08-2678-4d3f-8cf0-ac19148c2b89/iso-18116-2005

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'ISO 18115 s'appliquent.

4 Symboles et termes abrégés

AES Spectroscopie des électrons Auger

SIMS Spectrométrie de masse des ions secondaires

XPS Spectroscopie de photoélectrons par rayons X

5 Exigences générales

Les informations générales sur la manipulation des échantillons sont disponibles dans deux livres [1], [2]. Le degré de propreté exigé par les techniques analytiques sensibles aux surfaces est beaucoup plus élevé que pour beaucoup d'autres formes d'analyse. Les échantillons et les socles de montage ne doivent jamais être en contact avec la main nue. La manipulation de la surface à analyser doit être éliminée ou être minimisée autant que possible. Les empreintes digitales contiennent des espèces mobiles qui peuvent contaminer la surface étudiée. Les crèmes pour les mains, les sécrétions de la peau et d'autres matières cutanées ne sont pas appropriées pour le vide poussé.

Bien que les méthodes de manipulation pour AES, XPS, et SIMS soient fondamentalement semblables, il existe quelques différences. En général, la préparation des échantillons pour AES et SIMS nécessite plus d'attention en raison de problèmes potentiels d'endommagement par le faisceau d'ions ou d'électrons ou de charge, ou les deux. La présente Norme internationale note lorsque la préparation de l'échantillon est sensiblement différente entre les trois techniques.

© ISO 2005 – Tous droits réservés

6 Inspection visuelle de l'échantillon

Il est recommandé de procéder à une inspection visuelle de l'échantillon, si possible à l'aide d'un microscope optique. Au minimum, il convient de vérifier les résidus, les particules, les empreintes digitales, les adhésifs, les contaminants ou autres corps étrangers. Enregistrer les observations dans un cahier de laboratoire.

Les caractéristiques de l'échantillon qui sont apparentes visuellement lorsque l'échantillon est à l'extérieur du système de vide peuvent ne plus être observables après que l'échantillon est placé à l'intérieur de l'instrument d'analyse des surfaces (par exemple en utilisant toute méthode disponible d'imagerie ou à travers les fenêtres d'observation). Il peut alors être nécessaire de marquer physiquement l'échantillon à l'extérieur de la zone à analyser (par exemple par traçage ou à l'aide d'un marqueur à encre permanente) de sorte que la localisation de l'analyse puisse être retrouvée une fois que l'échantillon est à l'intérieur du système de vide. S'assurer que la méthode de marquage de l'échantillon n'affecte pas les mesures ultérieures. Le traçage sur un matériau fragile peut laisser des détritus indésirables sur l'échantillon qui peuvent être déposés dans l'instrument ou qui peuvent affecter l'analyse. Les marqueurs à encre permanente peuvent contaminer les régions voisines par transport de produits organiques volatils ou par diffusion en surface de résidus de solvants.

Des changements qui peuvent se produire pendant l'analyse peuvent influencer l'interprétation des données. Après l'analyse, un examen visuel de l'échantillon est recommandé pour rechercher les effets possibles de la pulvérisation par un faisceau d'ions, du bombardement par un faisceau d'électrons, de l'irradiation par les rayons X, ou de l'exposition au vide instrumental.

7 Considérations sur l'échantillon

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

7.1 Historique

L'historique d'un échantillon peut affecter la manipulation de la surface avant l'analyse des surfaces. Par exemple, un échantillon qui a été exposé à un environnement contaminant peut devenir moins réactif, et la nécessité du point de vue analytique, d'un soin exceptionnel est alors réduite. Dans de tels cas toutefois, un soin supplémentaire peut être requis pour satisfaire aux normes de santé et de sécurité. Une attention particulière doit être prise avec les échantillons contenant des toxines potentielles.

ISO 18116:2005
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9ab47f08-2678-4d31-8cf0-ac19148c2b80/iso-18116-2005

Si un échantillon est connu comme étant contaminé, un nettoyage préalable peut être requis pour exposer la surface étudiée et réduire le risque de contamination du système de vide. Dans de tels cas, il convient de nettoyer l'échantillon avec un solvant de pureté appropriée qui n'est pas supposé affecter le matériau de l'échantillon.

NOTE Même les solvants de pureté élevée peuvent laisser des résidus sur une surface. Plus de détails sur le nettoyage avec des solvants sont donnés en 12.7. Dans certains cas, la contamination peut être intéressante, par exemple lorsqu'un agent relâchant du silicone influence l'adhésion. Dans de tels cas, il est recommandé de ne pas tenter de nettoyage préalable.

7.2 Information recherchée

L'information recherchée peut influencer la préparation d'un échantillon. Si l'information recherchée vient de la surface extérieure d'un échantillon, un plus grand soin et davantage de précautions dans la préparation de l'échantillon doivent être pris que si l'information recherchée est située au dessous d'une surcouche destinée à être pulvérisée dans la chambre d'analyse. Il peut également être possible d'exposer la région de l'échantillon étudiée par fracture in situ, clivage, ou par d'autres moyens.

7.3 Échantillons précédemment examinés par d'autres techniques analytiques

Il est préférable que les mesures d'analyse chimique des surfaces soient faites avant que l'échantillon soit analysé par d'autres techniques parce que de tels échantillons peuvent être endommagés ou être exposés à une contamination de surface. Par exemple, des échantillons isolants analysés par microscopie électronique peuvent avoir été recouverts pour réduire l'effet de charge. En outre, l'exposition de l'échantillon à un faisceau d'électrons (par exemple dans un microscope électronique à balayage) peut induire des dommages ou causer

© ISO 2005 – Tous droits réservés

l'adsorption en surface d'espèces provenant du vide résiduel. De tels revêtements ou modifications rendent l'échantillon peu convenable pour une analyse chimique ultérieure des surfaces. S'il n'est pas possible de réaliser l'analyse chimique des surfaces dans un premier temps, il convient d'effectuer une telle analyse sur un échantillon ou une zone de l'échantillon différente, mais nominalement identique.

8 Sources de contamination de l'échantillon

8.1 Outils, gants, socles de montage, et matériaux similaires

Les échantillons destinés à une analyse chimique des surfaces doivent être préparés et montés avec des outils propres pour s'assurer que la surface n'est pas altérée avant l'analyse et que les meilleures conditions de vide sont maintenues dans la chambre d'analyse. Les outils utilisés pour manipuler les échantillons doivent être constitués de matériaux qui ne migrent pas vers l'échantillon (par exemple des outils en nickel contaminent le silicium). Il est recommandé de nettoyer les outils dans des solvants de pureté élevée et de les sécher avant l'utilisation. Il convient d'utiliser des outils non magnétiques si l'échantillon est sensible aux champs magnétiques. Les outils ne doivent pas inutilement toucher la surface de l'échantillon à analyser.

Des gants et des matériaux d'essuyage sont parfois utilisés pour manipuler les échantillons; il est alors probable que leur utilisation puisse engendrer une contamination de la surface de l'échantillon. Il est recommandé de prendre soin d'éviter une contamination par le talc, les composés de silicone, et autres matériaux qui sont souvent trouvés sur les gants. Les gants «sans poudre» n'ont pas de talc et peuvent être mieux appropriés pour manipuler les échantillons. Un contact inutile de l'échantillon avec un gant ou d'autres outils doit être évité.

iTeh STANDARD PREVIEW

Les socles de montage de l'échantillon et les autres matériaux utilisés pour maintenir les échantillons doivent être nettoyés régulièrement si une quelconque contamination croisée des échantillons est possible. Il convient d'éviter d'utiliser des rubans contenant des silicones et d'autres espèces mobiles.

(standards.iteh.ai)
ISO 18116:2005
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9ab47f08-2678-4d3f-8cf0-ac19148c2b89/iso-18116-2005

8.2 Exposition à des gaz

Le fait de respirer au-dessus de l'échantillon est susceptible de causer une contamination. Les gaz comprimés issus des bombes aérosols ou des conduites d'air sont souvent utilisés pour essayer de souffler des particules de la surface d'un échantillon ou pour tenter de nettoyer un échantillon. Ils doivent aussi être considérés comme source de contamination possible. Bien que les particules soient éliminées des échantillons par ces méthodes, la prudence est de mise et il est recommandé d'éviter ces méthodes dans les cas critiques. En particulier, l'huile est souvent un contaminant dans les conduites d'air comprimé. Des filtres à particules montés en ligne peuvent réduire la présence d'huile et de particules dans ces sources. Un courant de gaz peut également produire une charge statique sur de nombreux échantillons, et ceci peut causer l'attraction d'encore plus de débris particulaires. L'utilisation d'une buse ionisante sur le courant de gaz peut éliminer ce problème.

8.3 Exposition au vide instrumental

Les échantillons qui étaient en équilibre avec l'environnement ambiant avant l'insertion dans la chambre à vide de l'instrument d'analyse des surfaces peuvent désorber des espèces de surface telles que la vapeur d'eau, des plastifiants, ou d'autres composants volatils. La désorption de telles espèces peut causer une contamination croisée des échantillons adjacents et peut faire augmenter la pression de la chambre à vide. La désorption en surface peut également causer des changements de la chimie de surface de l'échantillon étudié. Les gaz résiduels dans la chambre peuvent s'adsorber sur la surface de l'échantillon et réagir avec l'échantillon.

Les effets indésirables peuvent être testés en contrôlant les signaux de l'échantillon en fonction du temps, par exemple en mettant en place le système pour un profil en profondeur par pulvérisation mais ensuite en ne mettant pas en marche le canon à ions. Si des changements des signaux analytiques sont observés, alors l'interprétation des résultats doit tenir compte de l'observation d'une surface altérée (par exemple due à la désorption d'espèces de surface). Il convient de prendre soin de tenir compte de toutes fluctuations ou dérives de l'intensité du faisceau incident.

© ISO 2005 – Tous droits réservés

8.4 Exposition aux électrons, aux ions, et aux rayons X

Le flux d'électrons incidents en AES [3], [4], le flux d'ions en SIMS [5] et, dans une moindre mesure, le flux de rayons X en XPS [6] peuvent induire des changements au niveau de l'échantillon analysé, par exemple en engendrant des réactions amplifiées entre la surface d'un échantillon et les gaz résiduels dans la chambre d'analyse. Le flux incident peut également localement chauffer ou dégrader l'échantillon, ou les deux, résultant en un changement de la chimie de surface et éventuellement en une élévation de la pression de la chambre ou une contamination de la chambre. Les effets non désirés peuvent être testés en mettant en place le système pour un profil en profondeur par pulvérisation mais en ne mettant pas en marche le canon à ions comme décrit en 8.3.

Les faisceaux d'ions incidents utilisés pendant les profils en profondeur en AES, SIMS et XPS non seulement érodent la surface étudiée mais peuvent également affecter les surfaces voisines. Ces effets peuvent être provoqués par une mauvaise focalisation du faisceau d'ions primaires et par l'impact de neutres issus du faisceau d'ions primaires. Les zones adjacentes à une région bombardée par des ions peuvent ne pas convenir à une analyse ultérieure par des méthodes d'analyse des surfaces. Dans certains cas, le matériau pulvérisé peut être déposé sur des régions voisines de l'échantillon ou sur d'autres échantillons qui peuvent être entreposés dans la chambre d'analyse.

8.5 Contamination de la chambre d'analyse

Il convient que l'analyste soit averti des matériaux pouvant mener à une contamination des autres échantillons ou de la chambre d'analyse. Il est recommandé d'analyser avec prudence les éléments à forte pression de vapeur tels que le mercure, le tellurium, le césium, le potassium, le sodium, l'arsenic, l'iode, le zinc, le sélénium, le phosphore, et le soufre. De nombreux autres matériaux peuvent également montrer des pressions de vapeur élevées (par exemple des polymères, des mousses et d'autres matériaux poreux, des graisses et des huiles, et des liquides). Même si un échantillon non perturbé vérifie les conditions de vide de la chambre d'analyse, le faisceau incident requis pour l'analyse peut dégrader l'échantillon et résulter en une contamination sérieuse de la chambre, comme décrit en 8.4.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 18116:2005
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9ab47f08-2678-4d3f-8cf0-ac19148c2b89/iso-18116-2005

La contamination de l'échantillon par diffusion de surface peut être un problème, particulièrement avec les composés de silicone [7] et les hydrocarbures. Il est possible d'avoir d'excellentes conditions de vide dans la chambre d'analyse et de toujours rencontrer une contamination par diffusion de surface.

En SIMS, des atomes pulvérisés déposés sur la lentille d'extraction des ions secondaires ou d'autres surfaces voisines peuvent être pulvérisés à nouveau et redéposés sur la surface de l'échantillon. Cet effet peut être réduit si la lentille d'extraction des ions secondaires ou d'autres surfaces ne sont pas proches de l'échantillon. L'utilisation de lentilles d'immersion multiples ou le nettoyage de la lentille peut aider à réduire cet effet.

L'ordre d'utilisation des faisceaux incidents peut être important, particulièrement lorsque des matériaux organiques ou d'autres matériaux fragiles sont mis en jeu (comme ceux mentionnés en 14.1).

9 Stockage et transfert de l'échantillon

9.1 Temps de stockage

Si un échantillon est stocké avant analyse, il convient de prendre soin de s'assurer que la surface à analyser n'a pas été contaminée pendant le stockage. Même dans des environnements de laboratoire propres, les surfaces peuvent rapidement devenir contaminées à la profondeur analysée en AES, XPS, SIMS, et d'autres techniques analytiques sensibles aux surfaces.

9.2 Récipients de stockage

Les récipients choisis pour le stockage de l'échantillon ne doivent pas transférer de contaminants à l'échantillon par l'intermédiaire de particules, de liquides, de gaz, ou par diffusion de surface. Les récipients qui contiennent des espèces volatiles telles que des plastifiants (qui peuvent être émis et ensuite contaminer la surface) ne conviennent pas. Il est préférable que la surface de l'échantillon à analyser ne soit pas en contact avec le

 © ISO 2005 – Tous droits réservés

récipient ou aucun autre objet. Les fioles en verre avec un diamètre intérieur légèrement plus grand que la largeur d'un échantillon peuvent tenir un échantillon sans contact avec la surface. Lorsque le contact avec la surface est inévitable, un emballage dans du papier d'aluminium propre et analysé au préalable peut être satisfaisant.

Les récipients tels que les boîtes à gants, les chambres à vide et les dessiccateurs peuvent être d'excellents choix pour le stockage des échantillons. Un dessiccateur sous vide peut souvent être préférable à un dessiccateur normal, et doit être maintenu exempt de graisse et d'huile de pompe à palette.

NOTE Une contamination croisée entre les échantillons peut se produire si plusieurs échantillons sont stockés dans le même récipient.

9.3 Température et humidité

Il convient de considérer des effets possibles de la température et de l'humidité lors du stockage ou du transfert des échantillons. La plupart des effets néfastes résultent de températures élevées. De plus, des températures basses de l'échantillon et un taux d'humidité élevé à modéré peuvent conduire à une condensation d'humidité sur la surface.

9.4 Transfert de l'échantillon

Des chambres spécialement conçues qui permettent le transfert des échantillons d'un environnement contrôlé dans une chambre d'analyse des surfaces ont été décrites [8], [9]. L'environnement contrôlé peut être une autre chambre à vide, une boîte à gants (boîte sèche), un sac à gants, une chambre de réaction, ou une chambre de déposition. Cet environnement contrôlé peut être relié directement à la chambre d'analyse, le transfert étant fait par l'intermédiaire d'une valve permanente. Les sacs à gants peuvent être temporairement reliés à une chambre d'analyse, l'échantillon étant transféré par enlèvement et ensuite replacement d'une bride sur la chambre d'analyse.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 18116:2005
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9ab47f08-2678-4d3f-8cf0-ac19148c2b89/iso-18116-2005

Des revêtements peuvent parfois être appliqués sur les échantillons, permettant de ce fait le transfert sous l'atmosphère. Le revêtement est ensuite éliminé par chauffage ou par pompage sous vide dans la chambre d'analyse ou bien dans sa chambre d'introduction. Ce concept a été appliqué avec succès au transfert de GaAs [10]. Les surfaces à analyser par AES et SIMS peuvent être recouvertes d'une couche uniforme, telle que du polysilicium dans le cas de la technologie à base de silicium [11]. Dans ce cas, le revêtement est éliminé par pulvérisation pendant l'analyse; cependant, l'influence du mixage d'atomes sur les résultats analytiques doit être considérée.

10 Procédures de montage de l'échantillon

10.1 Procédures générales

L'échantillon est souvent analysé tel quel. La contamination de surface ou les adsorbants atmosphériques ne sont habituellement pas éliminés en raison de l'importance d'analyser une surface d'échantillon non altérée. Dans de tels cas, monter l'échantillon directement sur le support d'échantillon avec un clip ou une vis. Ce procédé est particulièrement important en AES si la charge de l'échantillon est un souci; le clip peut aider à fournir un chemin de mise à la terre. Il convient de s'assurer que le clip ou la vis ne sont pas en contact avec la zone étudiée et qu'ils n'interfèrent pas avec le faisceau incident ou les particules à détecter pendant l'analyse.

Pour certains échantillons, il est plus facile de monter l'échantillon en le pressant dans une feuille de métal mou (indium par exemple) ou en le plaçant sur la surface collante d'une bande adhésive. La feuille ou la bande sont ensuite fixées au socle de montage de l'échantillon. Une bande double face présente l'avantage de ne pas nécessiter de clip ou de vis pour la maintenir sur le socle de montage. Il convient de prendre soin de s'assurer que la surface à analyser n'entre pas en contact avec la feuille ou la bande. Il est recommandé de tester au préalable la compatibilité au vide et la contamination potentielle de toute la bande. Ces méthodes sont souvent satisfaisantes pour l'XPS et dans certaines études en AES et en SIMS statique, mais elles ne sont pas souvent utilisées en SIMS dynamique là où les flux de particules sont plus importants.

© ISO 2005 – Tous droits réservés