NORME INTERNATIONALE

ISO 16243

Première édition
2011-12-01

Analyse chimique des surfaces — Enregistrement et notification des données en spectroscopie de photoélectrons par rayons X (XPS)

Surface chemical analysis — Recording and reporting data in X-ray photoelectron spectroscopy (XPS)

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 16243:2011
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b11c5e1f-9498-4014-b9f8-c1ba9b98f867/iso-16243-2011

Numéro de référence
ISO 16243:2011(F)

© ISO 2011

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 16243:2011
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b11c5e1f-9498-4014-b9f8-c1ba9b98f867/iso-16243-2011

DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2011

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

Version française parue en 2012

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos iv

Introduction v

1 Domaine d'application 1

2 Références normatives 1

3 Termes et définitions 1

4 Niveaux d'enregistrement et de notification 1
4.1 Généralités 1
4.2 Rapport de l'analyste 2
4.3 Spectres 3
4.4 Informations quantitatives 3
4.5 Profils de composition en profondeur 4
4.6 Cartographies et balayages en ligne (profils en ligne) 4
4.7 Données relatives à l'état chimique 5

5 Délivrance des données au client 5

Annexe A (informative) **Exemples de spectres** 6

Bibliographie 10

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 16243:2011
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b11c5e1f-9498-4014-b9f8-c1ba9b98f867/iso-16243-2011

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

L'ISO 16243 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 201, *Analyse chimique des surfaces*, sous-comité SC 2, *Procédures générales*.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 16243:2011
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b11c5e1f-9498-4014-b9f8-c1ba9b98f867/iso-16243-2011

 © ISO 2011 – Tous droits réservés

Introduction

La spectroscopie de photoélectrons par rayons X (XPS) est utilisée intensivement pour l'analyse de surface des matériaux. Des éléments de l'échantillon (à l'exception de l'hydrogène et de l'hélium) sont identifiés à partir de la mesure des énergies de liaison du niveau de cœur dans les spectres de photoélectrons, en les comparant par rapport à la mise en ordre élémentaire de ces énergies. Une information sur l'état chimique de tels éléments peut être obtenue à partir des déplacements chimiques et/ou de la forme des pics des photoélectrons mesurés par rapport aux états de référence.

La présente Norme internationale définit le niveau d'information sur l'échantillon et les paramètres expérimentaux qu'il convient d'inclure dans le rapport analytique. Il est recommandé d'enregistrer les résultats de l'analyse dans un format normalisé incluant suffisamment de détails pour permettre de répéter l'expérience. Il convient que ces informations soient disponibles pour la rédaction d'un rapport, selon ce qui est exigé.

Il convient d'inclure les conditions expérimentales et les paramètres d'acquisition des données de sorte que la qualité des données puisse être évaluée.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 16243:2011
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b11c5e1f-9498-4014-b9f8-c1ba9b98f867/iso-16243-2011

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 16243:2011
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b11c5e1f-9498-4014-b9f8-c1ba9b98f867/iso-16243-2011

Analyse chimique des surfaces — Enregistrement et notification des données en spectroscopie de photoélectrons par rayons X (XPS)

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie le niveau minimal d'informations que l'analyste doit communiquer à la suite de l'analyse d'un échantillon par spectroscopie de photoélectrons par rayons X (XPS). Elle comprend les informations qui doivent être communiquées sur ou dans le rapport d'analyse.

2 Références normatives

Le document de référence suivant est indispensable 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).

ISO 18115-1, *Analyse chimique des surfaces — Vocabulaire — Partie 1: Termes généraux et termes utilisés en spectroscopie*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'ISO 18115-1 ainsi que les suivants s'appliquent.

ISO 16243:2011
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b11c5e1f-9498-4014-b9f8-c1ba9b98f867/iso-16243-2011

3.1
ex situ
en dehors du système analytique

3.2
in situ
à l'intérieur du système analytique

4 Niveaux d'enregistrement et de notification

4.1 Généralités

La présente Norme internationale définit le niveau minimal d'informations qu'un analyste doit enregistrer et communiquer à la suite de l'analyse d'un échantillon par spectroscopie de photoélectrons par rayons X. Les niveaux d'enregistrement et de notification sont répartis en six domaines principaux:

a) registre d'enregistrement ou journal électronique de l'analyste (par exemple système informatique de stockage des données);

b) spectres;

c) analyse quantitative de l'échantillon;

d) profils de composition en profondeur;

e) cartographies;

f) données relatives au déplacement chimique.

© ISO 2011 – Tous droits réservés

4.2 Rapport de l'analyste

4.2.1 Identification et préparation de l'échantillon

Pour chaque échantillon individuel, le registre d'enregistrement ou le journal électronique doit contenir les informations suivantes (des informations suffisantes doivent être enregistrées pour permettre de répéter les mesures à une date ultérieure):

a) nom du laboratoire d'origine et de la personne qui a fourni l'échantillon;

b) numéro d'échantillon unique;

c) description de l'échantillon avant et après l'analyse (y compris les détails relatifs à son aspect physique, sa rugosité, sa couleur et toute autre caractéristique de différenciation);

d) date de la ou des mesure(s);

e) nom de l'analyste, département et affiliation de l'analyste;

f) tous les détails concernant la préparation ex situ de l'échantillon avant l'analyse (y compris la méthode de montage, l'orientation sur le porte-échantillon par rapport à une quelconque caractéristique spécifique de surface, si l'échantillon a été coupé, et si c'est le cas, comment, s'il a été nettoyé avec un solvant, etc.) (voir Note 1);

g) tous les détails concernant la préparation in situ de l'échantillon avant l'analyse (y compris nettoyage par pulvérisation d'ions argon, chauffage de l'échantillon, fracture, etc.) (voir Note 2).

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

NOTE 1 Des lignes directrices relatives à la préparation et au montage des échantillons sont données dans l'ISO 18116.

NOTE 2 La manipulation des échantillons avant l'analyse est décrite dans l'ISO 18117.

ISO 16243:2011
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b11c5e1f-9498-4014-b9f8-c1ba9b98f867/iso-16243-2011

4.2.2 Conditions analytiques

Une liste détaillée des conditions analytiques doit être enregistrée dans le registre d'enregistrement et/ou le journal électronique (des informations suffisantes doivent être enregistrées pour permettre de répéter les mesures à une date ultérieure). Les informations suivantes doivent y figurer:

a) nom ou identification de l'appareil utilisé;

b) source de rayons X utilisée et polarisation du faisceau, le cas échéant (Al Kα, Mg Kα, Al Kα monochromatisés, synchrotron, etc.);

c) puissance des rayons X (enregistrer au minimum deux des trois paramètres suivants: puissance, tension de l'anode, courant d'émission);

d) largeur de la fente (entrée et sortie de l'analyseur), si ajustable, et détails relatifs à tout autre réglage de la résolution;

e) énergie de passage de l'analyseur (en eV) ou facteur de retard;

f) géométrie de l'irradiation (direction du faisceau de rayons X par rapport à la direction des photoélectrons détectés), important pour une analyse quantitative; distance échantillon-anode dans le cas d'une excitation de rayons X non monochromatisés, si cette distance est connue;

g) angle d'émergence utilisé pour la mesure;

h) pression de la chambre d'analyse avant et pendant l'analyse;

i) aire d'analyse (telle que définie par les réglages d'ouverture et le grandissement de la lentille ou par le diamètre du faisceau dans les systèmes où l'aire d'analyse est déterminée par le diamètre du spot des rayons X);

j) énergie de départ (de préférence énergie de liaison ou énergie cinétique);

© ISO 2011 – Tous droits réservés

k) énergie finale ou largeur de balayage;

l) nombre de points expérimentaux, exprimé sous la forme d'un nombre entier ou en volts/pas, et largeur du canal énergétique;

m) durée d'acquisition, exprimée en temps/pas ou sous la forme d'une durée totale indiquant la durée de la mesure et la durée d'exposition aux rayons X;

n) conditions de compensation de charge (si utilisée);

o) valeur de l'angle de collection des photoélectrons, si cette variable est instrumentale;

p) lorsqu'un instrument peut fonctionner avec différents modes de lentille, le mode utilisé.

Toutes les informations ci-dessus doivent être ensuite transmises au client à sa demande, ainsi que l'analyse des données XPS par l'opérateur de l'instrument. Le client et l'analyste définissent le format utilisé pour transférer ces informations. Par exemple, les informations expérimentales peuvent être contenues dans l'annexe ou la section expérimentale d'un rapport.

L'échelle d'énergie de liaison du spectromètre de photoélectrons par rayons X doit être étalonnée soit conformément à l'ISO 15472, soit conformément au mode opératoire d'étalonnage écrit du fabricant.

4.3 Spectres

Tous les spectres XPS fournis à un client doivent comporter les informations minimales suivantes:

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 16243:2011
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b11c5e1f-9498-4014-b9f8-
-bb1c0e9f8e7b/iso-16243-2011

a) annotations du pic ou de la région (par exemple C 1s, Cu 2p3/2);

b) titre de l'axe des abscisses, par exemple énergie de liaison, E_B, ou énergie cinétique, E;

c) graduation de l'axe des abscisses montrant l'énergie en largeur de balayage, par exemple 0 eV à 1 200 eV, ou en énergie/division;

d) titre de l'axe des ordonnées c'est-à-dire nombre de coups, nombre de coups/s ou une simple échelle en unités arbitraires;

e) graduation de l'axe des ordonnées, montrant l'intensité en nombre de coups/s par division ou en nombre de coups par division (coups par canal ou coups/s par canal);

f) durée d'acquisition totale dans la région affichée;

g) toute référence de l'énergie utilisée, telle que C 1s (C-H) (= 285 eV) et si l'échelle d'énergie a été corrigée par rapport à cette référence;

h) détails de toutes les fonctions de traitement des données appliquées au spectre brut, par exemple lissage, correction de la fonction de transmission, élimination des artefacts.

Des informations supplémentaires peuvent être incluses à la discrétion de l'analyste ou à la demande du client. Des exemples de spectres XPS sont donnés dans l'Annexe A (voir Figures A.1 et A.2).

4.4 Informations quantitatives

Lorsque les données XPS sont traitées et fournies à un client sous forme de données quantitatives, les informations suivantes relatives à la méthode de quantification doivent également être accessibles au client, si nécessaire:

a) modèle de quantification, par exemple solide homogène, solide homogène sous une couche de contamination, solide en couche;

b) nom et version du logiciel de traitement des données employé;

c) type de fond continu ajusté aux courbes avec les points limites de départ et finaux, le cas échéant;

© ISO 2011 – Tous droits réservés