
**Analyse chimique des surfaces —
Spectromètres d'électrons Auger
à résolution moyenne —
Étalonnage des échelles d'énergie
pour l'analyse élémentaire**

*Surface chemical analysis — Medium-resolution Auger electron
spectrometers — Calibration of energy scales for elemental analysis*
(standards.iteh.ai)

[ISO 17973:2002](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e1464af9-bc00-4199-90bb-bcd2ecb49147/iso-17973-2002)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e1464af9-bc00-4199-90bb-bcd2ecb49147/iso-17973-2002>



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 17973:2002](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e1464af9-bc00-4199-90bb-bcd2ecb49147/iso-17973-2002)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e1464af9-bc00-4199-90bb-bcd2ecb49147/iso-17973-2002>

© ISO 2002

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 2004

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 Symboles et termes abrégés	1
5 Aperçu de la méthode	2
6 Procédures d'étalonnage de l'échelle d'énergie	3
6.1 Obtention des échantillons de référence	3
6.2 Montage des échantillons	3
6.3 Nettoyage des échantillons	3
6.4 Choix des réglages du spectromètre pour l'étalonnage de l'énergie	5
6.5 Fonctionnement de l'instrument	5
6.6 Mesurage des pics de référence	6
6.7 Détermination des énergies cinétiques mesurées des pics de référence	8
6.8 Détermination de la correction de l'échelle d'énergie cinétique de l'instrument	8
6.9 Étalonnage suivant	9
Bibliographie	11

[ISO 17973:2002](https://standards.itech.ai/catalog/standards/sist/e1464af9-bc00-4199-90bb-bcd2ecb49147/iso-17973-2002)

<https://standards.itech.ai/catalog/standards/sist/e1464af9-bc00-4199-90bb-bcd2ecb49147/iso-17973-2002>

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) et la CEI (Commission électrotechnique internationale) forment le système spécialisé de la normalisation mondiale. Les organismes nationaux membres de l'ISO ou de la CEI participent au développement de Normes internationales par l'intermédiaire des comités techniques créés par l'organisation concernée afin de s'occuper des domaines particuliers de l'activité technique. Les comités techniques de l'ISO et de la CEI collaborent dans des domaines d'intérêt commun. D'autres organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO et la CEI participent également aux travaux. Dans le domaine des technologies de l'information, l'ISO et la CEI ont créé un comité technique mixte, l'ISO/CEI JTC 1.

Les Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 3.

La tâche principale du comité technique mixte est d'élaborer les Normes internationales. Les projets de Normes internationales adoptés par le comité technique mixte sont soumis aux organismes nationaux pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des organismes nationaux 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 et la CEI ne sauraient être tenues pour responsables de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

L'ISO 17973 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 201, *Analyse chimique des surfaces*, sous-comité SC 7, *Spectroscopie de photo-électrons*.

[ISO 17973:2002](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e1464af9-bc00-4199-90bb-bcd2ecb49147/iso-17973-2002)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e1464af9-bc00-4199-90bb-bcd2ecb49147/iso-17973-2002>

Introduction

La spectroscopie d'électrons Auger (AES) est largement utilisée pour l'analyse des surfaces de matériaux. Les éléments composant l'échantillon (à l'exception de l'hydrogène et de l'hélium) sont identifiés à partir des comparaisons des énergies des pics et des formes de pics, avec des énergies de pic et des données répertoriées pour les différents éléments dans des manuels de spectres de référence. Pour identifier les pics, un étalonnage de l'échelle d'énergie avec une incertitude de 3 eV est généralement adapté; la présente Norme internationale n'est prévue que pour un travail à ce niveau de précision (pour une précision plus importante, voir l'ISO 17974 ^[1]).

La méthode d'étalonnage des échelles d'énergie cinétique spécifiée dans la présente Norme internationale utilise des échantillons métalliques de cuivre pur (Cu) et d'aluminium (Al) ou bien d'or (Au). Elle n'inclut pas d'essais pour rechercher des défauts de l'instrument, dans la mesure où peu de défauts sont importants au niveau de précision concerné.

En règle générale, les énergies cinétiques des électrons Auger ont été référencées par rapport au niveau du vide, et cette référence est encore utilisée par de nombreux analystes. Toutefois, le niveau du vide est mal défini et peut varier, d'un instrument à l'autre, sur une gamme de 0,5 eV. Bien que l'utilisation de la procédure de référence du niveau du vide n'entraîne généralement pas d'ambiguïté pour l'identification des éléments, elle peut provoquer une incertitude des mesurages à haute résolution liés aux états chimiques. Pour cette raison, des instruments conçus à la fois pour la spectroscopie d'électrons Auger et la spectroscopie de photoélectrons X référencent les énergies cinétiques par rapport au niveau de Fermi, donnant des valeurs généralement supérieures de 4,5 eV à celles référencées par rapport au niveau du vide. Pour les besoins de la présente Norme internationale, l'utilisateur est libre de choisir la référence appropriée à son travail.

[ISO 17973:2002](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e1464af9-bc00-4199-90bb-bcd2ecb49147/iso-17973-2002)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e1464af9-bc00-4199-90bb-bcd2ecb49147/iso-17973-2002>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 17973:2002

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e1464af9-bc00-4199-90bb-bcd2ecb49147/iso-17973-2002>

Analyse chimique des surfaces — Spectromètres d'électrons Auger à résolution moyenne — Étalonnage des échelles d'énergie pour l'analyse élémentaire

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale précise une méthode d'étalonnage des échelles d'énergie cinétique des spectromètres d'électrons Auger avec une incertitude de 3 eV, pour une utilisation analytique générale relative à l'identification des éléments au niveau des surfaces. En outre, elle spécifie une méthode permettant d'établir un calendrier d'étalonnage. Elle s'applique à des instruments utilisés en mode direct ou dérivé, pour lesquels la résolution est inférieure ou égale à 0,5 % et l'amplitude de modulation en mode dérivé, s'il est utilisé, est de 2 eV de pic à pic. Elle s'applique aux spectromètres équipés d'un canon à ions à gaz inerte ou d'une autre méthode de nettoyage des échantillons et d'un canon à électrons pouvant fonctionner à une énergie de faisceau de 4 keV ou plus.

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).

ISO 18115, *Analyse chimique des surfaces — Vocabulaire*
<https://www.iso.org/standard/1464a9-bc00-4199-90bb-bcd2ecb49147/iso-17973-2002>

3 Termes et définitions

Pour les besoins de la présente Norme internationale, les termes et définitions donnés dans l'ISO 18115 s'appliquent.

4 Symboles et termes abrégés

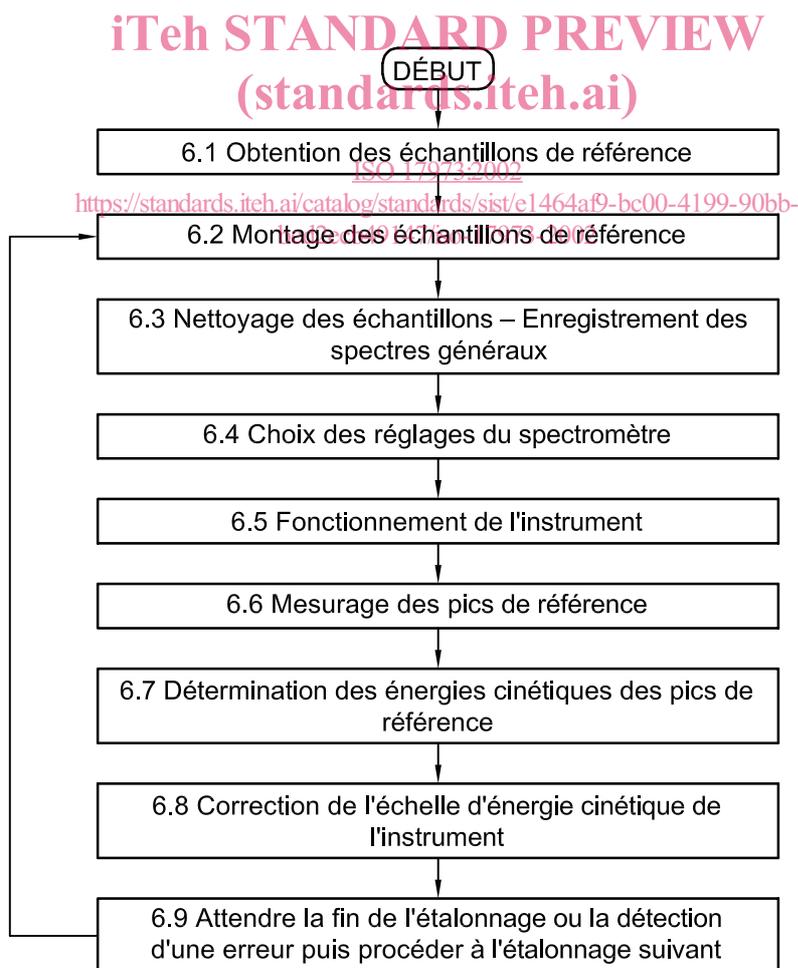
AES	spectroscopie d'électrons Auger
a	erreur mesurée de l'échelle de l'énergie
b	erreur mesurée du décalage d'origine, exprimée en électronvolts
E_{corr}	résultat corrigé de l'énergie cinétique correspondant à une E_{meas} donnée, exprimée en électronvolts
E_{meas}	énergie cinétique mesurée, exprimée en électronvolts
$E_{\text{meas},n}$	énergie cinétique mesurée pour le pic n (voir le Tableau 1), exprimée en électronvolts
$E_{\text{ref},n}$	valeurs de référence de la position de l'énergie cinétique du pic n (voir le Tableau 1), exprimées en électronvolts
FWHM	largeur à mi-hauteur de l'intensité maximum du pic au-dessus du fond, exprimée en électronvolts
W	FWHM du pic

- A_n décalage en énergie, donnée par l'énergie cinétique moyenne mesurée pour l'étalonnage du pic moins l'énergie cinétique de référence, exprimé en électronvolts, pour $n = 1, 2, 3, 4$ (voir le Tableau 1)
- ΔE_{corr} correction ajoutée à E_{meas} après l'étalonnage pour fournir un résultat corrigé de l'énergie cinétique
- β vitesse de balayage de l'échelle d'énergie pour des systèmes analogiques, exprimée en électronvolts par seconde
- τ constante de temps pour électronique à détecteur analogique, exprimée en secondes

5 Aperçu de la méthode

L'étalonnage d'un spectromètre d'électrons Auger au moyen de la présente Norme internationale s'effectue en obtenant et en préparant des feuilles de référence de cuivre et d'or ou d'aluminium afin de mesurer les énergies cinétiques des pics d'électrons Auger choisis. Ces matériaux de référence sont choisis parce qu'ils fournissent un pic d'électrons Auger dans la gamme de haute énergie, un pic dans la gamme de moyenne énergie et un pic à des énergies faibles. Les échantillons sont nettoyés et les spectres sont enregistrés en mode direct, si cela est possible, ou sinon en mode dérivé. Les énergies des pics sont comparées aux valeurs de référence pour permettre une correction de l'échelle d'énergie. La façon dont cette correction est mise en œuvre dépend des possibilités du spectromètre. Étant donné que cet étalonnage peut s'altérer avec le temps, une procédure permettant de rétablir l'étalonnage à des intervalles réguliers est définie.

Voir la Figure 1 qui illustre un diagramme présentant la structure générale du travail et la séquence des procédures.



NOTE Les numéros se rapportent aux paragraphes correspondants de la présente Norme internationale.

Figure 1 — Diagramme de la méthode — Séquences des procédures

6 Procédures d'étalonnage de l'échelle d'énergie

6.1 Obtention des échantillons de référence

Pour l'étalonnage de spectromètres d'électrons Auger fournissant un rapport signal-bruit élevé, comme défini ci-dessous et pouvant balayer une gamme d'énergie cinétique allant jusqu'à 2 100 eV, utiliser des échantillons de Cu et d'Al. Pour des spectromètres ayant un rapport signal-bruit plus faible ou ceux ne pouvant balayer que jusqu'à 2 000 eV, utiliser des échantillons de Cu et d'Al.

Si, pour le spectromètre utilisé, les comptages sur le pic Cu L₃VV en mode direct sont inférieurs à 400 000 coûts par seconde, ou si le bruit moyen dans le spectre dérivé est supérieur à 0,3 % du signal Cu L₃VV pic à pic, ou si l'énergie maximale de faisceaux d'électrons est inférieure à 5 keV, il est admis d'utiliser du Cu et de l'Al en lieu et place de Cu et Au, puisque l'enregistrement de données appropriées sur l'Al peut prendre du temps.

Pour des instruments ayant des intensités de signal plus élevées et pour des spectromètres pouvant balayer jusqu'à 2 100 eV, l'utilisation d'Al pourrait s'avérer plus pratique et fournir un étalonnage sur une gamme d'énergie plus large. L'exigence de 400 000 coûts par seconde pour le pic Cu L₃VV peut être assouplie à 100 000 coûts par seconde si un lissage de Savitzky-Golay est possible à neuf points ou plus dans le lissage^[2].

Tous les échantillons doivent être polycristallins et d'une pureté d'au moins 99,8 % en métaux qui, pour des raisons pratiques, se présentent généralement sous forme de feuilles d'une surface de 10 mm sur 10 mm, et d'une épaisseur de 0,1 mm à 0,2 mm.

Si les échantillons semblent avoir besoin d'un nettoyage, il est admis de procéder pour le Cu à une courte immersion dans de l'acide nitrique à 1 %, suivie d'un rinçage dans de l'eau distillée. Si l'échantillon de Cu a été stocké à l'air pendant plusieurs jours, l'immersion dans l'acide nitrique facilitera grandement le nettoyage de l'échantillon (voir 6.3).

ISO 17973:2002

NOTE De meilleurs rapports signal-bruit sont souvent obtenus pour des énergies de faisceaux de 10 keV à 20 keV plutôt que pour des énergies de faisceaux plus faibles.

6.2 Montage des échantillons

Monter les échantillons de Cu et d'Al ou d'Al sur le porte-échantillons ou sur des porte-échantillons séparés, selon le cas, à l'aide de vis de fixation ou d'autres moyens métalliques, pour assurer le contact électrique. Du ruban adhésif double face ne doit pas être utilisé.

6.3 Nettoyage des échantillons

Réaliser un ultravide et nettoyer les échantillons par pulvérisation d'ions pour réduire la contamination, jusqu'à ce que les hauteurs des pics d'électrons Auger d'oxygène et de carbone soient chacune inférieure à 2 % de la hauteur du pic métallique le plus intense dans chaque spectre général. Enregistrer un spectre général (balayage large) pour chacun des échantillons pour garantir que les seuls pics significatifs sont ceux des éléments purs requis. La qualité du vide nécessaire ici est telle que les hauteurs de pics d'oxygène et de carbone ne doivent pas dépasser 3 % des hauteurs des pics métalliques les plus intenses à l'issue de la procédure conformément à 6.6 ou à la fin de la journée de travail, selon l'événement qui se produit en premier.

Il convient d'effectuer toutes les procédures appropriées de la présente Norme internationale en une journée de travail. Si plusieurs jours sont nécessaires, la propreté des échantillons doit être confirmée au début du travail de chaque journée.

NOTE Les conditions de pulvérisation d'ions de gaz inerte qui s'avèrent appropriées pour le nettoyage sont de 1 min pour un faisceau d'ions d'argon de 30 µA de 5 keV couvrant 1 cm² de l'échantillon.

Pour des exemples de spectres direct et dérivé, voir la Figure 2.