

---

---

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

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

ISO 17974:2002

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d87d8fde-7ec1-46c2-bd17-a20bc19fc981/iso-17974-2002>



**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 17974:2002](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d87d8fde-7ec1-46c2-bd17-a20bc19fc981/iso-17974-2002)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d87d8fde-7ec1-46c2-bd17-a20bc19fc981/iso-17974-2002>



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© 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](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Version française parue en 2008

Publié en Suisse

## Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
Introduction.....	v
<b>1</b> <b>Domaine d'application.....</b>	<b>1</b>
<b>2</b> <b>Références normatives.....</b>	<b>1</b>
<b>3</b> <b>Termes et définitions.....</b>	<b>1</b>
<b>4</b> <b>Symboles et termes abrégés.....</b>	<b>1</b>
<b>5</b> <b>Aperçu de la méthode.....</b>	<b>3</b>
<b>6</b> <b>Méthode d'étalonnage de l'échelle d'énergie.....</b>	<b>6</b>
6.1    Obtention des échantillons de référence.....	6
6.2    Montage des échantillons.....	6
6.3    Nettoyage des échantillons.....	6
6.4    Choix des réglages du spectromètre pour l'étalonnage d'énergie.....	7
6.5    Fonctionnement de l'instrument.....	8
6.6    Options pour des mesures d'étalonnage initiales ou ultérieures.....	8
6.7    Mesures de l'écart-type de répétabilité de l'énergie cinétique du pic et de la linéarité de l'échelle.....	8
6.8    Calcul de l'écart-type de répétabilité de l'énergie cinétique de pic.....	10
6.9    Détermination des énergies cinétiques de référence appropriées.....	13
6.10   Vérification de la linéarité de l'échelle d'énergie cinétique.....	14
6.11   Méthode de détermination de l'erreur d'étalonnage courant.....	15
6.12   Modes opératoires pour la correction de l'échelle d'énergie cinétique de l'instrument.....	16
6.13   Étalonnage suivant.....	18
6.14   Détermination de l'intervalle d'étalonnage.....	19
<b>Annexe A (normative) Nombre maximal de points pour une application unique de lissage des pics de Savitzky et Golay à des intervalles d'énergie de 0,1 eV.....</b>	<b>20</b>
<b>Annexe B (normative) Détermination de l'énergie cinétique de pic par la méthode des moindres carrés, par une méthode de calcul simple.....</b>	<b>21</b>
<b>Annexe C (informative) Dérivation des incertitudes.....</b>	<b>24</b>
<b>Annexe D (informative) Indication des incertitudes d'étalonnage des énergies cinétiques mesurées.....</b>	<b>26</b>
<b>Bibliographie.....</b>	<b>28</b>

## 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.

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 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.

L'ISO 17974 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 201, *Analyse chimique des surfaces*, sous-comité SC 7, *Spectroscopie de photo-électrons*. (standards.iteh.ai)

ISO 17974:2002  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d87d8fde-7ec1-46c2-bd17-a20bc19fc981/iso-17974-2002>

## Introduction

La spectroscopie des électrons Auger (AES) est largement utilisée pour l'analyse des surfaces des matériaux. Les éléments de l'échantillon (excepté l'hydrogène et l'hélium) sont identifiés à partir de comparaisons des énergies cinétiques de leurs pics Auger (déterminées à partir des spectres mesurés) avec des tables de ces énergies pour les différents éléments ou avec des livres de spectres de référence. Des informations sur l'état chimique de tels éléments peuvent être obtenues à partir des déplacements chimiques des caractéristiques mesurées des électrons Auger par rapport à ceux des états de référence. L'identification des états chimiques repose sur les mesures des déplacements chimiques avec des exactitudes pouvant atteindre jusqu'à 0,1 eV, ce qui rend nécessaires des mesures individuelles ayant les exactitudes appropriées, et des sources de référence disponibles avec les exactitudes appropriées. Des étalonnages des échelles d'énergie cinétique des instruments AES sont par conséquent requis, souvent avec une incertitude  $\leq 0,3$  eV.

Le procédé d'étalonnage des échelles d'énergie cinétique indiquée dans la présente Norme internationale utilise des échantillons métalliques de cuivre pur (Cu), et soit d'aluminium (Al) soit d'or (Au), et est applicable aux spectromètres d'électrons Auger qui mesurent des spectres directs avec une résolution relative de 0,2 % ou meilleure. Ce procédé est valable pour une gamme d'énergie cinétique allant de 0 eV à 2 250 eV si on utilise l'or, et de 0 eV à 1 550 eV si on utilise l'aluminium.

Traditionnellement, les énergies cinétiques des électrons Auger étaient référencées par rapport au niveau de vide, et cette référence est encore utilisée par beaucoup d'analystes. Cependant, le niveau de vide est mal défini et peut varier de 0,5 eV d'un instrument à l'autre. Bien que l'utilisation de la méthode de référence du niveau de vide n'entraîne généralement pas d'ambiguïté pour l'identification des éléments, elle peut engendrer une incertitude des mesures à haute résolution associée aux états chimiques. Pour cette raison, les instruments conçus à la fois pour la spectroscopie des électrons Auger et pour la spectroscopie de photo-électrons référencent les énergies cinétiques par rapport au niveau de Fermi, ce qui donne des valeurs qui sont en général supérieures de 4,5 eV à celles qui sont obtenues par rapport au niveau de vide. Pour les besoins de la présente Norme internationale, les énergies cinétiques sont référencées par rapport au niveau de Fermi.

Les instruments AES étalonnés pour fournir des analyses relevant du domaine de l'ISO 17025 [1] ainsi qu'à d'autres fins peuvent nécessiter une indication de l'incertitude estimée de l'étalonnage. Ces instruments sont étalonnés pour des mesures d'énergie cinétique dans certaines limites de tolérance définies  $\pm \delta$ . La valeur de  $\delta$  n'est pas définie dans la présente Norme internationale dans la mesure où elle dépend de l'application et de la conception de l'instrument AES. La valeur de  $\delta$  est choisie par l'utilisateur, sur la base de son expérience de l'utilisation de la présente Norme internationale, de la stabilité de l'étalonnage de l'instrument, de l'incertitude requise pour les mesures d'énergie cinétique dans les applications envisagées de l'instrument et de l'effort déployé pour réaliser l'étalonnage. La présente Norme internationale fournit les informations permettant de choisir une valeur appropriée de  $\delta$ . Généralement,  $\delta$  est  $\geq 0,2$  eV et supérieur d'environ quatre fois l'écart-type de répétabilité,  $\sigma_R$ .

Pour qu'un instrument soit étalonné, la variation par rapport aux valeurs de référence de l'énergie cinétique à laquelle s'ajoute l'incertitude globale d'étalonnage pour un degré de confiance de 95 %, plus la dérive de l'instrument avec le temps, ne doivent pas dépasser les limites de tolérance choisies. Avant que l'instrument devienne susceptible de ne plus être étalonné, il doit être étalonné de nouveau: une mesure d'étalonnage doit être réalisée et une intervention doit être effectuée pour réduire la différence entre les valeurs mesurées et les valeurs de référence. Il n'est pas nécessaire de réduire cette différence à zéro, mais elle doit généralement être réduite à une faible fraction des limites de tolérance requises pour le travail analytique.

La présente Norme internationale n'aborde pas les éventuels défauts des instruments, dans la mesure où les essais requis prendraient beaucoup de temps et nécessiteraient à la fois les connaissances d'un spécialiste et un équipement particulier. Cependant, elle aborde les problèmes essentiels et courants rencontrés lors de l'étalonnage des échelles d'énergie cinétique des instruments AES.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 17974:2002

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d87d8fde-7ec1-46c2-bd17-a20bc19fc981/iso-17974-2002>

# Analyse chimique des surfaces — Spectromètres d'électrons Auger à haute résolution — Étalonnage des échelles d'énergie pour l'analyse élémentaire et de l'état chimique

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie un procédé d'étalonnage de l'échelle d'énergie cinétique des spectromètres d'électrons Auger, utilisé pour l'analyse élémentaire et de l'état chimique des surfaces. Elle spécifie également un programme d'étalonnage permettant de tester la linéarité de l'échelle d'énergie cinétique à une énergie intermédiaire, pour confirmer l'incertitude de l'étalonnage de cette échelle à une valeur faible et à une valeur élevée d'énergie cinétique, pour corriger les petites dérives de cette échelle et pour définir l'incertitude globale de l'étalonnage de l'échelle d'énergie cinétique avec un degré de confiance de 95 % (cette incertitude inclut les contributions des comportements observés dans les études inter-laboratoires mais ne couvre pas tous les défauts possibles).

Elle n'est applicable qu'aux instruments comportant un canon à ions pour le nettoyage par pulvérisation. Elle n'est pas applicable aux instruments ayant des erreurs d'échelle d'énergie cinétique qui sont particulièrement non linéaires en fonction de l'énergie. Elle n'est pas non plus applicable aux instruments fonctionnant à des résolutions relatives inférieures à 0,2 % en mode  $\Delta E/E$  constant, ou à 1,5 eV en mode  $\Delta E$  constant, aux instruments nécessitant des limites de tolérance inférieures ou égales à  $\pm 0,05$  eV, ou aux instruments dont le canon à électrons ne peut pas fonctionner dans la gamme d'énergie allant de 5 keV à 10 keV. Elle ne permet pas une vérification totale de l'étalonnage pour confirmer l'énergie mesurée à chaque point accessible sur l'échelle d'énergie, cet aspect étant effectué conformément aux recommandations du fabricant.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d87d8fde-7ec1-46c2-bd17-a20bc19fc981/iso-17974-2002>

## 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 18115, *Analyse chimique des surfaces — Vocabulaire*

## 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

Les symboles et termes abrégés suivants sont utilisés tout au long de la présente Norme internationale (voir également l'Annexe B).

AES	Spectroscopie des électrons Auger
<i>A</i>	Potentiel retard de l'analyseur
<i>a</i>	Erreur mesurée de mise à l'échelle de l'énergie

$b$	Erreur mesurée du décalage par rapport à zéro, en électrons volts
$c$	Coefficient de $R$
$d$	Coefficient de $R^2$
$E_{\text{corr}}$	Résultat corrigé pour l'énergie cinétique correspondant à une valeur $E_{\text{meas}}$ donnée, en électrons volts
$E_{\text{elem}}$	Énergie cinétique d'un élément fréquemment mesuré pour lequel l'échelle d'énergie cinétique indiquée est fixée, après étalonnage, afin de permettre une lecture correcte, en électrons volts
$E_{\text{meas}}$	Énergie cinétique mesurée, en électrons volts
$E_{\text{meas},n}$	Énergie cinétique moyenne mesurée pour le pic $n$ , en électrons volts
$E_{\text{meas},ni}$	Une mesure d'un ensemble de mesures d'énergie cinétique pour le pic $n$ , en électrons volts
$E_{\text{ref},n}$	Valeurs de référence pour la position du pic $n$ sur l'échelle d'énergie cinétique, en électrons volts
$E_{\text{ref},n}^0$	Énergie cinétique de référence du pic $n$
FWHM	Intensité du pic à la largeur à mi-hauteur au-dessus du bruit de fond, en électrons volts
$i$	Indice du spectre pour les sept mesures répétées d'un pic
$j$	Nombre de mesures répétées pour un nouveau pic
$k$	Nombre de mesures répétées pour les pics de Cu $M_{2,3}VV$ , Cu $L_3VV$ et Au $M_5M_{6,7}N_{6,7}$ ou Al $KL_{2,3}L_{2,3}$ dans les déterminations de la répétabilité et de la linéarité
$m$	Nombre de mesures répétées pour les pics de Cu $M_{2,3}VV$ et Au $M_5N_{6,7}N_{6,7}$ ou Al $KL_{2,3}L_{2,3}$ dans les étalonnages courants
$n$	Désignation de l'identificateur d'un pic
$R$	Résolution relative d'un spectromètre, exprimée en pourcentage
$t_x$	Valeurs du coefficient $t$ de Student pour $x$ degrés de liberté d'une loi binomiale pour un degré de confiance de 95 %
$U_{95}$	Incertitude totale de l'échelle d'énergie étalonnée à un degré de confiance de 95 %, en électrons volts
$U_{95}^C(E)$	Incertitude à un degré de confiance de 95 % résultant de l'étalonnage en utilisant les pics de Cu $M_{2,3}VV$ et Au $M_5N_{6,7}N_{6,7}$ ou Al $KL_{2,3}L_{2,3}$ à une énergie cinétique, $E$ , en supposant une linéarité parfaite de l'échelle, en électrons volts
$U_{95}^l$	Incertitude de $\varepsilon_2$ à un degré de confiance de 95 %, en électrons volts
$U_{95}^{cl}$	Incertitude de l'étalonnage à un degré de confiance de 95 %, en l'absence d'erreur de linéarité
$\Delta_n$	Décalage en énergie, donnée par soustraction de l'énergie cinétique de référence à l'énergie cinétique moyenne mesurée pour le pic d'étalonnage, en électrons volts, pour $n = 1, 2, 3, 4$
$\Delta E_{\text{corr}}$	Correction ajoutée à $E_{\text{meas}}$ après l'étalonnage pour fournir un résultat corrigé de l'énergie cinétique
$\Delta\phi$	Moyenne de $\Delta_1$ et $\Delta_4$
$\delta$	Valeur de la limite de tolérance de l'étalonnage d'énergie à un degré de confiance de 95 % (fixé par l'analyste), en électrons volts
$\varepsilon_2$	Erreur mesurée de la linéarité de l'échelle au pic de Cu $L_3VV$ , en électrons volts
$\sigma_R$	Maximum de $\sigma_{R1}$ , $\sigma_{R2}$ , et $\sigma_{R3}$ ou $\sigma_{R4}$
$\sigma_{Rn}$	Écart-type de répétabilité pour le $n^{\text{ième}}$ pic
$\sigma_{R\text{new}}$	Écart-type de répétabilité pour un nouveau pic, en électrons volts

Voir l'Annexe B pour une liste des symboles utilisés uniquement dans cette annexe.



## 5 Aperçu de la méthode

L'étalonnage d'un spectromètre Auger au moyen de la présente Norme internationale est effectué sur des feuilles de cuivre et d'or ou d'aluminium de référence, préparées de manière à mesurer les énergies cinétiques de pics Auger choisis. Ces matériaux de référence sont choisis car ils fournissent des pics Auger proches des limites supérieure et inférieure d'énergie cinétique utilisées dans l'analyse pratique. Pour les essais de linéarité de l'échelle d'énergie cinétique, un pic d'énergie intermédiaire est utilisé. Ces pics sont bien adaptés à cette fin et il existe des données de référence appropriées.

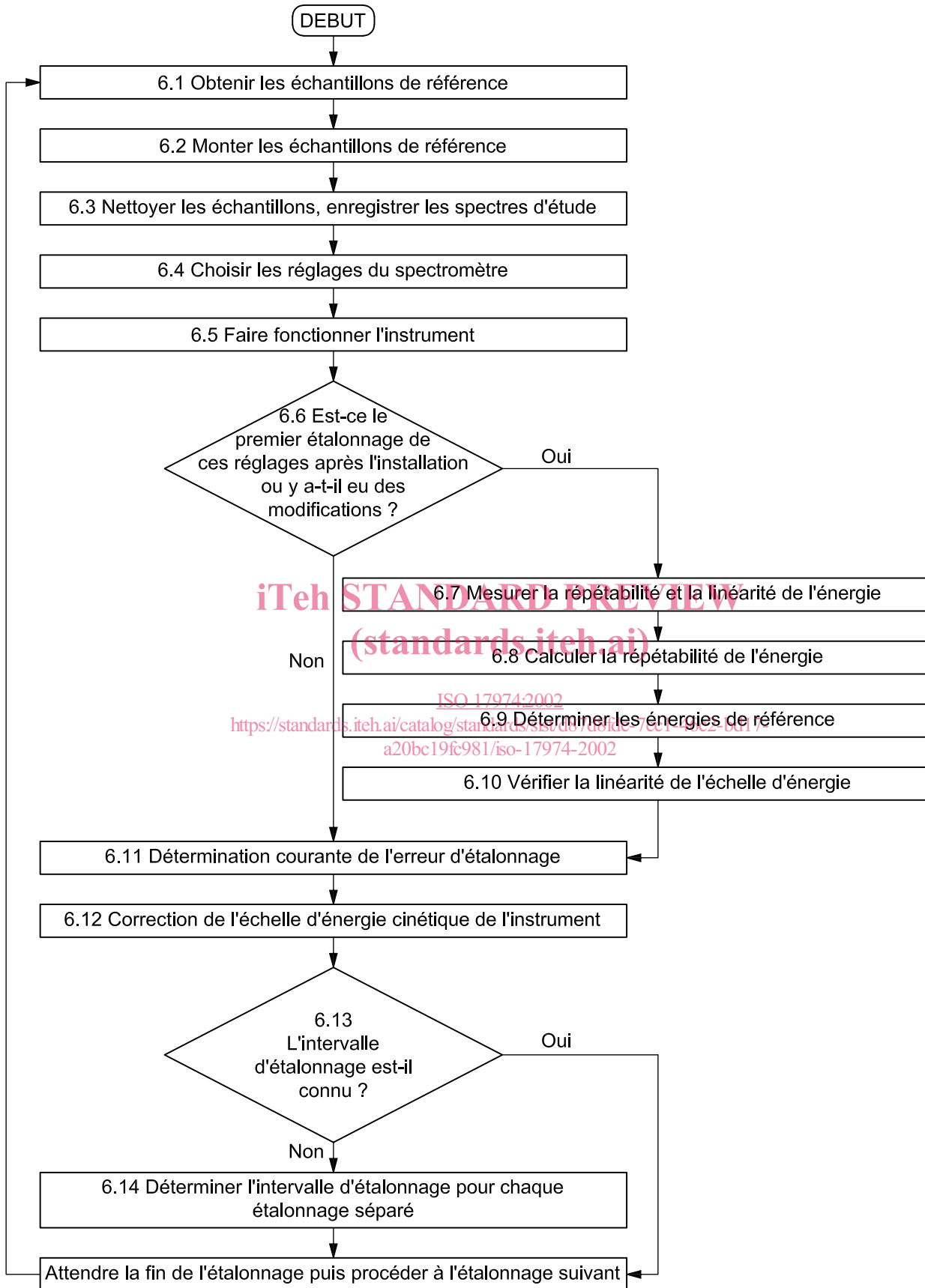
Voir la Figure 1 relative à un organigramme représentant la structure générale du travail et la séquence des méthodes.

Les étapes initiales sont données en 6.1 à 6.5. Pour le premier étalonnage, on suppose qu'aucune caractérisation du comportement du spectromètre n'a été effectuée pour les réglages de l'instrument choisis. Ainsi, conformément à 6.7, des mesures des énergies cinétiques des pics de Cu  $M_{2,3}VV$  et Cu  $L_3VV$ , et soit Au  $M_{5,6,7}N_{6,7}$  soit Al  $KL_{2,3}L_{2,3}$ , sont effectuées en une séquence répétée sept fois. Ces données fournissent l'écart-type de répétabilité,  $\sigma_R$ , de l'énergie cinétique d'un pic. Cette répétabilité tient compte de la stabilité de l'alimentation électronique du spectromètre, de la sensibilité du pic mesuré à la position de l'échantillon et du bruit statistique au niveau du pic. Dans cette méthode, les conditions sont définies pour garantir que le bruit statistique est relativement faible. Les deux autres contributions peuvent varier selon l'énergie cinétique mesurée, et  $\sigma_R$  est ainsi défini par la plus élevée des valeurs obtenues pour les trois pics utilisés. La valeur de  $\sigma_R$  peut dépendre de la méthode de positionnement de l'échantillon. En 6.7.1, l'utilisation d'une méthode acceptable de positionnement de l'échantillon est requise et l'étalonnage final est valable uniquement pour des échantillons positionnés en utilisant cette méthode de positionnement.

Le pic de Au  $M_{5,6,7}N_{6,7}$  est faible, en particulier à une énergie de faisceau de 5 keV, et les valeurs de référence de l'énergie de pic sont disponibles uniquement pour des énergies de faisceau incident de 5 keV et de 10 keV. Ainsi, pour des instruments dont le rapport signal/bruit est faible, ou qui ne peuvent pas balayer au-dessus d'une énergie cinétique de 2 000 eV ou qui ne fonctionnent pas à des énergies de faisceau de 5 keV ou de 10 keV, le pic de Al  $KL_{2,3}L_{2,3}$  constitue une autre alternative. L'utilisation du pic de Au  $M_{5,6,7}N_{6,7}$  permet que l'étalonnage couvre une gamme d'échelle d'énergie cinétique allant de 0 eV à 2 250 eV, tandis qu'avec Al  $KL_{2,3}L_{2,3}$  la limite supérieure est de 1 550 eV.

Les études des spectromètres démontrent qu'en général, une quelconque erreur mesurée des énergies de pic varie de manière quasi linéaire avec l'énergie cinétique du pic. Les équations données dans la présente Norme internationale sont valables uniquement pour cette situation la plus courante et reposent sur le principe selon lequel la différence entre les énergies cinétiques mesurées et les énergies cinétiques de référence est faible et dépend de manière linéaire ou quasi linéaire de l'énergie cinétique. Cette linéarité peut être absente si l'instrument est défectueux; ainsi un essai est indiqué en 6.7 et 6.10 pour confirmer cette quasi linéarité à une énergie intermédiaire. Pour des raisons pratiques, cet essai implique le pic de Cu  $L_3VV$ .

Si l'essai de linéarité est adéquat, une correction de l'échelle d'énergie peut être déduite en utilisant la méthode d'étalonnage simple courante donnée en 6.11. La manière dont est corrigée exactement l'échelle d'énergie cinétique dépend des détails pratiques de l'instrument en cours d'étalonnage et plusieurs stratégies sont donc indiquées en 6.12. L'analyste doit également tenir compte de l'incertitude avec laquelle les énergies cinétiques de pic doivent être mesurées. Le Tableau 1 présente les valeurs de certains des paramètres typiques, définis dans la présente Norme internationale, qui conduisent à des limites de tolérance illustratives de  $\pm 0,2$  eV et  $\pm 0,3$  eV à un degré de confiance de 95 %. Noter dans le Tableau 1 l'importance de la dérive permise entre les étalonnages. Ainsi, comme le montre la Figure 1, l'intervalle d'étalonnage est déterminé à partir des mesures de la dérive de l'instrument comme indiqué en 6.14. L'étalonnage courant est alors effectué à l'intervalle d'étalonnage approprié pour maintenir l'échelle d'énergie cinétique de l'instrument dans les limites de tolérance requises.



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

Figure 1 — Organigramme de la séquence des opérations du procédé

**Tableau 1 — Contributions illustratives à l'appréciation de l'erreur pour l'étalonnage de l'échelle d'énergie cinétique**

Paramètre	Symbole	Origine du calcul	Exemples				Commentaire
			Si une exactitude élevée est requise		Si une exactitude moins élevée est requise		
Limites de tolérance, eV	$\pm \delta$	Choix de l'utilisateur	$\pm 0,2$		$\pm 0,3$		Le choix de l'utilisateur est dicté par la précision requise et le nombre de spectres qu'il est possible d'acquérir en un temps raisonnable pour des étalonnages courants.
Écart-type de répétabilité, eV	$\sigma_R$	Équation (1)	0,050		0,050		Caractéristique du spectromètre mesurée au premier étalonnage (voir 6.7)
Nombre de fois que chaque paire de spectres est acquise	$m$	Choix de l'utilisateur $m = 1$ ou $2$	$m = 1$	$m = 2$	$m = 1$	$m = 2$	
Incertitude des mesures d'étalonnage, eV	$U_{95}^{cl}$	Équation (12) ou (13)	0,185	0,130	0,185	0,130	
Mesure de la non-linéarité de l'échelle, eV	$\varepsilon_2$	Équation (5) ou (6)	0,050	0,050	0,050	0,050	Caractéristique du spectromètre mesurée au premier étalonnage (voir 6.7)
Incertitude de l'échelle d'énergie après étalonnage, eV	$U_{95}$	Équation (11)	0,192	0,139	0,192	0,139	
Dérive maximale permise entre les étalonnages, eV	$\pm (\delta - U_{95})$	$\delta$ et $U_{95}$	$\pm 0,008$	$\pm 0,061$	$\pm 0,108$	$\pm 0,161$	Définir la dérive permise avant de risquer de dépasser les limites choisies $\pm \delta$ eV
Intervalle d'étalonnage maximal (pour un instrument illustratif qui présente une vitesse de dérive stable de 0,025 eV par mois), mois	—	Voir 6.14	0,3	2,4	4,3	6,4	Choisir un intervalle adéquat inférieur à ce maximum et de moins de quatre mois, avec une marge de sécurité pour un quelconque comportement aberrant
Choix de l'intervalle d'étalonnage, mois	—	Choix de l'utilisateur, reposant sur le comportement de dérive observé	Option inapplicable	1	3	4	

NOTE Les incertitudes correspondent à un degré de confiance de 95 %. Les exemples illustrent l'effet des choix de l'utilisateur sur l'incertitude de l'étalonnage et l'intervalle requis entre les nouveaux étalonnages.

Dans la présente Norme internationale, les mesures sont données pour établir l'incertitude de l'étalonnage à un degré de confiance de 95 %, directement après l'étalonnage. L'erreur de l'échelle d'énergie cinétique augmente généralement avec le temps et, dans l'intervalle qui sépare deux étalonnages, elle ne doit pas dépasser les limites de tolérance de  $\pm \delta$  choisies par l'analyste afin de définir la qualité de ses mesures. Le fait de compléter un tableau tel que le Tableau 1 aide l'utilisateur à définir une valeur appropriée de  $\delta$ . Si l'utilisateur a peu ou pas d'idée des possibilités de son instrument, si les données du fabricant ne donnent aucune aide et s'il n'a pas d'idée précise des exigences, commencer par le Tableau 1 en fixant la valeur  $\delta$  à 0,2 eV. Suivre la méthode indiquée, en remplissant les lignes, et enfin vérifier si cette valeur de  $\delta$  est appropriée pour l'instrument utilisé. Si ce n'est pas le cas, revoir les modes opératoires et réduire un ou plusieurs des termes contribuant à  $U_{95}$  ou bien augmenter la valeur de  $\delta$  jusqu'à ce qu'elle soit acceptable.

Il est important de noter que  $\delta$  est la limite de tolérance pour l'exactitude de l'étalonnage de l'échelle d'énergie de l'instrument. Les mesures d'énergie ultérieures peuvent avoir des incertitudes supérieures à  $\delta$  en raison de la largeur du pic, de mauvaises statistiques de comptage, de la synthèse des pics ou des effets charge. Pour des indications pour décrire l'incertitude des mesures ultérieures, voir l'Annexe D.

## 6 Méthode d'étalonnage de l'échelle d'énergie

### 6.1 Obtention des échantillons de référence

Pour l'étalonnage des spectromètres d'électrons Auger pouvant balayer au moins jusqu'à 2 050 eV et avec des énergies de faisceau disponibles de 5 keV ou de 10 keV, utiliser des échantillons de Cu et d'Al. Pour les autres instruments, utiliser Cu et Al. Les échantillons doivent être des métaux polycristallins ayant une pureté d'au moins 99,8 % qui, pour des raisons pratiques, se présentent généralement sous forme de feuilles généralement de 10 mm par 10 mm et de 0,1 mm à 0,2 mm d'épaisseur.

Si les échantillons semblent avoir besoin d'un nettoyage, une immersion courte dans de l'acide nitrique à 1 %, puis un rinçage dans de l'eau distillée peuvent être effectués pour Cu. Si l'échantillon de Cu a été stocké à l'air libre pendant plus de quelques jours, l'immersion dans l'acide nitrique facilitera le nettoyage de l'échantillon (voir 6.3).

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d87d8fde-7ec1-46c2-bd17-a20bc19fc981/iso-17974-2002>

### 6.2 Montage des échantillons

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

### 6.3 Nettoyage des échantillons

Réaliser un vide ultra poussé et nettoyer les échantillons par pulvérisation ionique pour réduire la contamination jusqu'à ce que les intensités des pics Auger de l'oxygène et du carbone soient chacune inférieure à 2 % de l'intensité du pic métallique le plus intense dans chaque spectre d'étude. Enregistrer un spectre (balayage large) pour chacun des échantillons afin de garantir que les pics les plus significatifs sont ceux des éléments purs requis. La qualité du vide nécessaire dans ce cas est telle que les intensités des pics de l'oxygène et du carbone ne doivent pas dépasser 3 % des intensités des pics métalliques les plus intenses à la fin du processus, conformément à 6.11, ou bien à la fin de la journée de travail, l'évènement se produisant en premier étant retenu.

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

NOTE 1 Les conditions de pulvérisation ionique de gaz inerte qui se sont avérées appropriées pour le nettoyage sont de 1 min d'un faisceau de 30  $\mu$ A d'ions d'argon de 5 keV par  $\text{cm}^2$  d'échantillon.

NOTE 2 Les effets de contamination sont généralement moindres pour Au et plus importants pour Al.

Voir la Figure 2 pour des exemples de spectres AES d'étude.