

---

---

**Analyse chimique des surfaces —  
Spectroscopie des électrons Auger —  
Répétabilité et constance de l'échelle  
d'énergie —**

*Surface chemical analysis — Auger electron spectroscopy —  
Repeatability and constancy of intensity scale —*

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 24236:2005

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/edc30c9f-b02b-47fa-9ec8-b90bb40d322b/iso-24236-2005>



**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 24236:2005](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/edc30c9f-b02b-47fa-9ec8-b90bb40d322b/iso-24236-2005)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/edc30c9f-b02b-47fa-9ec8-b90bb40d322b/iso-24236-2005>

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

Publié en Suisse

## Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
Introduction .....	v
1 <b>Domaine d'application</b> .....	1
2 <b>Symboles</b> .....	1
3 <b>Aperçu de la méthode</b> .....	2
4 <b>Méthode d'évaluation de la répétabilité et de la constance de l'échelle d'intensité</b> .....	4
4.1 <b>Obtention de l'échantillon de référence</b> .....	4
4.2 <b>Montage de l'échantillon</b> .....	4
4.3 <b>Nettoyage de l'échantillon</b> .....	4
4.4 <b>Choix des réglages du spectromètre pour lesquels la stabilité de l'intensité doit être déterminée</b> .....	4
4.5 <b>Fonctionnement de l'instrument</b> .....	5
4.6 <b>Options pour les mesures d'évaluation initiales ou ultérieures</b> .....	6
4.7 <b>Mesures de l'intensité et de la répétabilité</b> .....	6
4.8 <b>Calcul des intensités des pics, des rapports d'intensité et des incertitudes</b> .....	8
4.9 <b>Procédure d'évaluation régulière de la constance de l'échelle d'intensité</b> .....	9
4.10 <b>Évaluation suivante</b> .....	11
<b>Annexe A (informative) Exemple de calculs et de mesures de la répétabilité de l'intensité pour un spectromètre d'électrons Auger commercial</b> .....	12
<b>Bibliographie</b> .....	16

ISO 24236:2005  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/edc30c9f-b02b-47fa-9ec8-b90bb40d322b/iso-24236-2005>

## 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 24236 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 24236:2005  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/edc30c9f-b02b-47fa-9ec8-b90bb40d322b/iso-24236-2005>

## Introduction

La spectroscopie des électrons Auger (AES) est utilisée intensivement pour l'analyse de surface des matériaux. Les éléments présents dans l'échantillon (excepté l'hydrogène et l'hélium) sont identifiés sur la base de comparaisons des énergies cinétiques mesurées des électrons Auger émis avec des tabulations de ces énergies pour les différents éléments. Des informations sur les quantités de tels éléments peuvent être obtenues à partir des intensités mesurées des électrons Auger. Le calcul des quantités présentes peut alors être effectué en utilisant des formules et des facteurs de sensibilité relative fournis par le fabricant du spectromètre. Il est important que les facteurs de sensibilité soient appropriés à l'instrument et c'est généralement le cas directement après l'installation de l'équipement ou après étalonnage de la fonction de réponse intensité/énergie de l'instrument par un organisme approprié. Il existe deux contributions instrumentales importantes à l'incertitude des mesures de l'intensité en AES qui sont décrites dans la présente Norme internationale: (i) la répétabilité des mesures de l'intensité et (ii) la dérive des intensités en fonction du temps.

La répétabilité est importante pour analyser les tendances et les différences entre des échantillons similaires. Les problèmes instrumentaux qui limitent la répétabilité de mesure comprennent la stabilité de la source du faisceau d'électrons, les réglages du détecteur, la sensibilité de l'instrument au placement de l'échantillon, les paramètres d'acquisition des données et la procédure de traitement des données. La dérive de l'échelle d'intensité de l'instrument limite l'exactitude globale de toute interprétation quantitative et résulte d'effets tels que le vieillissement des composants de la structure du spectromètre, de son alimentation électronique et du détecteur. Il a été constaté que dans les instruments AES en service, la fonction de réponse intensité/énergie de l'instrument peut varier à mesure que l'instrument vieillit.

La présente Norme internationale décrit une méthode simple de détermination de la répétabilité et de la constance de l'échelle d'intensité de l'instrument, de sorte que des mesures correctives, telles que le fait d'améliorer le mode de fonctionnement, de rajuster les paramètres de l'instrument ou de réétalonner la fonction de réponse intensité/énergie, puissent être appliquées. Il convient donc d'effectuer cette méthode à intervalles réguliers et elle est plus efficace si les données comprennent une période où le bon fonctionnement de l'instrument a été vérifié par le fabricant ou toute autre personne appropriée. Cette méthode utilise un échantillon de cuivre pur (Cu) et elle est applicable aux spectromètres d'électrons Auger avec un canon à électrons ayant une énergie de faisceau de 2 keV ou supérieure.

Cette méthode ne concerne pas tous les défauts possibles des instruments, puisque les essais nécessaires prendraient beaucoup de temps et auraient besoin à la fois de connaissances spécialisées et d'équipement. Cette méthode est cependant conçue pour s'adresser au problème courant de base de répétabilité et de dérive des échelles d'intensité des instruments AES. Cette méthode peut être appliquée en même temps que l'étalonnage de l'énergie du spectromètre en utilisant l'ISO 17973 <sup>[1]</sup> ou l'ISO 17974 <sup>[2]</sup>.

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

ISO 24236:2005

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/edc30c9f-b02b-47fa-9ec8-b90bb40d322b/iso-24236-2005>

# Analyse chimique des surfaces — Spectroscopie des électrons Auger — Répétabilité et constance de l'échelle d'énergie —

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale concerne une méthode permettant d'évaluer la constance et la répétabilité de l'échelle d'intensité des spectromètres d'électrons Auger, à des fins analytiques générales, utilisant un canon à électrons ayant une énergie de faisceau de 2 keV ou supérieure. Elle ne s'applique qu'aux instruments qui comprennent un canon à ions pour le nettoyage par pulvérisation. Elle n'est pas destinée à étalonner la fonction de réponse intensité/énergie. Cet étalonnage peut être fait par le fabricant de l'instrument ou tout autre organisme. La présente procédure fournit des données pour évaluer et confirmer l'exactitude avec laquelle la fonction de réponse intensité/énergie demeure constante au cours de l'utilisation de l'instrument. Des indications sont données pour certains des réglages instrumentaux qui peuvent affecter cette constance.

## 2 Symboles

$H_L$	hauteur moyenne, pic à pic, du pic Cu L <sub>3</sub> VV en mode dérivé
$H_{Lj}$	une valeur contribuant à $H_L$ pour la mesure de $j^{\text{ième}}$ dans un ensemble de mesures
$H_M$	hauteur moyenne, pic à pic, du pic Cu M <sub>2,3</sub> VV en mode dérivé
$H_{Mj}$	une valeur contribuant à $H_M$ pour la mesure de $j^{\text{ième}}$ dans un ensemble de mesures
$i$	identifiant pour l'un des cinq paramètres $P_i$
$j$	index pour l'une des mesures individuelles du paramètre $P_{ij}$
$N_L$	intensité maximale moyenne au pic Cu L <sub>3</sub> VV en mode direct
$N_{Lj}$	une valeur contribuant à $N_L$ pour la mesure de $j^{\text{ième}}$ dans un ensemble de mesures
$N_M$	intensité maximale moyenne au pic Cu M <sub>2,3</sub> VV en mode direct
$N_{Mj}$	une valeur contribuant à $N_M$ pour la mesure de $j^{\text{ième}}$ dans un ensemble de mesures
$P_i$	paramètre représentant la valeur moyenne de l'un quelconque des paramètres $H_L$ , $H_M$ , $N_L$ , $N_M$ et $H_L/H_M$
$P_{ij}$	la mesure $j^{\text{ième}}$ du paramètre ayant une valeur moyenne $P_i$
$U_{95}(P_i)$	incertitude de la valeur moyenne de $P_i$ , à un degré de confiance de 95 %
$W$	largeur à mi-hauteur du pic
$\beta$	vitesse de balayage du système analogique
$\delta$	valeur de la limite de tolérance pour $H_L/H_M$ pour une conformité à un degré de confiance de 95 % (fixée par l'analyste)
$\sigma(P_i)$	écart-type de répétabilité pour le paramètre $P_i$
$\tau$	constante de temps du système de détection analogique

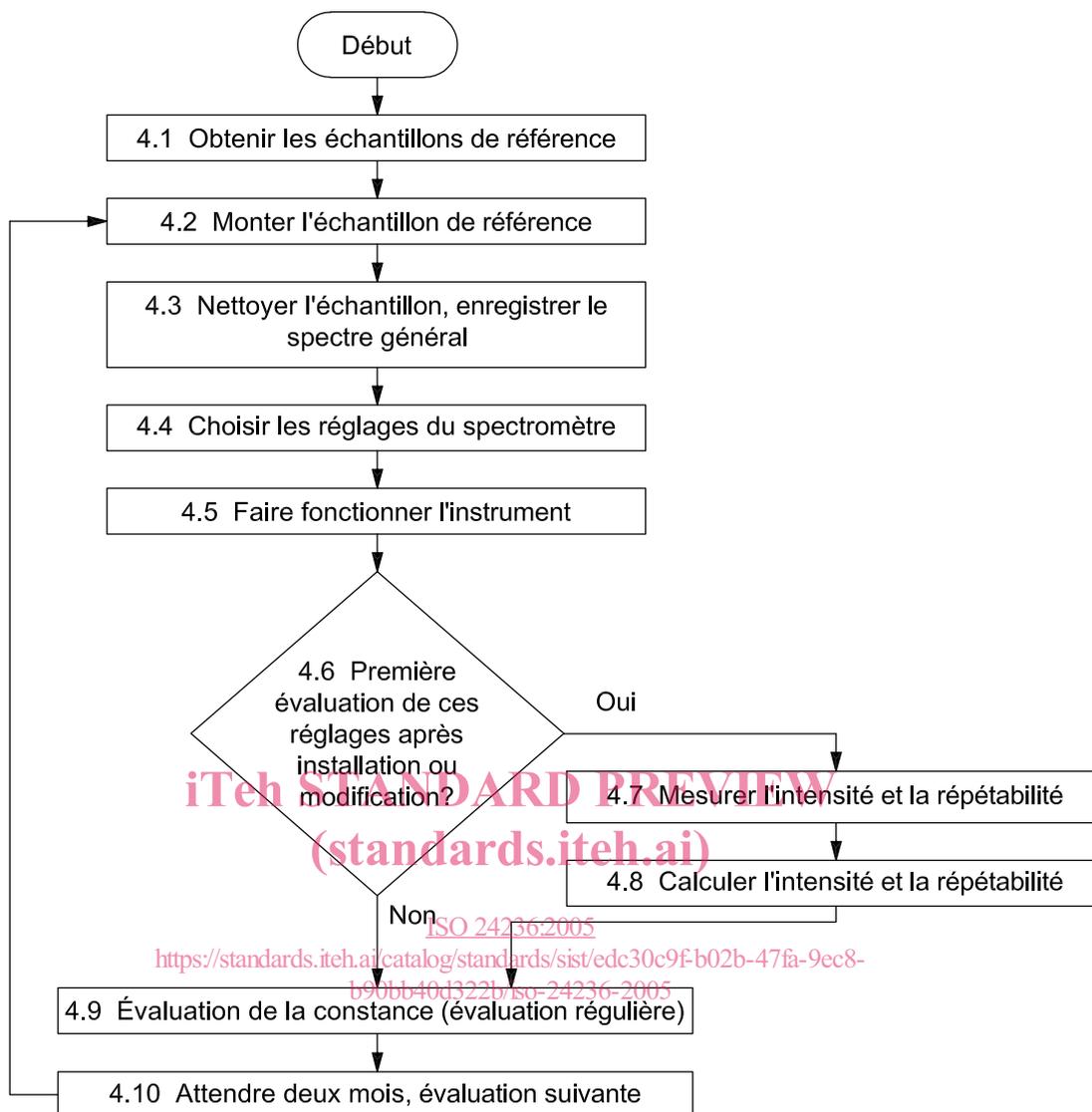
### 3 Aperçu de la méthode

Ici, la méthode est décrite de sorte que la procédure détaillée, donnée dans l'Article 4, puisse être comprise dans le contexte. Afin d'évaluer un spectromètre d'électrons Auger en utilisant cette procédure, obtenir et préparer une feuille de cuivre de référence afin de mesurer les intensités des pics d'électrons Auger  $\text{Cu M}_{2,3}\text{VV}$  et  $\text{Cu L}_3\text{VV}$  à l'aide de réglages instrumentaux appropriés. Ces pics sont choisis parce qu'ils se situent près des limites moyenne et inférieure de l'énergie cinétique utilisées dans l'analyse pratique. Ces pics sont bien établis à cette fin et les données appropriées de référence existent. Le pic à faible énergie,  $\text{Cu M}_{2,3}\text{VV}$ , est choisi pour être dans une gamme d'énergie où des champs magnétiques parasites peuvent provoquer des variations d'intensité non désirées et, par conséquent, servent à contrôler ce problème.

Les étapes initiales consistant à fournir l'échantillon et à régler l'instrument sont décrites de 4.1 à 4.5, comme le montre l'organigramme de la Figure 1, où les titres du paragraphe approprié sont mentionnés.

Du 4.6, un utilisateur se déplace au 4.7 à moins qu'il n'y ait eu une détermination précédente de la répétabilité de l'intensité. Au 4.7, les mesures des intensités des pics  $\text{Cu M}_{2,3}\text{VV}$  et  $\text{Cu L}_3\text{VV}$  sont réalisées dans une séquence répétée sept fois. Ces données donnent les écarts-types de la répétabilité des intensités des pics. Ces répétabilités comprennent des contributions de la stabilité de l'intensité du faisceau d'électrons, du détecteur du spectromètre et de l'alimentation électronique, de la sensibilité de l'intensité du pic mesurée au niveau de l'échantillon et du bruit statistique au niveau du pic. Dans la méthode, les conditions sont définies pour s'assurer que le bruit statistique dans les intensités mesurées est relativement faible. Cela est discuté dans l'Annexe A. La valeur de l'écart-type de la répétabilité peut dépendre de la procédure de positionnement de l'échantillon. Au 4.7.1, l'utilisation d'une procédure de positionnement de l'échantillon compatible est nécessaire et l'étalonnage final n'est valable que pour des échantillons positionnés en utilisant cette procédure de positionnement.

Les valeurs absolues des intensités des deux pics sont connues dans des conditions bien définies et ainsi, en principe, ces deux valeurs d'intensité peuvent être utilisées pour établir une partie de la fonction de réponse intensité/énergie du spectromètre [3]. Cependant, ces fonctions de réponse peuvent avoir une dépendance complexe à l'égard de l'énergie [4] et ainsi une détermination des intensités à deux énergies est insuffisante. Dans cette méthode donc, la portée est limitée à l'évaluation de la constance de la fonction de réponse intensité/énergie comme indiqué par la constance des intensités à ces deux énergies et de leur rapport d'intensité, avec une incertitude dérivée de la répétabilité de la mesure. Ces déterminations sont faites au 4.7 et les calculs basés sur ces mesures sont réalisés au 4.8, comme le montre l'organigramme de la Figure 1. À la suite de cela, la première des déterminations régulières les plus simples de la constance de l'intensité est faite au 4.9.



**Figure 1 — Organigramme de la séquence des opérations de la méthode**

(Les numéros de paragraphe sont donnés avec les désignations correspondant au corps du texte)

Dans la pratique, la fonction de réponse intensité/énergie des spectromètres peut varier de manière significative au cours de l'utilisation de l'instrument. Si cela se produit, cela peut modifier les résultats quantifiés déduits des spectres. Dans ce cas, il est important de considérer les actions suivantes: (i) améliorer le positionnement de l'échantillon, (ii) utiliser des temps de préchauffage plus longs, (iii) réinitialiser l'équipement pour retrouver la fonction de réponse d'origine, (iv) redéterminer les facteurs de sensibilité relative utilisés pour la quantification expérimentalement ou bien par le calcul ou (v) augmenter l'incertitude indiquée de tous les résultats mesurés obtenus. Le choix de l'action dépend des exigences et de la vitesse de la dérive des rapports d'intensité enregistrés dans cette procédure. Des vitesses de dérive aussi élevées que 40 % par an ont été mesurées avec des variations principales se produisant après l'installation de nouveaux détecteurs [5]. Ainsi, deux mois après la première des évaluations régulières au 4.9, ou après que tous changements importants ont été apportés au spectromètre, la procédure de 4.2 à 4.5 est répétée puis une évaluation régulière est effectuée comme décrit au 4.9, à des intervalles de deux mois. Les étapes 4.7 et 4.8 n'ont pas besoin d'être répétées à moins qu'un changement important ne soit apporté à l'instrument.

## 4 Méthode d'évaluation de la répétabilité et de la constance de l'échelle d'intensité

### 4.1 Obtention de l'échantillon de référence

Un échantillon de Cu polycristallin ayant une pureté d'au moins 99,8 % doit être utilisé. Pour des raisons de commodité, cet échantillon se présente habituellement sous la forme d'une feuille en général de 10 mm par 10 mm, de 0,1 mm à 0,2 mm d'épaisseur.

NOTE Si l'échantillon semble avoir besoin d'être nettoyé, une courte immersion dans de l'acide nitrique à 1 % peut être utilisée suivie d'un rinçage dans de l'eau distillée. Si l'échantillon a été stocké à l'air libre pendant plus de quelques jours, l'immersion dans l'acide nitrique rend plus facile le nettoyage de l'échantillon, nécessaire plus tard au 4.3.1.

### 4.2 Montage de l'échantillon

Monter l'échantillon sur le porte-échantillon à l'aide de vis de fixation ou d'autres moyens métalliques, afin d'assurer le contact électrique. Ne pas utiliser de ruban adhésif double-face.

NOTE Des mesures répétées de l'échantillon sont nécessaires à des intervalles de deux mois. Le montage de l'échantillon de sorte qu'il puisse être maintenu dans le système sous vide est une commodité utile.

### 4.3 Nettoyage de l'échantillon

**4.3.1** Réaliser un vide poussé et nettoyer l'échantillon par pulvérisation d'ions pour réduire la contamination jusqu'à ce que les hauteurs des pics d'électrons Auger de l'oxygène et du carbone soient chacune inférieure à 2 % des hauteurs des pics métalliques les plus intenses dans un spectre général. Enregistrer un spectre général (étendu) pour s'assurer que seuls les pics significatifs sont ceux du Cu. S'assurer qu'il n'y ait aucun pic qui soit caractéristique du porte-échantillon. La qualité du vide nécessaire ici est telle que les hauteurs des pics de l'oxygène et du carbone ne doivent pas excéder 3 % des hauteurs des pics métalliques les plus intenses avant que l'acquisition des données soit complète au 4.7 ou avant la fin de la journée de travail (la condition qui est atteinte la première étant considérée).

NOTE 1 Les conditions de pulvérisation d'ions d'un gaz inerte qui ont été trouvées comme étant appropriées pour le nettoyage sont de 1 min d'un faisceau de 30  $\mu\text{A}$  d'ions d'argon de 5 keV couvrant 1  $\text{cm}^2$  de l'échantillon. Ces conditions fournissent une densité de flux de pulvérisation de 1,8  $\text{mC}\cdot\text{cm}^{-2}$  qui peut également être atteinte par d'autres réglages du courant du faisceau, de la durée et de la zone de pulvérisation, selon l'équipement disponible. La densité de flux et la zone à nettoyer par pulvérisation peuvent varier d'un instrument à un autre.

NOTE 2 Une répétition de cette procédure est nécessaire à des intervalles de deux mois. Une pulvérisation excessive peut conduire à des variations des intensités absolues émises qui peuvent éventuellement devenir significatives. Ne pas pulvériser plus que nécessaire ou l'échantillon peut devenir très rugueux et nécessiter d'être remplacé.

NOTE 3 Des exemples de spectres AES du Cu sont donnés sur la Figure 2.

**4.3.2** Il convient d'effectuer les mesures nécessaires pour la présente Norme internationale durant une journée de travail. Si plus d'une journée est nécessaire, confirmer la propreté du Cu au début de chaque journée de travail.

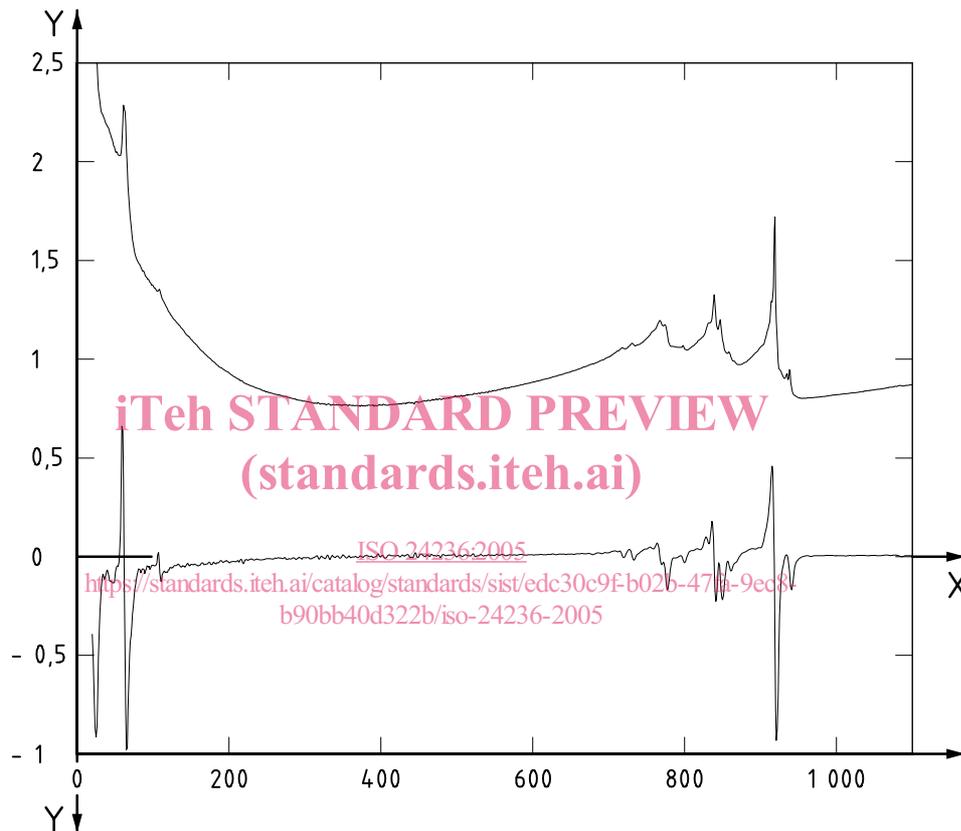
### 4.4 Choix des réglages du spectromètre pour lesquels la stabilité de l'intensité doit être déterminée

Choisir les réglages de fonctionnement du spectromètre pour lesquels la stabilité de l'intensité doit être déterminée. La méthode de 4.4 à 4.9 doit être répétée pour chaque combinaison de réglages du spectromètre de l'énergie de passage, du facteur de retard, des fentes, des réglages de la lentille, etc., pour lesquels l'évaluation de la constance de l'intensité est nécessaire.

NOTE 1 Les analystes peuvent souhaiter réserver certains réglages pour une analyse quantitative et alors seulement ces réglages ont besoin d'être réalisés. De même, pour déterminer l'état chimique, les analystes peuvent souhaiter ne choisir que certains réglages pour l'étalonnage de l'énergie en utilisant l'ISO 17974 [2]. Si les réglages de l'énergie pour l'étalonnage de l'énergie et la présente évaluation peuvent être choisis comme étant identiques, il sera plus facile de réaliser les mesures à la fois au 4.7 de la présente Norme internationale et dans l'ISO 17974:2002 [2] au 6.7, lorsque l'échantillon de cuivre tel que décrit ci-dessous est utilisé.

NOTE 2 Les conceptions des spectromètres et de leurs circuits varient et ainsi, la fonction de réponse intensité/énergie pour une combinaison de réglages de la lentille, des fentes et de l'énergie de passage n'est pas nécessairement valable pour tout autre réglage de la lentille, des fentes et de l'énergie de passage. Beaucoup de spectroscopistes font des mesures précises de l'intensité en utilisant un ensemble de conditions optimales et après seulement cet ensemble de conditions d'analyse nécessite une évaluation. Toute évaluation faite n'est valable que pour la combinaison de réglages utilisée.

NOTE 3 La répétabilité de l'échelle d'intensité ainsi que les valeurs absolues des intensités varient en fonction de la combinaison des réglages utilisée. En général, la répétabilité est meilleure lorsque des fentes larges et une résolution plus faible d'énergie sont utilisées.



#### Légende

X énergie cinétique des électrons (eV)

Y intensité/10<sup>4</sup>

**Figure 2 — Spectres généraux étendus de Cu propre, mesurés en mode constant  $\Delta E/E$ , le spectre direct étant représenté en haut et le spectre différentiel en bas**

#### 4.5 Fonctionnement de l'instrument

Faire fonctionner l'instrument selon les instructions documentées du fabricant. L'instrument doit être entièrement refroidi après tout étuvage. S'assurer que le fonctionnement se situe dans les gammes recommandées par le fabricant pour le courant du faisceau, les taux de comptage, la vitesse de balayage du spectromètre et tout autre paramètre indiqué par le fabricant. Fixer l'énergie du faisceau d'électrons à l'énergie couramment utilisée pour l'analyse mais s'assurer qu'elle n'est pas inférieure à 2 keV et fixer le faisceau de façon qu'il balaye une zone de l'échantillon de typiquement 100  $\mu\text{m}$  par 100  $\mu\text{m}$ . Si le spectromètre analyse une zone plus petite que celle-ci, fixer le balayage à la valeur couramment utilisée pour l'analyse (ce peut être zéro). Fixer le courant du faisceau à la valeur maximale généralement requise pour l'analyse, tout en s'assurant que le taux de comptage se situe dans la gamme recommandée par le fabricant.