
**Analyse chimique des surfaces —
Spectroscopie d'électrons Auger et
spectroscopie de photoélectrons de
rayons X — Détermination de la
résolution latérale**

*Surface chemical analysis — Auger electron spectroscopy and X-ray
photoelectron spectroscopy — Determination of lateral resolution*
(standards.iteh.ai)

ISO 18516:2006

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/84e72bee-09f1-4342-aac0-f48f60c65b3a/iso-18516-2006>



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 18516:2006](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/84e72bee-09f1-4342-aac0-f48f60c65b3a/iso-18516-2006)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/84e72bee-09f1-4342-aac0-f48f60c65b3a/iso-18516-2006>

© ISO 2006

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

Avant-propos.....	iv
Introduction.....	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes, définitions, symboles et termes abrégés	1
3.1 Termes et définitions	1
3.2 Symboles et termes abrégés	2
4 Informations générales	2
4.1 Informations préalables	2
4.2 Mesure de la résolution latérale en AES et en XPS	3
4.3 Dépendance de la résolution latérale par rapport à la direction de balayage	3
4.4 Procédés de mesure de la résolution latérale en AES et en XPS	4
5 Mesure de la résolution latérale avec le procédé du bord rectiligne	5
5.1 Introduction	5
5.2 Variantes du procédé du bord rectiligne	5
5.3 Choix de l'échantillon à bord rectiligne	5
5.4 Montage de l'échantillon à bord rectiligne	6
5.5 Nettoyage de l'échantillon à bord rectiligne	6
5.6 Fonctionnement de l'instrument	6
5.7 Collecte des données	6
5.8 Analyse des données	9
6 Mesure de la résolution latérale à l'aide du procédé de la grille	10
6.1 Introduction	10
6.2 Choix de l'échantillon de grille	10
6.3 Montage de l'échantillon de grille	11
6.4 Nettoyage de l'échantillon de grille	11
6.5 Fonctionnement de l'instrument	11
6.6 Collecte des données	11
6.7 Analyse des données	13
7 Mesure de la résolution latérale à l'aide du procédé de l'îlot d'or	13
7.1 Introduction	13
7.2 Choix de l'échantillon aux îlots d'or	13
7.3 Montage de l'échantillon aux îlots d'or	14
7.4 Nettoyage de l'échantillon aux îlots d'or	14
7.5 Fonctionnement de l'instrument	14
7.6 Collecte des données	15
7.7 Analyse des données	17
Annexe A (informative) Détermination de la résolution latérale d'un instrument XPS avec un spot focalisé de rayons X	18
Annexe B (informative) Détermination de la résolution latérale à partir d'un balayage linéaire des électrons secondaires	20
Annexe C (informative) Détermination de la résolution latérale des balayages linéaires des électrons Auger	22
Bibliographie	25

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 18516 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 201, *Analyse chimique des surfaces*, sous-comité SC 5, *Spectroscopie des électrons Auger*. (standards.iteh.ai)

ISO 18516:2006
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/84e72bee-09f1-4342-aac0-f48f60c65b3a/iso-18516-2006>

Introduction

La spectroscopie des électrons Auger (AES) et la spectroscopie de photoélectrons par rayons X (XPS) sont des techniques d'analyse des surfaces qui sont utilisées pour produire des cartes chimiques et des balayages linéaires des surfaces et pour fournir des analyses spectroscopiques à partir de zones définies. Ces techniques peuvent avoir des résolutions latérales de l'ordre de 10 nm pour l'AES et peuvent couvrir des zones de l'ordre de plusieurs centimètres carrés en XPS. Les différents instruments produisent des images ou définissent des zones spectroscopiques avec différentes résolutions latérales, de sorte que les qualités de l'image comparées entre elles sont mal définies si des procédés et des limites pour exprimer les résultats ne sont pas clairement définis. Les différents réglages d'un instrument peuvent également faire varier la résolution latérale. Un analyste doit avoir un procédé approprié pour mesurer la résolution latérale d'un instrument pour tous les réglages donnés. De cette façon, les analystes peuvent obtenir une résolution latérale optimale d'un instrument donné, qui soit appropriée aux conditions analytiques, d'une manière cohérente et claire. La résolution réellement obtenue dans des analyses subséquentes approchera ces valeurs en XPS, mais, généralement, la résolution en AES peut être dégradée par les effets de rétrodiffusion des électrons. La capacité de l'analyste à réaliser ces résolutions d'une manière efficace dépendra naturellement également de la qualité des niveaux de signaux obtenus.

La présente Norme internationale décrit trois procédés de détermination de la résolution latérale en AES et en XPS. Le procédé choisi en pratique dépend de la valeur attendue de la résolution latérale. Les Annexes A, B et C fournissent des exemples illustratifs de la mesure de la résolution latérale.

ITEH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 18516:2006](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/84e72bee-09f1-4342-aac0-f48f60c65b3a/iso-18516-2006)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/84e72bee-09f1-4342-aac0-f48f60c65b3a/iso-18516-2006>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 18516:2006

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/84e72bee-09f1-4342-aac0-f48f60c65b3a/iso-18516-2006>

Analyse chimique des surfaces — Spectroscopie d'électrons Auger et spectroscopie de photoélectrons de rayons X — Détermination de la résolution latérale

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale décrit trois procédés pour mesurer la résolution latérale obtenue dans les spectromètres d'électrons Auger et les spectromètres de photoélectrons par rayons X avec des réglages définis. Le procédé du bord rectiligne convient pour les instruments où la résolution latérale est supposée être supérieure à 1 μm . Le procédé de la grille convient si la résolution latérale est supposée être inférieure à 1 μm , mais supérieure à 20 nm. Le procédé de l'îlot d'or convient pour les instruments où la résolution latérale est supposée être inférieure à 50 nm.

Lea Annexes A, B et C fournissent des exemples illustratifs de la mesure de la résolution latérale.

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).

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/84e72bec-09f1-4342-aac0-4810cc0585a/iso-18516-2006>
ISO 18115:2001, *Analyse chimique des surfaces — Vocabulaire*

3 Termes, définitions, symboles et termes abrégés

3.1 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'ISO 18115 s'appliquent. La définition de la résolution latérale est répétée ici pour des raisons de commodité.

3.1.1

résolution latérale

distance mesurée soit dans le plan de la surface de l'échantillon, soit dans un plan perpendiculaire à l'axe de l'instrument optique de formation de l'image, sur laquelle il est possible d'établir distinctement et avec confiance des modifications de la composition

NOTE Il convient d'indiquer le plan choisi.

NOTE 2 En pratique, il est possible de mesurer la résolution latérale soit comme (i) la largeur à mi-hauteur (FWHM) de la distribution de l'intensité à partir du plus petit point d'émission sur l'échantillon, soit comme (ii) la distance comprise entre des points d'intensité situés à 12 % et à 88 % dans un balayage linéaire d'une partie de l'échantillon contenant une fonction échelon bien définie pour le signal lié à la propriété résolue. Ces deux valeurs équivalent à une répartition de l'intensité normale. Pour d'autres distributions, il est possible de choisir d'autres paramètres plus adaptés. Pour une fonction échelon, on utilise souvent la distance comprise entre les points d'intensité situés à 20 % et à 80 % ou à 16 % et à 84 % dans le balayage linéaire. La dernière paire donne la largeur deux sigma d'une fonction de distribution normale.

ISO 18115:2001, définition 5.255

NOTE 3 Pour les besoins de la présente Norme internationale, la mesure dans le plan de l'échantillon est préférée.

3.2 Symboles et termes abrégés

AES	spectroscopie des électrons Auger
d	diamètre d'un faisceau d'électrons incident (de symétrie axiale) sur une surface de l'échantillon
FWHM	largeur à mi-hauteur
XPS	spectroscopie de photoélectrons par rayons X
x	paramètre requis pour la détermination de la résolution latérale. La mesure de la résolution latérale débute lorsque l'intensité du signal est de x % de l'intensité maximale et se termine lorsque l'intensité est de $(100 - x)$ % du maximum. Dans le cas de $\delta(50)$, x vaut 25
θ	angle d'incidence d'un faisceau d'électrons ou d'un faisceau de rayons X sur une surface de l'échantillon, mesuré par rapport à la normale de la surface

4 Informations générales

4.1 Informations préalables

Un besoin commun en AES et en XPS est la mesure de la composition en fonction de la position sur la surface de l'échantillon. Typiquement, un analyste souhaite déterminer la composition de la surface locale d'une certaine région identifiée que l'on désire étudier. Cette région étudiée pourrait être une particularité sur une plaquette de semi-conducteur (telle qu'une particule non désirée ou une tâche de contamination), des trous dus à la corrosion, une fibre ou une surface exposée d'un matériau composite. Avec la fabrication industrielle accrue de dispositifs avec des dimensions de l'ordre du micromètre et du nanomètre, en particulier dans l'industrie des semi-conducteurs et dans le domaine d'applications émergentes de nanotechnologie, il existe un besoin croissant de caractériser les matériaux à l'aide d'outils ayant des résolutions latérales qui sont plus petites que celles des particularités étudiées. Il est généralement nécessaire dans ces applications de pouvoir déterminer que les dispositifs ont été fabriqués tels qu'ils sont prévus (contrôle de la qualité), pour évaluer les procédés de fabrication nouveaux ou courants (développement des procédés et contrôle des procédés), et pour identifier les mécanismes d'échec (analyse d'échec) d'un dispositif pendant sa durée de vie ou après exposition à différentes conditions ambiantes. La résolution latérale est un paramètre important dans l'application des techniques de caractérisation telles que l'AES et la XPS pour la caractérisation de la surface des matériaux contenant des particularités avec des dimensions de l'ordre du micromètre et du nanomètre.

Il est clairement souhaitable que la résolution latérale de la technique soit inférieure aux dimensions latérales de la particularité étudiée pour que la particularité puisse être aisément imagée. La particularité étudiée dans un instrument d'AES peut typiquement être détectée initialement dans un microscope électronique à balayage. Le faisceau d'électrons primaires peut ensuite être placé sur la particularité et un spectre Auger peut être enregistré. Dans des instruments de XPS, la particularité étudiée doit généralement être détectée à partir d'une image ou d'un balayage linéaire dans lesquels un signal particulier (souvent l'intensité d'un pic de photoélectrons sélectionné) est mis en évidence en fonction de la position sur la surface de l'échantillon.

En pratique, la détectabilité d'une particularité dans des mesures d'AES et de XPS dépend non seulement de la résolution latérale, mais aussi de la différence entre les intensités des signaux pour des mesures faites dans ou hors de la particularité possible (contraste des matériaux) et du temps d'observation (par les variations statistiques des intensités des signaux). La détectabilité d'une particularité dépend ainsi d'une caractéristique instrumentale (la résolution latérale), des constituants particuliers de l'échantillon et de la durée de la mesure. Une détection fiable d'une particularité dépendra également de la stabilité instrumentale (en particulier la stabilité du courant du faisceau d'électrons incident en AES, le flux des rayons X en XPS et la stabilité de la position du porte-échantillon par rapport au faisceau d'électrons ou de rayons X) et de la stabilité chimique de l'échantillon pendant la durée nécessaire pour l'acquisition des données en AES ou en XPS.

De nombreux auteurs ont décrit et discuté la résolution latérale (souvent désignée sous le terme de résolution spatiale) des instruments d'AES et de XPS. Des informations utiles peuvent être trouvées dans la

Référence [1] pour l'AES et dans la Référence [2] pour la XPS. L'ISO/TR 19319 donne des indications sur la détermination de la résolution latérale et des paramètres relatifs en AES et en XPS [3].

4.2 Mesure de la résolution latérale en AES et en XPS

La résolution latérale pour des mesures d'AES et de XPS dépend typiquement soit des caractéristiques du rayonnement incident, soit des caractéristiques du système lentille-analyseur-détecteur utilisé dans le spectromètre. Dans le premier cas, la résolution latérale dépendra principalement des dimensions transversales (par exemple le diamètre du faisceau) du rayonnement incident (un faisceau d'électrons en AES ou un faisceau de rayons X en XPS) sur la surface de l'échantillon, et s'améliorera à mesure que le diamètre du faisceau diminue. Dans le second cas, la résolution latérale dépendra principalement de la conception de l'optique électronique du système lentille-analyseur-détecteur ainsi que de toutes les ouvertures qui peuvent être placées dans la trajectoire de l'optique électronique. C'est la situation

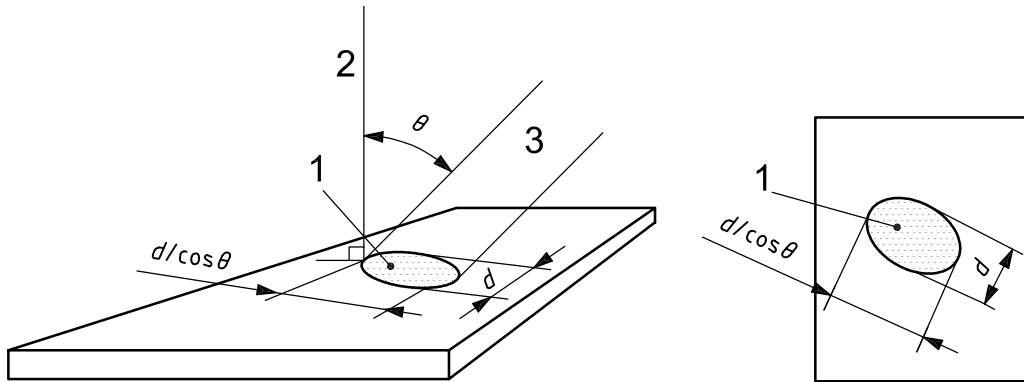
- a) lorsque le spectromètre est utilisé en XPS dans le mode «petite zone»,
- b) lorsque des images sont produites en balayant la zone d'acceptation de la lentille, ou
- c) lorsque le spectromètre produit des images parallèles en projetant des photoélectrons d'énergie appropriée à travers le système lentille-analyseur sur le détecteur.

Les procédés décrits dans l'Article 5 comportent des mesures de l'intensité d'une particularité spectrale sélectionnée d'AES ou de XPS, tandis qu'un gradient chimique suffisamment pointu (un bord chimique) sur l'échantillon est déplacé à travers la position d'analyse (définie par le faisceau incident) ou que la position d'analyse est déplacée à travers un bord chimique. La résolution latérale mesurée dépendra de la conception instrumentale (c'est-à-dire le diamètre du faisceau ou la conception de l'optique électronique du spectromètre), de la netteté intrinsèque du bord chimique utilisé pour les mesures, et, pour l'AES, de l'amplitude et de la largeur du signal Auger excité par les électrons rétrodiffusés [1].

4.3 Dépendance de la résolution latérale par rapport à la direction de balayage

La résolution latérale mesurée peut dépendre de la direction dans laquelle la translation de l'échantillon par rapport au faisceau incident ou au spectromètre est faite. Cette variation peut se produire dans l'une quelconque des trois situations suivantes:

- a) si un faisceau de rayons X ou d'électrons de section transversale circulaire (c'est-à-dire si le faisceau a une symétrie axiale) est incident sur l'échantillon à un angle différent de zéro par rapport à la normale de la surface, la répartition de l'intensité du faisceau sur l'échantillon aura alors la forme d'une ellipse, comme le montre la Figure 1 pour le cas d'un faisceau d'électrons incident;
- b) la résolution latérale est définie par l'analyseur ou la lentille, et la normale à l'échantillon n'est pas parallèle à l'axe d'entrée de l'analyseur; ou
- c) le faisceau incident est astigmatique.



Légende

- 1 zone analysée
- 2 normale à la surface
- 3 faisceau d'électrons
- d est le diamètre du faisceau

NOTE Le profil d'intensité elliptique sur la surface de l'échantillon est montré dans la vue de dessus sur la droite.

Figure 1 — Exemple d'un faisceau d'électrons heurtant l'échantillon avec un angle θ par rapport à la normale de la surface

La résolution latérale doit donc être mesurée dans au moins deux directions. Dans le cas d'un faisceau incident circulaire sur un échantillon à un certain angle par rapport à la normale de la surface, les mesures doivent être faites dans les directions des axes courts et longs de l'ellipse montrée sur la vue de dessus de la Figure 1. Dans le cas d'un faisceau astigmatique, les mesures doivent être faites dans au moins deux directions; normalement, ces directions doivent être orthogonales entre elles. Si possible, ces directions doivent être choisies pour montrer les plus petites et les plus grandes valeurs de la résolution latérale.

4.4 Procédés de mesure de la résolution latérale en AES et en XPS

Le procédé à utiliser pour la mesure de la résolution latérale en AES et en XPS dépend de l'amplitude de la résolution latérale à mesurer et de la configuration expérimentale. Trois procédés alternatifs sont décrits:

- a) Le procédé du bord rectiligne défini à l'Article 5 sera généralement satisfaisant si la résolution latérale est supposée être supérieure à 1 μm . Quatre variantes de ce procédé peuvent être utilisées en fonction de la configuration expérimentale particulière. Ce procédé est typiquement utilisé pour mesurer la résolution latérale dans des instruments de XPS.
- b) Le procédé de la grille défini à l'Article 6 convient si la résolution latérale est supposée être inférieure à 5 μm , mais supérieure à 20 nm. Le procédé de la grille est typiquement utilisé pour la microscopie à balayage Auger sur des instruments où le faisceau incident peut avoir un diamètre d'environ 100 nm. Ce procédé peut également être utilisé pour des instruments de XPS.
- c) Le procédé de l'îlot d'or défini à l'Article 7 est satisfaisant si la résolution latérale est supposée être inférieure à 50 nm. Le procédé de l'îlot d'or est typiquement utilisé dans des microscopes à balayage Auger où le faisceau d'électrons incident peut avoir un diamètre d'environ 10 nm.

Les procédés du bord rectiligne ou de la grille ne doivent pas être utilisés dans des microscopes à balayage Auger ayant une résolution latérale élevée, parce que des imperfections du bord rectiligne ou des barres dans la structure de grille peuvent avoir des dimensions comparables à celles du faisceau d'électrons sur l'échantillon (voir Figure 1).

Noter que la résolution, si définie par le spectromètre, peut ou peut ne pas dépendre de l'énergie mesurée des électrons ou de toutes modifications des conditions de fonctionnement.

5 Mesure de la résolution latérale avec le procédé du bord rectiligne

5.1 Introduction

Le procédé du bord rectiligne peut être utilisé pour la mesure de la résolution latérale dans des instruments d'AES et de XPS si la résolution latérale est supposée être supérieure à 1 µm. Dans toutes les variantes du procédé du bord rectiligne, l'incrément de balayage ou la distance entre les pixels dans l'image doivent être inférieurs à 20 % de la résolution latérale attendue.

5.2 Variantes du procédé du bord rectiligne

Quatre variantes du procédé du bord rectiligne peuvent être utilisées en fonction de la configuration expérimentale.

5.2.1 Procédé 1

Un bord rectiligne est déplacé à travers une zone d'analyse stationnaire. Si ce procédé est appliqué, le bras manipulateur de l'échantillon ou le porte-échantillon doivent avoir une précision de position qui est au moins cinq fois inférieure à la résolution latérale à mesurer.

5.2.2 Procédé 2

La zone d'acceptation de l'analyseur est balayée au-dessus d'un bord rectiligne stationnaire.

5.2.3 Procédé 3

Le faisceau primaire (d'électrons ou de rayons X) est balayé au-dessus d'un bord rectiligne stationnaire.

5.2.4 Procédé 4

Une image du bord rectiligne est formée à un grandissement connu en utilisant des électrons ayant une énergie sélectionnée, et la résolution latérale est déterminée à partir de cette image.

5.3 Choix de l'échantillon à bord rectiligne

L'échantillon à bord rectiligne doit avoir un bord rectiligne et pointu dont la longueur est au moins dix fois supérieure à la résolution latérale à mesurer. Le matériau doit être aussi mince que possible pour minimiser la détection de tout signal résultant du plan vertical de son bord. Il est avantageux que le matériau ait une section transversale élevée pour l'émission de photoélectrons ou d'électrons Auger parce que cela minimise la durée nécessaire pour produire un signal d'intensité suffisante. Le matériau doit être un conducteur métallique pour éliminer les variations de signal qui peuvent être provoquées par des modifications des conditions de compensation de charge nécessaires pour un matériau non conducteur. La surface de l'échantillon doit de préférence être constitué d'un seul élément pour éviter des complications introduites par toutes les variations de composition à travers la surface (telles que celles qui peuvent se produire par une pulvérisation préférentielle pendant le nettoyage par pulvérisation de la surface). Un échantillon constitué d'un métal noble est recommandé parce que la contamination de la surface pendant les mesures se produit à un taux plus lent que pour d'autres métaux, et ainsi les modifications de nature non désirée se produisant dans les intensités du signal électronique seront plus faibles. L'échantillon doit également être aussi lisse que possible de sorte que les variations de signal dues aux modifications de topographie de l'échantillon sont minimisées.

NOTE Un échantillon approprié pour cette mesure est un échantillon enduit d'argent avec une fente, disponible en tant que supports d'échantillon en microscopie électronique à balayage. Un tel échantillon est disponible sous le numéro de catalogue G220-S6 auprès d'Agar Scientific Limited, 66a Cambridge Road, Stansted, Essex CM24 8DA, Royaume-Uni. Cet échantillon se compose d'un disque de 3,05 mm de diamètre ayant une fente de 500 µm de largeur et de 2 mm de longueur. Le fournisseur indique que l'épaisseur de ce matériau est comprise dans une gamme allant de 12 µm à 15 µm. Les échantillons ayant des fentes de différentes largeurs sont également disponibles. Des grilles à fentes sont également

fournies par Structure Probe Inc., P.O. Box 656, West Chester, PA 19381-0656, États-Unis, et Ted Pella Inc., P.O. Box 492477, Redding, CA 96049-2477, États-Unis¹⁾.

5.4 Montage de l'échantillon à bord rectiligne

L'échantillon à bord rectiligne doit être monté sur le porte-échantillon ou le bras manipulateur de l'instrument d'AES ou de XPS de telle manière qu'un bon contact électrique puisse être établi entre l'échantillon et le spectromètre. Si possible, l'échantillon doit être monté de sorte que le bord rectiligne surplombe le support de l'échantillon et de sorte que le spectromètre ne reçoive aucun signal lorsque l'échantillon ne se trouve pas dans la zone d'analyse. L'échantillon doit ensuite être chargé dans le spectromètre en utilisant la procédure recommandée par le fabricant.

5.5 Nettoyage de l'échantillon à bord rectiligne

Si l'échantillon à bord rectiligne présente une contamination de surface appréciable, la durée d'acquisition des données nécessaire devient très longue. Le nettoyage de l'échantillon en utilisant la procédure suivante est recommandé pour cette situation. L'échantillon à bord rectiligne doit être lavé dans de l'alcool adapté à la recherche et séché en passant de l'argon sec sur la surface. La région de l'échantillon à bord rectiligne où les mesures d'AES ou de XPS doivent être faites doit être nettoyée par attaque ionique (par exemple par pulvérisation avec des ions de gaz noble ayant une énergie inférieure à 3 keV). La dose d'ions doit être suffisante pour réduire les intensités de tout pic de contaminant à moins de 2 % du pic métallique le plus intense dans un spectre d'étude d'AES ou de XPS. Typiquement, une dose d'ions d'argon d'environ $10 \mu\text{A}\cdot\text{min}\cdot\text{cm}^{-2}$ s'avère suffisante. Les contaminants les plus généralement observés sont l'oxygène et le carbone.

5.6 Fonctionnement de l'instrument

L'instrument d'AES ou de XPS doit être utilisé selon les instructions documentées du fabricant. Choisir les réglages pour le faisceau incident (l'énergie du faisceau et l'intensité du courant du faisceau pour l'AES, et la source de rayons X et la puissance de la source de rayons X pour la XPS). Choisir les réglages du spectromètre (par exemple le mode de fonctionnement de l'analyseur, l'énergie de passage de l'analyseur ou les réglages du potentiel retard, les ouvertures, les réglages de la lentille, les réglages du multiplicateur du détecteur) requis ou appropriés pour la détermination de la résolution latérale dont on a besoin. S'assurer que les taux de comptage pour le signal sélectionné sont dans la gamme de fonctionnement linéaire pour le détecteur et les systèmes électroniques associés [4].

5.7 Collecte des données

5.7.1 Collecte des données pour le procédé 1, le procédé 2 et le procédé 3

Un balayage linéaire doit être effectué dans une direction perpendiculaire au bord rectiligne de l'échantillon à bord rectiligne en utilisant le procédé 1, le procédé 2 ou le procédé 3 de 5.2. Le balayage linéaire doit être effectué selon les instructions du fabricant.

Le balayage linéaire doit débuter et finir par des positions d'analyse qui sont entièrement sur l'échantillon et entièrement hors de l'échantillon. Les distances par rapport aux positions de début ou de fin du bord rectiligne (jugées par la position à laquelle le signal est la moyenne des signaux aux positions de début et de fin) doivent être chacune au moins trois fois supérieures à la résolution latérale attendue pour la valeur du paramètre x (voir 5.8) à utiliser dans l'analyse des données. Cette condition assure qu'il y a une région adéquate d'intensité de signal pratiquement constante à chaque extrémité du balayage linéaire. Une région d'intensité de signal pratiquement constante à l'extrémité d'un balayage linéaire est désignée par le terme de «plateau». Le pas pour le balayage linéaire est au moins cinq fois plus petit que la résolution latérale attendue. Cette condition assure qu'un nombre approprié de mesures est fait dans la région où le bord rectiligne

1) Ce sont des exemples de produits appropriés disponibles sur le marché. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente Norme internationale et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif des produits ainsi désignés.