
**Analyse chimique des surfaces —
Spectrométrie de masse des ions
secondaires — Répétabilité et constance
de l'échelle des intensités relatives en
spectrométrie statique de masse des ions
secondaires**

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)
*Surface chemical analysis — Secondary-ion mass spectrometry —
Repeatability and constancy of the relative-intensity scale in static
secondary-ion mass spectrometry*

ISO 23830:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/56b40a1c-c0bd-4b9e-adcc-64d68bae3d54/iso-23830-2008>



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 23830:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/56b40a1c-c0bd-4b9e-adcc-64d68bae3d54/iso-23830-2008>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2008

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 Symboles et termes abrégés	1
3 Aperçu de la méthode	2
4 Méthode permettant de confirmer la répétabilité et la constance de l'échelle des intensités	4
4.1 Obtention de l'échantillon de référence	4
4.2 Préparation du montage de l'échantillon	4
4.3 Montage de l'échantillon	4
4.4 Choix des réglages du spectromètre pour lesquels la stabilité de l'intensité doit être déterminée	4
4.5 Fonctionnement de l'instrument	4
4.6 Mesurages de l'intensité et sa répétabilité	6
4.7 Calcul de la répétabilité des intensités	7
4.8 Mode opératoire de détermination régulière de la constance de l'échelle des intensités relatives	9
4.9 Étalonnage suivant	11
Annexe A (informative) Exemples de conditions de fonctionnement appropriées pour la SIMS statique	12
Bibliographie	13

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 23830 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 201, *Analyse chimique des surfaces*, sous-comité SC 6, *Spectrométrie de masse des ions secondaires*.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 23830:2008
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/56b40a1c-c0bd-4b9e-adcc-64d68bae3d54/iso-23830-2008>

Introduction

La spectrométrie statique de masse des ions secondaires (SIMS) est largement utilisée pour l'analyse des surfaces de matériaux complexes. La SIMS statique sert très souvent à identifier les matériaux au niveau des surfaces et à quantifier des mélanges, par exemple des mélanges de polymères fonctionnalisés en surface. La quantification est généralement obtenue en mesurant des intensités de pics relatives et en les comparant avec les pics appropriés de matériaux de référence. La répétabilité est importante pour ces mesurages afin de savoir si des variations observées sont significatives. La constance des intensités relatives est également importante afin d'établir une relation historique entre les travaux et les bases de données et de déterminer le comportement des instruments. De nombreux mesurages en SIMS statique sont destinés à identifier un matériau inconnu en sélectionnant un type parmi une bibliothèque de spectres. La répétabilité et la stabilité des instruments déterminent dans quelle mesure cela a du sens. Il y a deux contributions importantes des instruments à l'incertitude des mesurages d'intensité par SIMS statique traitées dans la présente Norme internationale, à savoir: (i) la répétabilité des mesurages de l'intensité relative des ions positifs et (ii) la dérive des intensités relatives des ions positifs dans le temps. Avec les ions négatifs, le contrôle du potentiel de surface des isolants n'est pas encore suffisamment efficace pour une bonne répétabilité. En conséquence, les ions négatifs ne sont pas inclus dans la présente Norme internationale, bien qu'il soit possible que le concept décrit puisse fonctionner pour les ions négatifs, si le problème de contrôle du potentiel de surface est résolu.

La répétabilité est importante pour l'analyse des tendances et des différences entre des échantillons similaires. Une mauvaise répétabilité peut conduire à la conclusion erronée que les échantillons sont sensiblement différents. Au niveau de l'instrument, certains éléments limitent la répétabilité des mesurages, entre autres, la stabilité de la source des ions, la stabilisation de la charge, les réglages du détecteur, la sensibilité de l'instrument au positionnement de l'échantillon, les paramètres d'acquisition des données et la méthode de traitement des données.

ISO 23830:2008

La présente Norme internationale décrit une méthode simple permettant de confirmer la répétabilité et la constance de l'échelle d'intensités relatives de l'instrument de façon à caractériser le comportement de ce dernier et à pouvoir entreprendre une action corrective, telle que l'amélioration de la méthode d'exploitation ou un nouveau réglage des paramètres de l'instrument. Il convient donc d'appliquer cette méthode à intervalles réguliers, méthode qui présentera un intérêt maximum si les données incluent une période pendant laquelle le fabricant ou un organisme compétent a vérifié que l'instrument fonctionne correctement. Cette méthode utilise un échantillon de poly(tétrafluoroéthylène), abrégé en PTFE, et s'applique aux spectromètres de SIMS statique avec stabilisation de la charge.

Cette méthode ne couvre pas la totalité des défauts éventuels des instruments, car les essais qui seraient nécessaires demanderaient beaucoup de temps et nécessiteraient à la fois des connaissances et un matériel de spécialiste. Cette méthode est toutefois conçue pour traiter le problème de base courant de répétabilité et de dérive des échelles d'intensités relatives des instruments de SIMS statique.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 23830:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/56b40a1c-c0bd-4b9e-adcc-64d68bae3d54/iso-23830-2008>

Analyse chimique des surfaces — Spectrométrie de masse des ions secondaires — Répétabilité et constance de l'échelle des intensités relatives en spectrométrie statique de masse des ions secondaires

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode permettant de confirmer la répétabilité et la constance de l'échelle des intensités relatives des ions positifs des spectromètres statiques de masse d'ions secondaires en vue d'une analyse générale. Elle ne s'applique qu'aux instruments qui comportent un canon à électrons pour la neutralisation de la charge. Elle n'est pas destinée à étalonner la fonction de réponse intensité/masse. Le fabricant de l'instrument ou un autre organisme peut procéder à cet étalonnage. La présente méthode fournit des données permettant de confirmer la constance des intensités relatives tout au long de l'utilisation de l'instrument. Elle donne des indications concernant certains réglages de l'instrument susceptibles d'avoir une incidence sur la constance.

iTeh STANDARD PREVIEW

2 Symboles et termes abrégés (standards.iteh.ai)

A_1	aire moyenne des pics combinés pour les pics de C_3F_3 et C_2F_5
A_2	aire moyenne des pics combinés pour les pics de C_7F_{13} et C_8F_{15}
A_3	aire moyenne des pics combinés pour les pics de $C_{14}F_{27}$ et $C_{15}F_{29}$
d	diamètre du faisceau (μm)
e	charge sur l'électron (C)
F	taux ou fréquence de répétition des impulsions (s^{-1}) (requis pour les système à temps de vol uniquement)
i	indice du i ème des 13 pics de masse
I_{ij}	matrice des intensités des pics pour le i ème pic de masse et le j ème spectre
\bar{I}_i	intensité moyenne des pics sur sept spectres
j	indice du j ème pic des sept spectres
J	fluence totale des ions ($\text{ions}\cdot\text{m}^{-2}$)
n	nombre de trames complètes
N_{ij}	matrice des intensités normalisées des pics pour le i ème pic de masse et le j ème spectre
p	nombre d'impulsions ioniques délivrées par pixel (requis pour les systèmes à temps de vol uniquement)

P_{ij}	matrice des intensités relatives des pics pour le i ème pic de masse et le j ème spectre
\bar{P}_j	intensité relative moyenne des pics sur neuf pics de masse pour le j ème spectre
q	courant de faisceau d'ions pulsé moyenné dans le temps (A) (requis pour les systèmes à temps de vol uniquement)
Q	courant de faisceau d'ions (A) (requis pour les systèmes autres que par impulsions ou pour certains systèmes à temps de vol)
r	répétabilité des intensités relatives
R	longueur du côté d'une trame carrée (μm)
SIMS	spectrométrie de masse des ions secondaires
T	durée totale d'acquisition du spectre (s)
ToF	temps de vol
u	masse unitaire atomique
$U_{95}(A_1/A_2)$	incertitude de A_1/A_2
$U_{95}(A_3/A_2)$	incertitude de A_3/A_2
w	largeur des impulsions (s)
X	nombre de pixels sur une ligne de la trame

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 23830:2008
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/56b40a1c-c0bd-4b9e-adcc-64d68bae3d54/iso-23830-2008>

3 Aperçu de la méthode

Un aperçu de la méthode est donné ici pour permettre de comprendre dans son contexte le mode opératoire détaillé, présenté à l'Article 4. Pour évaluer un spectromètre de SIMS statique en appliquant ce mode opératoire, se procurer une bobine neuve de bande de PTFE, du type utilisé en plomberie domestique, afin de mesurer les intensités des pics de masse de SIMS sélectionnés en ayant procédé aux réglages appropriés de l'instrument. Ce matériau est choisi car il est facilement disponible, présente une faible contamination de la surface et a été bien caractérisé par la SIMS statique comme ayant une uniformité de surface permettant d'obtenir d'excellents niveaux de répétabilité. Les pics sont choisis car ils ne présentent pas d'interférences de masse et le mode opératoire est donc adapté à des instruments ayant une résolution en masse élevée et faible.

Les étapes initiales d'obtention de l'échantillon et de réglage de l'instrument sont décrites de 4.1 à 4.5 et présentées sur le diagramme de la Figure 1 qui reprend les titres des paragraphes correspondants.

En 4.6, les spectres de masse sont acquis en une séquence répétée sept fois. Ces données fournissent les écarts-types de répétabilité des intensités des pics. Ces répétabilités sont liées à la stabilité de la source des ions, à la charge à la surface de l'échantillon, au détecteur du spectromètre et aux fournitures électroniques, ainsi qu'à la sensibilité de l'intensité de pic mesurée par rapport à la position de l'échantillon et au bruit statistique dans le pic. La méthode définit les conditions garantissant que le bruit statistique des intensités mesurées est relativement faible. La valeur de l'écart-type de répétabilité peut dépendre du mode opératoire de positionnement de l'échantillon. En 4.6.1, l'application d'un mode opératoire cohérent de positionnement de l'échantillon est nécessaire et l'étalonnage final n'est valable que pour les échantillons positionnés en utilisant ce mode opératoire de positionnement.

En SIMS statique, les intensités relatives des pics sont, d'une manière générale, plus importantes que les intensités absolues pour l'identification du matériau. Dans cette méthode, le domaine d'application est donc limité à la détermination de la constance des intensités relatives. Ces déterminations sont présentées en 4.7 et leur calcul est défini en 4.8, comme le montre le diagramme de la Figure 1.

En pratique, la réponse intensité/masse des spectromètres peut varier sensiblement en fonction de l'utilisation de l'instrument et notamment entre les divers opérateurs d'un même instrument. Il peut donc s'avérer utile pour chaque analyste d'appliquer ce mode opératoire. L'intervalle entre les évaluations répétées est donné en 4.9. Il est impératif de faire fonctionner l'instrument en mettant en œuvre un mode opératoire documenté afin de contribuer à limiter autant que possible les variations de réponse spectrale.

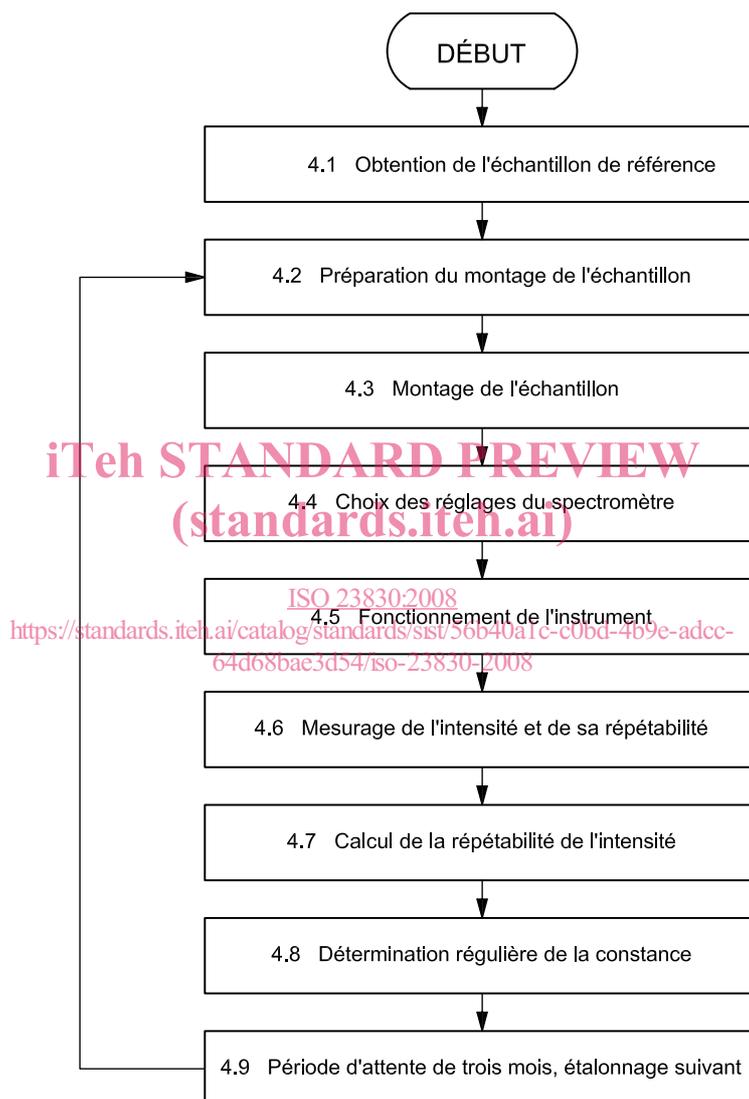


Figure 1 — Diagramme de la succession des opérations de la méthode
(Les numéros des paragraphes sont indiqués avec les éléments en vue d'une référence croisée avec le corps du texte.)

4 Méthode permettant de confirmer la répétabilité et la constance de l'échelle des intensités

4.1 Obtention de l'échantillon de référence

Pour l'étalonnage des spectromètres de SIMS statique, se procurer une bobine neuve de bande de PTFE, du type utilisé pour la plomberie domestique. Étiqueter cette bobine et la conserver avec les échantillons de référence en vue des contrôles ultérieurs en 4.9.

NOTE Le PTFE se présente généralement sous la forme d'une bobine d'une bande de 12 m de long et 12 mm de large et d'environ 0,075 mm d'épaisseur.

4.2 Préparation du montage de l'échantillon

Les échantillons doivent être manipulés uniquement avec des pinces métalliques propres, tenues en portant des gants en polyéthylène sans poudre. Les gants en vinyle, souvent utilisés dans les salles propres, sont revêtus d'un agent de démoulage provenant du moulage et ne doivent pas être utilisés. L'agent de démoulage est très mobile et contamine rapidement les échantillons. Il en résulte une mauvaise répétabilité des mesurages et une mauvaise qualité des données.

4.3 Montage de l'échantillon

Retirer et mettre au rebut les premiers 20 cm de matériau prélevé sur la bobine obtenue en 4.1, puis découper des échantillons correctement dimensionnés sur le reste du matériau à l'aide de ciseaux propres. Une fois la bobine déroulée, une nouvelle surface de PTFE est exposée et c'est cette surface qui est analysée. Ne pas nettoyer l'échantillon. Monter les échantillons sur le porte-échantillon afin d'obtenir une surface plane et régulière en appliquant une méthode de serrage ou de fixation mécanique. Ne pas utiliser de ruban adhésif. S'assurer que l'envers de l'échantillon est appliqué sur une surface conductrice, reliée électriquement au porte-échantillon. Le PTFE ne doit pas être placé sur un orifice.

NOTE La présence d'un orifice sous l'échantillon donne une mauvaise résolution en masse et une mauvaise répétabilité dans les systèmes qui utilisent des champs d'extraction élevés, tels que les systèmes à temps de vol et les systèmes à secteur magnétique.

Des mesurages répétés sont exigés ensuite en 4.9, à intervalles de trois mois maximum. À cet effet, un nouvel échantillon est nécessaire et, par souci d'homogénéité, il convient de le prélever sur la même bobine.

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

Choisir les réglages de fonctionnement pour les ions secondaires positifs du spectromètre pour lesquels la stabilité de l'intensité doit être déterminée. La méthode décrite de 4.5 à 4.9 doit être répétée pour chaque source d'ions pour laquelle une confirmation est requise.

NOTE La répétabilité des intensités relatives varie en fonction de la combinaison des réglages effectués. D'une manière générale, la meilleure répétabilité sera obtenue en utilisant une acceptance énergétique de l'analyseur de masse égale ou supérieure à 50 eV.

4.5 Fonctionnement de l'instrument

4.5.1 Faire fonctionner l'instrument conformément aux instructions du fabricant ou aux instructions locales documentées. L'instrument doit s'être entièrement refroidi après tout étuvage. S'assurer que l'instrument fonctionne dans les limites des plages recommandées par le fabricant en ce qui concerne le courant du faisceau d'ions, les taux de comptage, la vitesse de balayage du spectromètre et tout autre paramètre spécifié par le fabricant. Vérifier que les réglages du multiplicateur du détecteur sont correctement effectués.

4.5.2 Centrer le faisceau d'ions dans la zone d'acceptance du spectromètre de masse. S'assurer que le diamètre de concentration du faisceau d'ions, d , est suffisamment défocalisé pour que

$$d > \frac{2R}{X} \quad (1)$$

pour une trame carrée ayant un côté de longueur R et où X est le nombre de pixels sur une ligne de la trame. Si l'on constate que le diamètre maximal du faisceau susceptible d'être obtenu dans l'instrument est trop petit pour être conforme à l'Équation (1), le nombre de pixels devra être augmenté ou la taille de la trame réduite.

4.5.3 Choisir les valeurs du courant de faisceau d'ions moyenné en fonction du temps, q , le temps total d'acquisition, T , et la taille de la trame, R , pour obtenir une fluence des ions, J , $< 1 \times 10^{16}$ ions·m⁻². J est donné par

$$J = \frac{qT}{eR^2} \quad (2)$$

Pour les instruments qui ne sont pas à impulsions, tels que les systèmes à secteur magnétique et les systèmes quadripolaires, utiliser l'Équation (2), mais en remplaçant le courant pulsé, q , par le courant non pulsé, Q .

Dans le cas de certains instruments à temps de vol, q n'est pas connu et le courant non pulsé, Q , est enregistré à la place, auquel cas

$$J = \frac{FQwT}{eR^2} \quad (3)$$

où

F est la fréquence des impulsions ioniques;
 w est la largeur des impulsions du faisceau d'ions (sans groupement de faisceaux d'impulsions).

EXEMPLE Un faisceau de 0,5 pA (soit le courant de faisceau pulsé d'un instrument à temps de vol, soit le courant d'un faisceau non pulsé dans le cas d'un instrument quadripolaire ou d'un instrument à secteur magnétique), ayant une trame carrée de 200 µm et un temps d'acquisition de 128 s, devrait être défocalisé à un diamètre supérieur à 3,1 µm, pour un affichage de pixels de 128 × 128. S'il peut seulement être défocalisé à 1 µm, il est nécessaire d'utiliser une matrice de pixels de 256 × 256 ou la fluence locale sur un pixel, donnée par la limite de 1×10^{16} ions·m⁻², sera dépassée de plus d'un facteur de 2.

Le temps total d'acquisition, T , est la durée totale d'impact du faisceau d'ions sur la surface de l'échantillon. Pour les systèmes à impulsions, cela englobe la durée totale du cycle et pas seulement la largeur de l'impulsion ionique à la surface. Certains instruments informatisés, notamment les instruments à temps de vol, consignent un «temps total» qui englobe le temps de traitement informatique lorsque le faisceau d'ions est masqué et un «temps d'acquisition» qui n'inclut pas la durée de traitement informatique supplémentaire. Dans ce cas, utiliser la valeur du «temps d'acquisition». Les termes utilisés dans les instruments du commerce peuvent ne pas correspondre aux termes utilisés ici.

4.5.4 Pour les instruments à secteur magnétique et les instruments quadripolaires, fonctionner en mode spectroscopie en utilisant une vitesse de balayage rapide (généralement les vitesses de balayage de la télévision) plutôt que la trame numérique utilisée pour la reproduction. S'il est nécessaire d'utiliser une trame numérique, prendre un temps d'acquisition permettant d'acquérir un nombre entier de trames, n , supérieur à 20, si possible.

Pour les systèmes à temps de vol, acquérir un nombre entier de trames, n , supérieur à 20, si possible. S'il n'est pas possible d'acquérir un nombre entier de trames, n , il convient de maintenir n supérieur à 20 pour garantir l'homogénéité de l'échantillonnage à la surface de la trame, à condition de procéder à l'analyse sur une surface uniforme de transmission du spectromètre. Si ce point est incertain, utiliser 100 trames. Cela