



PROJET DE NORME INTERNATIONALE ISO/DIS 18117

ISO/TC 201/SC 2

Secrétariat: ANSI

Début de vote:
2007-10-05

Vote clos le:
2008-03-05

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

Analyse chimique des surfaces — Manipulation des échantillons avant analyse

Surface chemical analysis — Handling of specimens prior to analysis

ICS 71.040.40

La présente version française de ce document correspond à la version anglaise qui a été distribuée précédemment, conformément aux dispositions de la Résolution du Conseil 15/1993.

Pour accélérer la distribution, le présent document est distribué tel qu'il est parvenu du secrétariat du comité. Le travail de rédaction et de composition de texte sera effectué au Secrétariat central de l'ISO au stade de publication.

To expedite distribution, this document is circulated as received from the committee secretariat. ISO Central Secretariat work of editing and text composition will be undertaken at publication stage.

CE DOCUMENT EST UN PROJET DIFFUSÉ POUR OBSERVATIONS ET APPROBATION. IL EST DONC SUSCEPTIBLE DE MODIFICATION ET NE PEUT ÊTRE CITÉ COMME NORME INTERNATIONALE AVANT SA PUBLICATION EN TANT QUE TELLE.

OUTRE LE FAIT D'ÊTRE EXAMINÉS POUR ÉTABLIR S'ILS SONT ACCEPTABLES À DES FINS INDUSTRIELLES, TECHNOLOGIQUES ET COMMERCIALES, AINSI QUE DU POINT DE VUE DES UTILISATEURS, LES PROJETS DE NORMES INTERNATIONALES DOIVENT PARFOIS ÊTRE CONSIDÉRÉS DU POINT DE VUE DE LEUR POSSIBILITÉ DE DEVENIR DES NORMES POUVANT SERVIR DE RÉFÉRENCE DANS LA RÉGLEMENTATION NATIONALE.

LES DESTINATAIRES DU PRÉSENT PROJET SONT INVITÉS À PRÉSENTER, AVEC LEURS OBSERVATIONS, NOTIFICATION DES DROITS DE PROPRIÉTÉ DONT ILS AURAIENT ÉVENTUELLEMENT CONNAISSANCE ET À FOURNIR UNE DOCUMENTATION EXPLICATIVE.

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)
Full standard:
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ad4771e0-a405-4b89-973d-73cb5adedf0e/iso-18117-2009>

Notice de droit d'auteur

Ce document de l'ISO est un projet de Norme internationale qui est protégé par les droits d'auteur de l'ISO. Sauf autorisé par les lois en matière de droits d'auteur du pays utilisateur, aucune partie de ce projet ISO ne peut être reproduite, enregistrée dans un système d'extraction ou transmise sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie, les enregistrements ou autres, sans autorisation écrite préalable.

Les demandes d'autorisation de reproduction doivent être envoyées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au 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

Toute reproduction est soumise au paiement de droits ou à un contrat de licence.

Les contrevenants pourront être poursuivis.

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
Introduction.....	v
1 Domaine d'application	1
2 Termes et définitions	1
3 Symboles et abréviations	1
4 Explication de la structure de cette norme	2
5 Exigences générales et classes d'échantillons	2
6 Facteurs ayant une influence sur les échantillons	4
6.1 Informations nécessaires à l'analyste	4
6.2 Historique	5
6.3 Échantillons précédemment examinés par d'autres techniques analytiques	5
6.4 Identification des échantillons	5
6.5 Précautions	5
7 Sources de contamination des échantillons lors de la manipulation	5
8 Stockage et transfert de l'échantillon	6
8.1 Stockage	6
8.1.1 Durée	6
8.1.2 Récipients	7
8.1.3 Température et humidité	7
8.2 Liste descriptive des récipients	7
9 Informations sur l'historique de l'échantillon	8
10 Formation du propriétaire sur les procédures adaptées pour manipuler l'échantillon	8
Bibliographie.....	9

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 18117 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 201, *Analyse chimique des surfaces*, sous-comité SC 2, *Modes opératoires généraux*.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
Full standard available on
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/18117-2007/a405-4b89-973d-73cb5adedcf0e/iso-18117-2007>

Introduction

La présente Norme internationale fournit à l'utilisateur des instructions pour manipuler les échantillons et les expédier à un analyste qui se chargera ensuite de l'analyse chimique de leurs surfaces. Bien qu'initialement conçues pour la spectroscopie des électrons Auger (AES), la spectroscopie de photoélectrons par rayons (XPS) et la spectroscopie de masse des ions secondaires (SIMS), ces méthodes sont également applicables à d'autres mesures analytiques sensibles aux surfaces. Les spectroscopies AES, XPS et SIMS sont sensibles à des couches de surface qui ont généralement une épaisseur de quelques nanomètres. Ces couches minces peuvent être sujettes à de sévères perturbations dues à une mauvaise manipulation de l'échantillon [1, 2]. Une manipulation et une préparation correctes des échantillons sont particulièrement critiques pour l'analyse, sous peine d'entraîner une altération de la composition de surface et des données non fiables.

La présente Norme internationale s'adresse aussi bien au propriétaire de l'échantillon, qu'à l'acheteur de services d'analyse ou à l'analyste des surfaces. Les procédures de manipulation optimale dépendent de l'échantillon en question et des informations requises. Ce document donne donc des exemples représentatifs de chaque type d'échantillon qu'un propriétaire et un analyste seront généralement amenés à rencontrer. Il est recommandé au fournisseur de contacter l'analyste dès que possible afin de lui communiquer les données historiques de l'échantillon, le problème spécifique à résoudre ou les informations requises, ainsi que pour connaître les procédures éventuellement exigées pour la préparation, la manipulation ou le transport de l'échantillon.

Cette norme ISO est basée sur la norme ASTM E 1829 [3] (reproduite avec l'autorisation de l'ASTM).

La présente Norme internationale peut être utilisée indépendamment de l'ISO 18116 [4] qui fournit à l'analyste des lignes directrices pour la préparation et le montage des échantillons destinés à l'analyse des surfaces.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Full standard:
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ad4771e0-a405-4b89-973d-73cb5adedf0e/iso-18117-2009>

Analyse chimique des surfaces — Manipulation des échantillons avant analyse

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale fournit des lignes directrices pour la manipulation et les récipients de stockage des échantillons avant l'analyse chimique des surfaces. Elle doit aider l'utilisateur des services d'analyse à comprendre les exigences de manipulation spéciales des techniques d'analyse chimique des surfaces, en particulier pour la spectroscopie des électrons Auger (AES), la spectroscopie de masse des ions secondaires (SIMS) et la spectroscopie de photoélectrons par rayons X (XPS ou ESCA). Les procédures exposées peuvent également être appliquées à d'autres techniques d'analyse (TXRF, par exemple) sensibles à la composition des surfaces. Dans certains cas, pour des échantillons spécifiques, des précautions supplémentaires pourront être requises.

2 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'ISO 18115 [5] s'appliquent.

3 Symboles et abréviations

AES	spectroscopie des électrons Auger
AFM	microscopie à force atomique
ESCA	spectroscopie d'électrons pour analyse chimique
PTFE	polytétrafluoroéthylène
MEB	microscopie électronique à balayage
SIMS	spectrométrie de masse des ions secondaires
TXRF	spectroscopie de fluorescence X à réflexion totale
XPS	spectroscopie de photoélectrons par rayons X

4 Explication de la structure de cette norme

L'Article 6 expose les facteurs ayant un impact sur la composition de la surface (historique et analyses antérieures de l'échantillon, par exemple) et dont il faut également tenir compte. Il convient de joindre la documentation relative à ces facteurs, en plus de l'échantillon soigneusement manipulé et emballé avant d'être soumis à analyse. L'Article 7 expose des recommandations spécifiques sur les procédures de manipulation qui permettent de minimiser la contamination de la surface de l'échantillon. Il expose également une série de procédures complémentaires fondées sur le maintien de niveaux de propreté croissants pendant la manipulation et le transfert des échantillons dans les récipients de stockage. L'Article 8 décrit différents récipients qui peuvent être utilisés dans différentes conditions, ainsi que les conditions de stockage de l'échantillon en fonction du temps, de l'humidité et de la température. Les Articles 9 et 10 soulignent que la manipulation des échantillons a un impact sur les informations obtenues à partir des mesures analytiques de surface, et que les propriétaires et les analystes auront tout intérêt à améliorer les conditions d'analyse en appliquant les procédures de manipulation prescrites.

5 Exigences générales et classes d'échantillons

5.1 Le degré de propreté exigé par les techniques analytiques sensibles à la surface est nettement plus élevé que pour de nombreuses autres formes d'analyse.

5.2 Les échantillons ne doivent jamais entrer en contact avec la main nue. Tout contact entre la surface à analyser et les outils de manipulation ou autres équipements doit être éliminé ou minimisé dans la mesure du possible.

5.3 Pour le transport des échantillons jusqu'à l'analyste, il faut utiliser un récipient qui n'entre pas directement en contact avec la surface à étudier.

5.4 L'analyse sera souvent réalisée sur l'échantillon tel quel, et la contamination de surface ou les adsorbants atmosphériques sont généralement laissés car ils constituent l'objet de l'étude. Lors de la manipulation de ces échantillons, il faut s'assurer qu'aucun élément, hormis l'air ou des gaz inertes propres, ne vienne en contact avec la surface à examiner. Il faut en particulier éviter tout contact entre la surface de l'échantillon et les solvants ou les solutions de nettoyage, les gaz (air comprimé ou vapeurs de solvant, par exemple), les métaux, les tissus ou autres matériaux d'emballage, les bandes, les vêtements, les outils, les matériaux de rembourrage ou les parois des récipients. Si ces précautions sont impossibles à respecter en raison de la taille de l'échantillon, plusieurs méthodes de substitution sont exposées aux paragraphes 8.2i, 8.2j et 8.2k pour la manipulation et le transport de cet échantillon.

5.5 Il peut parfois être nécessaire de prélever un sous-échantillon représentatif de l'échantillon initial. Compte tenu de l'information recherchée, il convient de choisir un sous-échantillon plus petit que l'échantillon initial car il existe souvent des inhomogénéités. Il est recommandé d'effectuer ce choix en concertation avec un analyste expérimenté. Pendant la procédure de coupe, il convient d'apporter un soin particulier afin d'éviter toute contamination de la surface à examiner (voir ISO 18116).

5.6 Une attention tout particulière doit être accordée aux échantillons contenant des toxines potentielles ou d'autres substances dangereuses. Dans la mesure du possible, il convient de joindre à l'échantillon des fiches de données sur les risques chimiques encourus.

5.7 La sévérité de l'exigence d'une manipulation soignée varie considérablement en fonction de l'état de la surface, de la profondeur de la surface contenant l'information à rechercher et du niveau de détection exigé pour le matériau en cours d'analyse. La liste suivante classe les échantillons par ordre décroissant de sensibilité à la manipulation. Cette liste est partiellement reproduite dans les colonnes 1 et 2 du Tableau 1.

- a) Échantillons réactifs où la surface réactive doit être analysée.
- b) Échantillons dont la surface contient des hydrocarbures, des films moléculaires ou des biomatériaux qui font l'objet de l'analyse.
- c) Échantillons incluant une couche de contamination qui fait l'objet de l'analyse.

- d) Échantillons ayant été exposés à l'atmosphère et à analyser tel quel.
- e) Échantillons contenant des adsorbants atmosphériques susceptibles d'interférer avec l'analyse.
- f) Échantillons incluant une couche de contamination (ou autre couche la plus externe) sans intérêt et qui sera retirée juste avant l'introduction dans la chambre d'analyse (traitement par solutions, abrasion, plasma, exposition à un rayonnement, etc.).
- g) Échantillons incluant une couche de contamination (ou autre couche la plus externe) sans intérêt et qui sera retirée dans la chambre d'analyse.
- h) Films minces qui seront déstratifiés par l'analyste avant l'introduction dans la chambre d'analyse.
- i) Échantillons qui seront fracturés ou préparés à l'extérieur de la chambre d'analyse, y compris les matériaux préparés sous atmosphère contrôlée.
- j) Films minces uniformes qui doivent être retirés par décapage ionique ou par grattage dans la chambre d'analyse afin d'exposer une couche ou une interface présentant un intérêt.
- k) Échantillons qui seront fracturés in situ.
- l) Matériaux massifs dans lesquels l'information recherchée concerne des propriétés de volume.

5.8 Information recherchée

Une analyse chimique des surfaces peut être réalisée sur une large palette d'échantillons et peut servir à obtenir des types d'information très variés sur les surfaces ou interfaces. Le niveau de soin à apporter dépend du type d'analyse exigé et de la nature du problème. L'information recherchée peut être classée dans l'une des trois catégories générales suivantes : (A) information nécessitant l'intégrité de la surface la plus externe ; (B) information dépendant de la profondeur (profil en profondeur) ou relative à une interface enterrée ; et (C) information nécessitant une préparation ultérieure de l'échantillon par l'analyste.

5.8.1 Les échantillons de type A doivent être analysés afin de déterminer la présence d'une contamination de surface, de revêtements organiques de surface, de biomatériaux, de taches de surface, de semi-conducteurs, de défauts d'adhérence, etc. Cette catégorie exige le plus grand soin en termes de préparation et d'emballage. Aucun élément ne doit entrer en contact avec la surface à analyser. Si certains éléments doivent être analysés avec une grande précision, il faut s'assurer, dans la mesure du possible, que ces éléments ne sont contenus dans aucun outil de manipulation, gant ou matériau du récipient. Les échantillons de type A apparaissent sur les deux premières lignes du Tableau 1.

5.8.2 L'analyse des échantillons de type B porte sur des films minces et épais, des couches individuelles ou multiples, des couches de contact métalliques sur des semi-conducteurs, des revêtements, des profils de dopage, ainsi que sur des propriétés chimiques et physiques au niveau d'une interface. Pour cette catégorie, les exigences relatives à l'emballage ne sont pas strictes, bien qu'il convienne également de veiller à ne pas contaminer l'échantillon. Dans cette catégorie, l'information recherchée est liée à une couche sous-jacente à la surface la plus externe et la contamination de la surface superficielle ne constitue pas un problème. La diffusion de surface peut toutefois jouer un rôle dans l'interprétation des résultats. Il convient de veiller à éviter les contaminations carbonées et particulaires de la surface qui peuvent dégrader la qualité des profils en profondeur. Les échantillons de type B apparaissent sur la troisième ligne du Tableau 1.

5.8.3 Les échantillons de type C doivent être préparés par l'analyste et incluent des échantillons à fracturer in-situ, à roder ou polir par des techniques métallurgiques, et des échantillons inclus dans un ensemble de plus grande taille. En général, ces échantillons doivent être mis en forme (pour la fracture, par exemple), modifiés chimiquement ou mécaniquement (comme pour le rodage) ou désassemblés. Peu de précautions spéciales sont exigées pour les échantillons à fracturer ou sur lesquels l'analyste effectuera une préparation complémentaire. Pour les échantillons inclus dans un ensemble ou sous-ensemble plus grand, il peut être préférable de laisser l'échantillon en place et de laisser l'analyste le retirer avant l'analyse. Néanmoins, il convient encore de veiller à ne pas contaminer l'échantillon. Les échantillons de type C apparaissent sur la quatrième (et dernière) ligne du Tableau 1.