

Première édition
2009-03-15

Version corrigée
2009-06-01

**Analyse chimique des surfaces —
Manipulation des échantillons avant
analyse**

Surface chemical analysis — Handling of specimens prior to analysis

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 18117:2009

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



Numéro de référence
ISO 18117:2009(F)

© ISO 2009

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 18117:2009

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



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2009

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 et définitions	1
4 Symboles et abréviations	1
5 Explication de la structure de la présente Norme internationale	2
6 Exigences générales et classes d'échantillons	2
7 Facteurs ayant une influence sur les échantillons	5
7.1 Informations relatives à l'échantillon nécessaires à l'analyste	5
7.2 Historique	5
7.3 Échantillons précédemment examinés par d'autres techniques analytiques	5
7.4 Identification des échantillons	5
7.5 Précautions	5
8 Sources de contamination des échantillons lors de la manipulation	5
9 Stockage et transfert de l'échantillon	7
9.1 Stockage	7
9.1.1 Durée	7
9.1.2 Récipients	7
9.1.3 Température et humidité	7
9.2 Liste descriptive des récipients	7
10 Informations sur l'historique de l'échantillon	8
11 Formation du propriétaire de l'échantillon 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, *Procédures générales*.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

La présente version corrigée de l'ISO 18117:2009 inclut les corrections suivantes:

- un alinéa supplémentaire a été ajouté au début de l'Article 5, [ISO 18117:2009](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ad4771e0-a405-4b89-973d-73cb5adedf0e/iso-18117-2009)
- le paragraphe 6.6 a été divisé en deux paragraphes, 6.6 et 6.7, et les paragraphes suivants ont été renumérotés en conséquence (de même que les références croisées aux paragraphes concernés ailleurs dans le texte);
- il a été précisé dans le Tableau 1 et en 9.2 que la bande de PTFE utilisée doit être neuve;
- un petit nombre de modifications rédactionnelles mineures ont été apportées.

Introduction

La présente Norme internationale fournit des instructions pour la manipulation et l'expédition à un analyste d'échantillons destinés à être soumis ensuite à une analyse chimique de surface. 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 (nm). 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, et le présent document donne des exemples représentatifs de chaque type d'échantillon qu'un propriétaire et un analyste seront généralement amenés à rencontrer. Il est recommandé au fournisseur d'échantillon 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.

La présente Norme internationale est basée sur la norme ASTM E1829-02, *Standard Guide for Handling Specimens Prior to Surface Analysis*, copyright ASTM, utilisée 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)

ISO 18117:2009

<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 relatives à la manipulation et aux récipients de stockage des échantillons avant l'analyse chimique des surfaces. Elle est destinée à aider l'utilisateur des services d'analyse des surfaces à comprendre les exigences de manipulation spéciales des techniques d'analyse chimique des surfaces, en particulier les suivantes: 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 protocoles présentés peuvent également être appliqués 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 peuvent être requises.

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).

ISO 18115, *Analyse chimique des surfaces — Vocabulaire*
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sis/ad4771e0-a405-4b89-973d-73cb5adedf0e/iso-18117-2009>

3 Termes et définitions

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

4 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

5 Explication de la structure de la présente Norme internationale

L'Article 6 fournit au propriétaire de l'échantillon des lignes directrices générales visant à minimiser la contamination de la surface de l'échantillon au cours de sa manipulation et de son transport. De plus, les types d'échantillons sont regroupés par catégories en fonction de la profondeur (zone d'analyse), par rapport à la surface de l'échantillon, à partir de laquelle les informations d'analyse sont demandées. Ainsi, une propreté accrue dans la manipulation et le transport de l'échantillon est requise lorsque la zone d'analyse approche la monocouche supérieure de la surface de l'échantillon. Le Tableau 1 spécifie ainsi, pour chaque catégorie d'échantillon, les méthodes de manipulation ainsi que les récipients d'échantillon nécessaires pour minimiser la contamination et pour fournir une qualité d'analyse optimale. Le Tableau 1 fait référence à des descriptions plus détaillées qui se trouvent dans des paragraphes suivants de la présente Norme internationale.

L'Article 7 expose les facteurs ayant un impact sur la composition de la surface, tels que l'historique et les analyses antérieures de l'échantillon, et dont il faut également tenir compte. Il convient de joindre la documentation relative à ces facteurs à l'échantillon soigneusement manipulé et emballé avant d'être soumis à analyse. L'Article 8 fournit des recommandations spécifiques concernant les procédures de manipulation qui permettent de minimiser la contamination de la surface de l'échantillon. Il fournit 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 9 décrit différents récipients pour échantillon 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 10 et 11 soulignent que la manipulation des échantillons a un impact sur les informations obtenues à partir des mesures analytiques de surface, et que les propriétaires d'échantillons et les analystes auront tout intérêt à améliorer les conditions d'analyse en appliquant les protocoles de manipulation prescrits.

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

6 Exigences générales et classes d'échantillons

6.1 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.

6.2 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 d'autres équipements doit être éliminé ou minimisé dans la mesure du possible.

6.3 Les échantillons doivent être transportés jusqu'à l'analyste dans un récipient qui n'entre pas directement en contact avec la surface à étudier.

6.4 L'analyse sera souvent réalisée sur l'échantillon tel quel; la contamination de surface ou les adsorbats atmosphériques sont généralement laissés car ils constituent l'objet de l'étude. Des précautions doivent être prises lors de la manipulation de ces échantillons afin de 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, d'autres méthodes pour la manipulation et le transport des échantillons sont exposées en 9.2 i), 9.2 j) et 9.2 k).

6.5 Il peut parfois être nécessaire de prélever un sous-échantillon représentatif de l'échantillon initial. Il convient de procéder à la sélection d'un plus petit échantillon à partir d'un échantillon plus grand en prenant en compte les informations recherchées 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 l'ISO 18116).

6.6 Une attention toute 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.

6.7 La sévérité de l'exigence d'une manipulation soignée varie considérablement en fonction de l'état de la surface, de la profondeur à laquelle se trouve l'information à rechercher par rapport à la surface 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, 2 et 3 du Tableau 1.

- a) Échantillons réactifs à l'endroit où la surface réactive est à analyser.
- b) Échantillons dont la surface contient des hydrocarbures, des films moléculaires ou des biomatériaux qui font l'objet de l'analyse.
- c) Échantillons avec une couche de contamination qui fait l'objet de l'analyse.
- d) Échantillons ayant été exposés à l'atmosphère et à analyser tels quels.
- e) Échantillons contenant des adsorbats atmosphériques susceptibles d'interférer avec l'analyse.
- f) Échantillons avec une couche de contamination (ou autre couche la plus externe) sans intérêt et qui sera éliminée juste avant l'introduction dans la chambre d'analyse (par exemple traitement par solutions, abrasion, plasma, exposition à un rayonnement, etc.).
- g) Échantillons avec une couche de contamination (ou autre couche la plus externe) sans intérêt et qui sera éliminée 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 à éliminer 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.

6.8 Information recherchée

6.8.1 Une analyse chimique des surfaces peut être réalisée sur une large gamme d'échantillons et peut servir à obtenir des types d'information très variés sur les surfaces ou les interfaces. Le niveau des précautions qui doivent être prises dépend du type d'analyse exigé et de la nature du problème. L'information recherchée peut habituellement être classée dans l'une des trois catégories générales suivantes nécessitant différents types d'échantillons:

- type A: information nécessitant l'intégrité de la surface la plus externe;
- type B: information dépendant de la profondeur (profil en profondeur) ou relative à une interface enterrée; et
- type C: information nécessitant une préparation ultérieure de l'échantillon par l'analyste.

6.8.2 Les échantillons de type A comprennent les échantillons à examiner concernant la présence d'une contamination de surface, de revêtements organiques de surface, de biomatériaux — sauf les organismes vivants (cellules, bactéries, etc.), 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 sont destinés à être analysés à des faibles niveaux, 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.

6.8.3 Les échantillons de type B comprennent les échantillons dont l'examen porte sur des films minces et épais, des couches individuelles ou multiples, des couches de contact métalliques sur des semi-conducteurs,