
**Analyse chimique des surfaces —
Spectroscopie des électrons Auger —
Indication des méthodes mises en œuvre
pour le contrôle et la correction de la
charge**

*Surface chemical analysis — Auger electron spectroscopy — Reporting
of methods used for charge control and charge correction*

(standards.iteh.ai)

[ISO 29081:2010](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c38d2f31-bff4-4fd2-82a8-0ed4667ae87d/iso-29081-2010)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c38d2f31-bff4-4fd2-82a8-0ed4667ae87d/iso-29081-2010>



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 29081:2010](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c38d2f31-bff4-4fd2-82a8-0ed4667ae87d/iso-29081-2010)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c38d2f31-bff4-4fd2-82a8-0ed4667ae87d/iso-29081-2010>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2010

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	v
Introduction.....	vi
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Symboles et termes abrégés.....	1
5 Appareillage	2
5.1 Technique du contrôle de charge.....	2
5.2 Appareillage spécial.....	2
5.3 Montage et préparation de l'échantillon.....	3
5.4 Étalonnage de l'instrument	3
6 Description des informations relatives au contrôle de charge	3
6.1 Méthodes de contrôle de charge	3
6.2 Raisons d'un recours au contrôle de charge et choix de la méthode	3
6.3 Informations concernant l'échantillon.....	3
6.3.1 Configuration de l'échantillon.....	3
6.3.2 Dimensions de l'échantillon.....	4
6.3.3 Méthodes de montage de l'échantillon	4
6.3.4 Traitement de l'échantillon avant ou au cours de l'analyse.....	4
6.4 Valeurs des paramètres expérimentaux.....	4
6.5 Informations concernant l'efficacité des méthodes de contrôle de charge.....	5
7 Description de la ou des méthodes utilisées pour la correction de charge et de la valeur de cette correction	5
7.1 Méthodes de correction de charge.....	5
7.2 Approche.....	5
7.3 Valeur de l'énergie de correction.....	5
Annexe A (informative) Description des méthodes de contrôle de charge en spectroscopie des électrons Auger	6
A.1 Introduction.....	6
A.2 Tableau hiérarchique des méthodes destinées à réduire l'effet de charge	7
A.3 Méthodes destinées à minimiser l'effet de charge au cours d'une analyse par AES	9
A.3.1 Introduction.....	9
A.3.2 Diminuer la résistivité de l'échantillon	10
A.3.3 Diminuer l'épaisseur de l'isolant (ou l'épaisseur efficace de l'isolant).....	10
A.3.4 Réduire la densité de courant, limiter la dose d'électrons primaires et utiliser des sources de courant supplémentaires	12
A.3.5 Optimiser le rendement total d'émission des électrons secondaires	13
A.4 Considérations relatives aux échantillons fortement non uniformes, aux fibres et aux particules et à l'utilisation du profilage en profondeur par pulvérisation	15
A.4.1 Introduction.....	15
A.4.2 Traiter les surfaces rugueuses, les particules, les fibres et les échantillons non uniformes.....	15
A.4.3 Profilage en profondeur par pulvérisation.....	16
A.5 Considérations générales concernant l'accumulation de charge au cours d'une analyse par AES.....	17
A.5.1 Introduction.....	17
A.5.2 Résistivité, capacitance, et potentiel de surface	17
A.5.3 Rendement total des électrons secondaires et potentiel de surface	19

A.5.4 Transport et accumulation de charge au-dessous de la surface, accumulation de charge en fonction du temps et endommagement de l'échantillon	22
Bibliographie	23

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 29081:2010](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c38d2f31-bff4-4fd2-82a8-0ed4667ae87d/iso-29081-2010)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c38d2f31-bff4-4fd2-82a8-0ed4667ae87d/iso-29081-2010>

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 29081 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 201, *Analyse chimique des surfaces*, sous-comité SC 5, *Spectroscopie des électrons Auger*.

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 29081:2010
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c38d2f31-bff4-4fd2-82a8-0ed4667ae87d/iso-29081-2010>

Introduction

La spectroscopie des électrons Auger (AES) est largement utilisée pour la caractérisation des surfaces des matériaux. Les éléments de l'échantillon (excepté l'hydrogène et l'hélium) sont identifiés sur la base de comparaisons des énergies de transition Auger déterminées à partir des spectres Auger mesurés, à l'aide d'un tableau de ces énergies pour les divers éléments. Bien que les électrons Auger soient observés pendant l'irradiation des échantillons par des rayons X (spectroscopie de photoélectrons par rayons X), l'AES, telle qu'elle est utilisée dans ce document, est associée à l'irradiation d'un échantillon par des électrons. Compte tenu du fait que le faisceau d'électrons incidents peut être focalisé en une zone de l'ordre de 10 nm, l'AES est un outil important de caractérisation de caractéristiques de surfaces de petite taille et de matériaux nanostructurés. Il est fréquemment possible d'obtenir des informations sur les éléments présents et parfois sur l'état chimique des éléments détectés, à partir de l'examen de la forme des raies et des énergies des pics (voir l'ISO/TR 18394^[43]). Une détermination fiable des éléments présents nécessite un étalonnage approprié de l'échelle d'énergie (tel que décrit dans l'ISO 17973 et l'ISO 17974).

Le potentiel de surface d'un échantillon isolant peut varier au cours d'une mesure d'AES en raison de l'accumulation de charge électrique à la surface et à proximité de la surface, et cette charge peut décaler l'énergie des électrons Auger, compliquant l'identification des éléments (et leur état chimique), particulièrement lorsqu'un potentiel de surface négatif déplace le spectre Auger au-delà de l'intervalle d'énergie sélectionné par l'analyseur d'électrons. L'accumulation du potentiel de surface peut également déplacer la position du faisceau d'électrons, décalant de ce fait la zone d'analyse sur l'échantillon ou même en dehors de l'échantillon analysé. Des variations similaires se produisent pour les métaux au cours d'une irradiation par des électrons s'ils ne sont pas reliés à la terre. Il en serait ainsi, par exemple, si de petites particules de métal étaient incorporées dans une matrice isolante. En fonction du rendement des électrons secondaires, le potentiel de surface peut se décaler positivement ou négativement. Dans certaines circonstances, ces deux décalages (énergie et position) créent un système de rétroaction instable rendant l'acquisition des spectres d'AES presque impossible. Outre les variations de l'énergie et de l'intensité du pic Auger, la composition à la surface de l'échantillon peut être modifiée (endommagement de l'échantillon) directement par le faisceau d'électrons incidents ou en raison de la diffusion induite par un champ électrique lorsqu'un champ est installé dans la zone de surface de l'échantillon. De nombreuses méthodes et approches ont été développées pour contrôler et minimiser les effets de charge en AES. L'application d'une méthode particulière peut dépendre fortement des caractéristiques de l'instrument utilisé, de la taille et de la forme de l'échantillon examiné, de la morphologie et de la composition de l'échantillon, et des informations à recueillir. Bien que l'accumulation de charge de surface puisse compliquer l'analyse, elle peut également être utilisée de façon créative dans certaines circonstances en tant qu'outil pour obtenir des informations sur l'échantillon.

La quantité de charge induite à proximité de la surface, sa distribution à travers la surface de l'échantillon, et sa dépendance vis-à-vis des conditions expérimentales sont déterminées par de nombreux facteurs, comprenant les facteurs relatifs à l'échantillon et aux caractéristiques du spectromètre. L'accumulation de charge est un phénomène tridimensionnel bien étudié^[1] qui se produit le long de la surface de l'échantillon et au sein du matériau. L'accumulation de charge peut également se produire au niveau des frontières de phase ou des zones d'interface dans la profondeur d'un échantillon qui est irradié par des électrons. Certains échantillons subissent des variations en fonction du temps de l'accumulation de charge dues à un piégeage de charge, des variations chimiques, ou à une diffusion ou une volatilisation des composants induite par chauffage ou par des électrons incidents ou secondaires. De tels échantillons peuvent ne jamais atteindre des potentiels à l'état d'équilibre.

Il n'existe actuellement aucune méthode ou ensemble de méthodes universellement applicables pour le contrôle de charge ou la correction de charge en AES^{[2],[3]}. La présente Norme internationale spécifie les informations qui doivent être fournies pour documenter la méthode de contrôle de charge pendant l'acquisition des données et/ou la méthode de correction de charge au cours de l'analyse des données d'échantillons isolants. Des informations sont fournies dans l'Annexe A sur les méthodes courantes de contrôle de charge qui peuvent être utiles pour de nombreuses applications. La méthode particulière de contrôle de charge qui peut être choisie en pratique dépend du type d'échantillon (par exemple s'il s'agit d'une poudre, d'un film mince, ou d'un échantillon épais), des caractéristiques de l'instrumentation, de la taille de l'échantillon et de la

mesure dans laquelle la surface de l'échantillon peut être modifiée par un mode opératoire particulier. Pour aider l'analyste, un tableau récapitulatif liste les méthodes courantes de contrôle de charge suivant un ordre approximatif de simplicité d'application.

La présente Norme internationale s'intéresse à deux domaines principaux d'application. En premier lieu, elle identifie les informations sur les méthodes de contrôle de charge et/ou de correction de charge à inclure dans les descriptifs des mesures d'AES (par exemple d'un analyste à un client ou dans des publications) afin d'évaluer et de reproduire les données sur des matériaux isolants et de s'assurer que des mesures sur des matériaux similaires peuvent être comparées de façon significative. En second lieu, le respect de la Norme internationale permettra aux autres analystes d'utiliser en toute confiance les spectres d'AES publiés.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 29081:2010](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c38d2f31-bff4-4fd2-82a8-0ed4667ae87d/iso-29081-2010)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c38d2f31-bff4-4fd2-82a8-0ed4667ae87d/iso-29081-2010>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 29081:2010

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c38d2f31-bff4-4fd2-82a8-0ed4667ae87d/iso-29081-2010>

Analyse chimique des surfaces — Spectroscopie des électrons Auger — Indication des méthodes mises en œuvre pour le contrôle et la correction de la charge

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie la quantité minimale d'informations requise pour décrire les méthodes de contrôle de charge dans les mesures des transitions d'électrons Auger à partir d'échantillons isolants par spectroscopie des électrons Auger stimulée par des électrons et à consigner avec les résultats analytiques. Les informations sur les méthodes qui se sont avérées utiles pour le contrôle de charge avant ou au cours de l'analyse par AES sont fournies en Annexe A. L'annexe contient également un tableau récapitulatif des méthodes ou des approches, classées par simplicité d'approche. Certaines méthodes sont applicables à la plupart des instruments, d'autres nécessitent un matériel spécial, d'autres peuvent impliquer de remonter l'échantillon ou de changer d'échantillon. Une Norme internationale analogue a été publiée pour la spectroscopie de photoélectrons par rayons X (ISO 19318^[44]).

iTeh STANDARD PREVIEW

2 Références normatives (standards.iteh.ai)

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 17973, *Analyse chimique des surfaces — Spectromètres d'électrons Auger à résolution moyenne — Étalonnage des échelles d'énergie pour l'analyse élémentaire*

ISO 17974, *Analyse chimique des surfaces — Spectromètres d'électrons Auger à haute résolution — Étalonnage des échelles d'énergie pour l'analyse élémentaire et de l'état chimique*

ISO 18115, *Analyse chimique des surfaces — Vocabulaire*

3 Termes et définitions

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

4 Symboles et termes abrégés

AES spectroscopie des électrons Auger

E_p énergie des électrons primaires, en keV

$E_{p(max)}$ énergie à laquelle le TSEEY est maximal

E_{p1}^0 énergie à laquelle le rendement d'émission des électrons secondaires devient supérieur à 1

E_{p2}^0 énergie à laquelle le rendement d'émission des électrons secondaires devient inférieur à 1

E_{p2}^c	énergie à laquelle la gamme des électrons incidents est approximativement égale à la profondeur d'échappement maximale des électrons secondaires
FIB	faisceau d'ions focalisés
FWHM	largeur à mi-hauteur, en eV
I_p	courant d'électrons primaires
I_s	courant d'électrons secondaires
j_p	densité de courant du faisceau d'électrons primaires à la surface de l'échantillon
KE_{corr}	énergie cinétique corrigée, en eV
KE_{meas}	énergie cinétique mesurée, en eV
KE_{ref}	énergie cinétique de référence, en eV
N	indice de charge
R	gamme des électrons primaires
MEB	microscopie électronique à balayage
t	temps d'irradiation par des électrons
TSEFY	rendement total d'émission des électrons secondaires
U_s	potentiel de surface
V_e	volume d'interaction des électrons
z	épaisseur de l'échantillon
ρ	résistivité électrique de l'échantillon
σ	rendement total des électrons secondaires
θ	angle d'incidence du faisceau d'électrons primaires sur l'échantillon par rapport à la normale à la surface, en degrés
Δ_{corr}	énergie de correction, à ajouter aux énergies des électrons Auger mesurées pour la correction de charge, en eV

iTeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 29081:2010
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c38d2f31-bff4-4fd2-82a8-0ed4667ae87d/iso-29081-2010>

5 Appareillage

5.1 Technique du contrôle de charge

Une ou plusieurs des techniques de contrôle de charge décrites en A.3 peuvent être utilisées dans la plupart des spectromètres d'AES. L'instrument d'AES doit être mis œuvre conformément aux indications du fabricant ou à d'autres procédures documentées.

5.2 Appareillage spécial

Certaines des techniques décrites en A.3 nécessitent des appareillages spéciaux, tels qu'une source d'ions de basse énergie ou un appareil de métallisation à l'or. Certains des articles référencés peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle détenus par des fournisseurs spécifiques. Leur mention est donnée ici pour des raisons pratiques et n'implique pas leur approbation par l'ISO ou un comité membre.

5.3 Montage et préparation de l'échantillon

Certaines méthodes de montage de l'échantillon, telles que celles qui consistent à monter l'échantillon sous une fine grille de métal^{[3],[4]}, peuvent augmenter le contact électrique de l'échantillon avec le support de l'échantillon, ou réduire la quantité d'accumulation de charge de surface. Cette méthode et d'autres méthodes de montage de l'échantillon destinées à réduire la charge statique sont décrites en détail dans l'ISO 18116^[5] et l'ISO 18117^[42] (et dans l'ASTM E1078^[4] et l'ASTM E1829^[6]).

5.4 Étalonnage de l'instrument

L'échelle d'énergie cinétique du spectromètre d'électrons Auger doit être étalonnée à l'aide de l'ISO 17973 ou de l'ISO 17974 ou d'une autre méthode documentée avant d'utiliser la présente Norme internationale.

6 Description des informations relatives au contrôle de charge

6.1 Méthodes de contrôle de charge

Plusieurs des méthodes utilisées couramment pour contrôler le potentiel de surface et pour minimiser l'effet de charge de surface sont décrites en A.3. Les informations concernant les raisons d'un contrôle de charge, le choix d'une méthode de contrôle de charge, et les conditions critiques de l'échantillon ainsi que les conditions expérimentales, telles que décrites en 6.2, 6.3, et 6.4, doivent être consignées (ou référencées) pour les différents échantillons ou les ensembles d'échantillons similaires.

6.2 Raisons d'un recours au contrôle de charge et choix de la méthode

Les raisons d'un recours au contrôle de charge et du choix d'une méthode particulière doivent être consignées.

ISO 29081:2010

EXEMPLE 1 L'échantillon était un film isolant déposé sur un substrat conducteur. En utilisant une énergie de faisceau d'électrons primaires supérieure à 10 keV, aucun effet de charge de l'échantillon n'a été observé.

EXEMPLE 2 Une expérience avec des échantillons similaires a indiqué que l'effet de charge était probable. Pour minimiser l'effet de charge, les échantillons ont été montés sous une fenêtre conductrice et des énergies de faisceau inférieures à 3 keV ont été utilisées. Le courant a été ajusté jusqu'à ce que les spectres d'AES obtenus soient reproductibles et stables.

EXEMPLE 3 Les spectres enregistrés initialement sans aucun contrôle de charge ont montré un décalage et un élargissement des pics. Le placement d'une grille à maille fine reliée à la terre au-dessus de l'échantillon a minimisé ces problèmes. Des analyses répétées ont montré que des variations de la composition de l'échantillon dues à une accumulation de charge étaient inférieures à 10% si la dose totale d'électrons était inférieure à 1 000 C/m².

Si les composants utilisés pour le contrôle de charge ne sont pas standards pour l'instrument d'AES, les informations concernant le fabricant ou les caractéristiques de conception correspondantes doivent être fournies ou référencées.

NOTE Un échantillon n'a pas besoin d'être un bon conducteur pour qu'une analyse par AES de routine soit effectuée sans problèmes d'effet de charge. Bien qu'il soit important d'être conscient des problèmes éventuels d'effet de charge, la vérification expérimentale de leur présence est utile avant qu'un effort important soit produit pour minimiser les difficultés possibles.

6.3 Informations concernant l'échantillon

6.3.1 Configuration de l'échantillon

La configuration de l'échantillon doit être décrite. La nature physique, l'origine, la méthode de préparation et la structure de l'échantillon peuvent influencer le comportement d'effet de charge^{[1],[2],[3]}.

EXEMPLE 1 Poudre.

EXEMPLE 2 Film mince coulé par centrifugation sur du silicium.

EXEMPLE 3 Échantillon minéral macroscopique.

6.3.2 Dimensions de l'échantillon

La taille, la forme et la rugosité de surface d'un échantillon peuvent avoir un effet significatif sur l'ampleur de l'effet de charge de l'échantillon. La forme de l'échantillon doit être décrite ainsi que les valeurs approximatives des dimensions de l'échantillon ou de toutes caractéristiques pertinentes de l'échantillon (par exemple les diamètres des particules, la rugosité de surface).

6.3.3 Méthodes de montage de l'échantillon

Le montage de l'échantillon et la mise en contact de l'échantillon avec le support peuvent affecter de manière significative l'effet de charge^[1]. La méthode suivant laquelle un échantillon est monté, y compris les informations concernant les méthodes spéciales utilisées pour augmenter la conductivité ou pour isoler un échantillon de la terre, doivent être décrites.

EXEMPLE 1 Échantillon pulvérulent compressé en une feuille, qui est fixé au support de l'échantillon à l'aide d'une bande conductrice.

EXEMPLE 2 1 ml de solution contenant des nanoparticules a été déposé sur un substrat de silicium et séché avant l'analyse.

EXEMPLE 3 Échantillon maintenu sur le support en utilisant une bande adhésive conductrice (le fabricant et le type de bande étant indiqués).

EXEMPLE 4 Échantillon corrodé maintenu sur le support de l'échantillon à l'aide d'une vis métallique.

EXEMPLE 5 Échantillon minéral et fenêtre conductrice montés en utilisant une vis métallique.

EXEMPLE 6 Échantillon monté avec le faisceau d'électrons primaires à incidence rasante sur la surface de l'échantillon.

6.3.4 Traitement de l'échantillon avant ou au cours de l'analyse

Tout traitement de l'échantillon avant ou au cours de l'analyse, y compris tout traitement physique ou chimique qui peut affecter l'effet de charge de l'échantillon pendant les mesures d'AES, doit être décrit.

NOTE Un tel traitement de l'échantillon peut modifier la composition de la surface aussi bien que la conductivité électrique, et par conséquent l'effet de charge de la zone de surface.

6.4 Valeurs des paramètres expérimentaux

Les valeurs des paramètres utilisés pour des mesures d'AES et le contrôle de charge comprenant les paramètres du faisceau (énergie, courant incident nominal, taille du faisceau, aire du balayage sur l'échantillon, angle d'incidence sur l'échantillon), le temps d'irradiation de l'échantillon pendant le réglage et les mesures d'AES, et les paramètres de fonctionnement des éléments auxiliaires tels qu'un canon à ions de basse énergie doivent être enregistrés (ou référencés).

EXEMPLE Un faisceau d'électrons focalisés ayant une énergie de 10 keV et un courant de 1 nA à un angle d'incidence de 45° par rapport à la normale de l'échantillon, balayé sur une surface de 200 nm par 200 nm, a été utilisé pour l'analyse.