
**Analyse chimique des surfaces —
Spectroscopie de photoélectrons par
rayons X — Lignes directrices pour
l'analyse**

*Surface chemical analysis — X-ray photoelectron spectroscopy —
Guidelines for analysis*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 10810:2010

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/da2cf48c-dc56-4c87-9d27-517677c6935c/iso-10810-2010>



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 10810:2010

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/da2cf48c-dc56-4c87-9d27-517677c6935c/iso-10810-2010>



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	iv
Introduction.....	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Symboles et abréviations	1
5 Aperçu de l'analyse d'un échantillon	2
6 Caractérisation de l'échantillon	4
6.1 Généralités	4
6.2 Formes d'échantillon	5
6.3 Types de matériau	6
6.4 Manipulation et montage de l'échantillon	7
6.5 Traitements de l'échantillon	7
7 Caractérisation de l'instrument ^[8]	8
7.1 Généralités	8
7.2 Vérifications de l'instrument	8
7.3 Étalonnage de l'instrument	9
7.4 Réglage de l'instrument	16
8 Spectre large	16
8.1 Acquisition des données	16
8.2 Analyse des données	18
9 Spectre haute résolution	19
9.1 Généralités	19
9.2 Acquisition des données	19
9.3 Analyse des données	19
10 Rapport d'essai	24
Bibliographie.....	26

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 10810 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 201, *Analyse chimique des surfaces*, sous-comité SC 7, *Spectroscopie de photo-électrons*. (standards.iteh.ai)

ISO 10810:2010
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/da2cf48c-dc56-4c87-9d27-517677c6935c/iso-10810-2010>

Introduction

La spectroscopie de photoélectrons par rayons X (XPS) est utilisée intensivement pour l'analyse de surface des matériaux. Les éléments présents dans l'échantillon (excepté l'hydrogène et l'hélium) sont identifiés sur la base de comparaisons des énergies de liaison mesurées de leurs niveaux de cœur, à l'aide d'un tableau de ces énergies pour les différents éléments. Leurs états chimiques peuvent être déterminés à partir des déplacements des positions des pics et d'autres paramètres comparés aux données de cet élément dans son état élémentaire pur. Des informations sur les quantités de tels éléments peuvent être obtenues à partir des intensités mesurées des pics de photoélectrons. Le calcul des quantités des espèces chimiques constitutives présentes dans la couche superficielle étudiée peut alors être effectué à l'aide des formules et des facteurs de sensibilité relatifs fournis par le fabricant du spectromètre ou à l'aide des facteurs de sensibilité relatifs mesurés localement et d'un logiciel approprié.

Les lignes directrices fournies dans le présent document ont pour but d'aider l'opérateur de spectromètres de photoélectrons par rayons X à obtenir des analyses efficaces et significatives à partir d'échantillons types.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 10810:2010](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/da2cf48c-dc56-4c87-9d27-517677c6935c/iso-10810-2010)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/da2cf48c-dc56-4c87-9d27-517677c6935c/iso-10810-2010>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 10810:2010

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/da2cf48c-dc56-4c87-9d27-517677c6935c/iso-10810-2010>

Analyse chimique des surfaces — Spectroscopie de photoélectrons par rayons X — Lignes directrices pour l'analyse

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale a pour but d'aider l'opérateur de spectromètres de photoélectrons par rayons X à analyser des échantillons types. Elle guide l'opérateur dans l'analyse depuis la manipulation de l'échantillon jusqu'à l'étalonnage et le réglage du spectromètre, l'acquisition de spectres larges ou de spectres haute résolution et donne des conseils sur la quantification et la préparation du rapport final.

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/CEI 17025, *Exigences générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais*

ISO 18115-1, *Analyse chimique des surfaces — Vocabulaire — Partie 1: Termes généraux et termes utilisés en spectroscopie*

[ISO 10810:2010](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/da2cf48c-dc56-4c87-9d27-517677c6935c/iso-10810-2010)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/da2cf48c-dc56-4c87-9d27-517677c6935c/iso-10810-2010>

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'ISO 18115-1 s'appliquent.

4 Symboles et abréviations

AES	spectroscopie des électrons Auger
ARXPS	spectroscopie de photoélectrons par rayons X angulaire
CCQM	comité consultatif pour la quantité de matière
CRM	matériau de référence certifié
EAL	longueur d'atténuation effective
FAT	fonction de transfert de l'analyseur fixé
FRR	facteur de retard fixé
FWHM	largeur à mi-hauteur
IERF	fonction de réponse intensité/énergie
NIST	National Institute of Standards and Technology
NPL	National Physical Laboratory

- RM matériau de référence
- RSD écart-type résiduel
- S/N rapport signal sur bruit
- XPS spectroscopie de photoélectrons par rayons X
- Δ_1 différence entre les énergies mesurées et les énergies de référence pour Au 4f_{7/2}
- Δ_4 différence entre les énergies mesurées et les énergies de référence pour Cu 2p_{3/2}

5 Aperçu de l'analyse d'un échantillon

La Figure 1 est un organigramme illustrant l'analyse d'un échantillon type par XPS. Il convient d'avoir recours à une consultation préliminaire avec le fournisseur de l'échantillon pour s'assurer que l'échantillon est fourni sous la forme la plus appropriée pour l'analyse. L'ISO 18117^[2] explique les aspects impliqués dans la manipulation préalable par le fournisseur et fournit des informations sur le contenant le plus approprié pour le transport. De ce fait, il convient que l'analyste identifie également tous les problèmes particuliers susceptibles de se produire. Le Tableau 1 donne une liste d'exemples de problèmes. Avant tout travail, il est recommandé à l'analyste de discuter avec le client pour réunir autant d'informations que possible en passant en revue les informations connues concernant l'échantillon et son historique. Outre les informations énumérées dans l'ISO 18117^[2], le Tableau 2 indique les informations qui aideront à décider de la manière d'effectuer l'analyse XPS. À la suite de ces discussions préliminaires, l'échantillon ou les échantillons peuvent nécessiter d'être préparé(s) pour permettre son (leur) montage dans le spectromètre et réduire, si possible, la durée de l'analyse ultérieure. L'ISO 18116^[1] fournit des détails pour ce faire. L'analyste est responsable de la caractérisation de l'instrument qui comprend l'étalonnage et la performance globale de l'instrument XPS. Des lignes directrices relatives à l'étalonnage de l'échelle d'énergie sont données dans l'ISO 15472^[14]. Des vérifications de l'échelle d'intensité sont données dans l'ISO 24237^[9] et l'ISO 21270^[18].

ISO 10810:2010

Une fois que l'échantillon a été monté dans le spectromètre et que le système a été pressurisé, l'acquisition des données peut commencer. Il convient de procéder dans un premier temps à l'acquisition d'un spectre large et ensuite de l'analyser en vue de déterminer les éléments présents. L'ISO 16243^[31] fournit des informations sur l'enregistrement et la notification des données en XPS. Le spectre large peut fournir des informations qualitatives et semi-quantitatives concernant la composition et la distribution en profondeur des espèces. Cela peut conduire à des informations suffisantes pour satisfaire le client et l'analyse peut être terminée. Cependant, dans la plupart des cas, des données supplémentaires sont requises et des spectres haute résolution seront enregistrés à partir de régions identifiées dans le spectre large. L'analyse de ces spectres haute résolution fournira des informations sur l'état chimique, des informations quantitatives plus précises et des informations en profondeur de la zone proche de la surface. Il convient de répéter ultérieurement dans l'étude l'acquisition d'un spectre large pour déterminer si une dégradation s'est produite (par exemple à cause de l'irradiation par les rayons X ou de réactions de surface avec les gaz présents dans la chambre à vide). À la suite de l'évaluation des données XPS, il convient que l'analyste élabore un rapport.

Tableau 1 — Problèmes susceptibles de se produire et normes ISO associées

Problème	Exemple	Norme ISO
Dégazage	Vapeur d'eau	ISO 18116
Dégradation	Polymères et substances organiques	
Effet de charge	Isolants	ISO 19318 ^[28]
Réduction	Oxydes	
Mobilité du contaminant	Chlore	
Confinement de l'échantillon	Poudres	ISO 18116
Topographie de surface	Fibres	

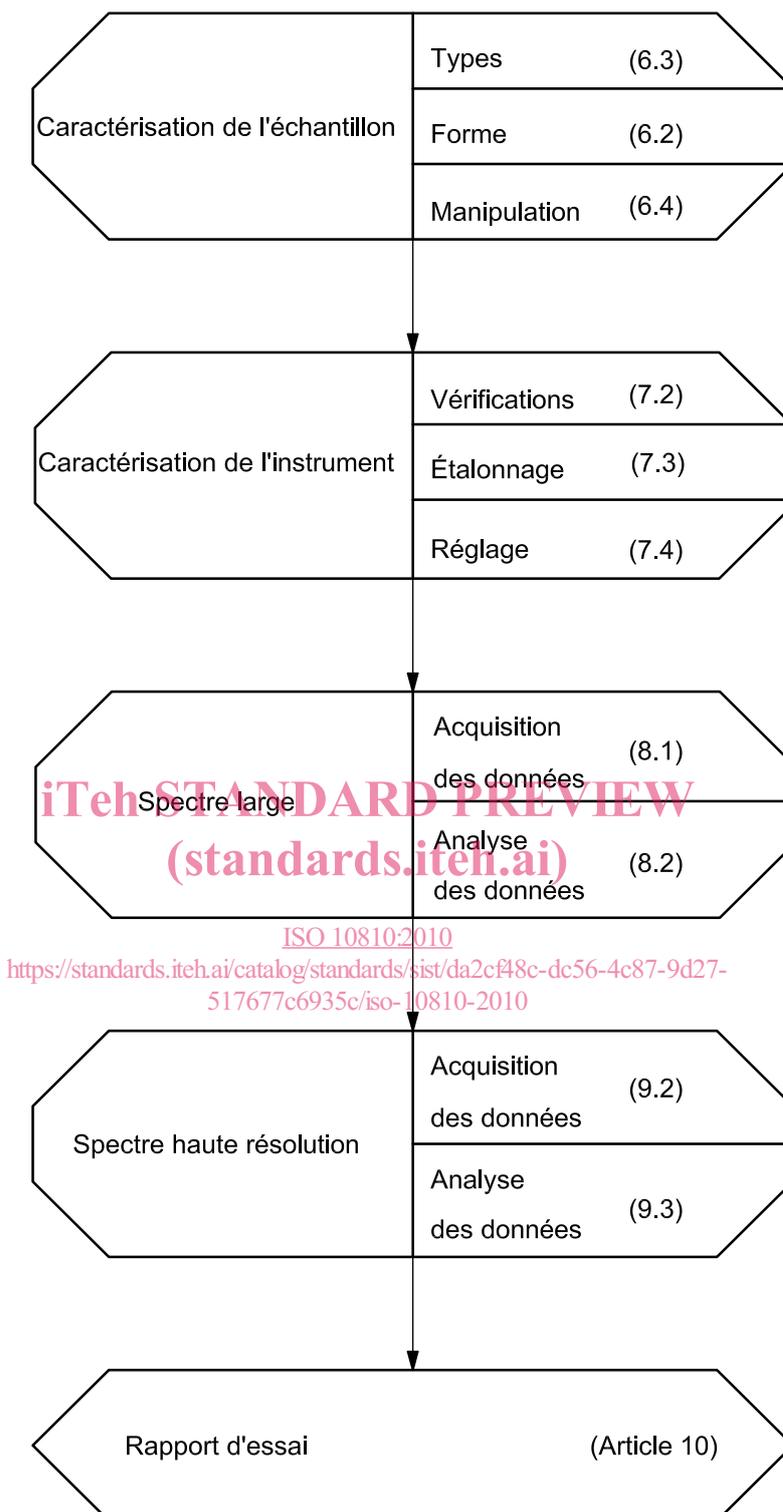


Figure 1 — Organigramme d'une analyse XPS

(Les nombres entre parenthèses indiquent les paragraphes respectifs dans la présente Norme internationale.)

Tableau 2 — Informations sur l'échantillon et historique

Informations sur l'échantillon et historique
Thermiques
Contamination
Composition possible
Ségrégation
Couche superficielle
Homogènes
Îlots

6 Caractérisation de l'échantillon

6.1 Généralités

La complexité des facteurs qui interagissent dans les analyses XPS résulte des nombreuses formes différentes de matériaux échantillons et des différents types de matériaux qui peuvent être rencontrés ainsi que les différentes expériences XPS qui pourraient être requises. Le Tableau 3 illustre les formes d'échantillon, les types de matériaux et les expériences XPS possibles ou les problèmes qui peuvent être rencontrés pour une revue ultérieure. Il convient que l'analyste tienne compte du fait que l'échantillon peut consister en des composants et des phases multiples, et que l'identification des composants et des phases présents (et leurs arrangements dans l'espace) peut constituer un aspect important d'une analyse XPS. Une autre complication réside dans le fait que les échantillons non conducteurs peuvent présenter un effet de charge.

(standards.iteh.ai)

Tableau 3 — Formes d'échantillon, types d'échantillon, traitements d'échantillon in situ et expériences XPS possibles

Formes d'échantillon	Types de matériaux	Traitements d'échantillon in situ	Expériences XPS
Couches adsorbées (6.2.3)	Alliage (6.3.2)	Refroidissement (6.5.2)	XPS angulaire
Échantillon amorphe	Biologique (6.3.9)	Dégradation	Aire d'analyse (petite)
Fibres (6.2.8)	Catalyseur (6.3.7)	Déposition de couches minces	Aire d'analyse (grande)
Films (6.2.3)	Céramique (6.3.6)	Exposition à des pressions de gaz élevées (6.5.5)	Profil en profondeur
Interface (6.2.4)	Composite	Fracture (6.5.3)	Imagerie
Interface interne (6.2.9)	Verre (6.3.8)	Chauffage (6.5.2)	Balayage linéaire
Liquide	Isolant (6.3.8)	Insertion dans des liquides (6.5.5)	
Échantillon multicouche (6.2.4)	Métal magnétique (6.3.5)	Bombardement ionique (6.5.4)	
Nanomatériau	Métal (6.3.2)	Grattage (6.5.3)	
Échantillon non poreux (6.2.5)	Élément non métallique (pur)		
Système modèle	Polymère (6.3.3)		
Polycristal	Semi-conducteur (6.3.4)		
Échantillon poreux (6.2.6)	Textile		
Poudre (6.2.7)			
Résidu (6.2.3)			
Couches ségrégées (6.2.3)			
Monocristal (6.2.2)			
Solide			
Textile (6.2.8)			
Contamination			

6.2 Formes d'échantillon

6.2.1 Généralités

La forme de l'échantillon à analyser dicte fortement les type d'approches expérimentales qui peuvent et nécessitent d'être utilisées.

6.2.2 Monocristal

Il convient que ce type d'échantillon ait une surface plane. Les analyses quantitatives seront généralement difficiles à cause des anisotropies des distributions angulaires des électrons photoémis dues à la diffraction des électrons ou aux effets de focalisation dans un plan différent^{[3][4]}. Ces anisotropies sont néanmoins utiles pour déterminer les propriétés structurales de l'échantillon.

6.2.3 Couches adsorbées ou ségréguées, films et résidus

En général, il convient qu'une analyse quantitative et des informations sur l'état chimique puissent être obtenues pour les couches adsorbées ou ségréguées, les films et les résidus^{[5][6]}. Cependant, si le substrat est un monocristal, les analyses quantitatives seront généralement difficiles mais les distributions angulaires des électrons photoémis peuvent fournir des informations structurales utiles^[3]. L'XPS angulaire (ARXPS), telle que décrite en 9.3.3, permet de déterminer l'épaisseur de la couche à condition que l'épaisseur de la couche ne dépasse pas environ trois fois la longueur d'atténuation effective (EAL) du pic du substrat. Cette détermination sera progressivement moins précise pour les films dont l'épaisseur est supérieure à une EAL.

6.2.4 Interfaces et échantillons multicouches

Il convient de noter que le profilage en profondeur par pulvérisation d'ions permet de déterminer la distribution en profondeur et l'épaisseur des couches conjointement avec une analyse semi-quantitative des couches, tel que décrit en 9.3.3.

ISO 10810:2010

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/da2cf48c-dc56-4c87-9d27-517677c6935c/iso-10810-2010>

6.2.5 Échantillon non poreux

517677c6935c/iso-10810-2010

Une analyse quantitative ainsi que des informations sur l'état chimique peuvent être obtenues.

6.2.6 Échantillon poreux

Seule une analyse semi-quantitative peut être possible car l'échantillon présente une surface rugueuse.

6.2.7 Poudre

Monter l'échantillon en le faisant pénétrer dans une matrice appropriée. Souvent, l'indium s'avère être suffisamment mou pour pouvoir accepter la poudre sans que des particules ne tombent. Ensuite, traiter l'échantillon composite en tant qu'échantillon poreux mais ne pas oublier de soustraire les pics de l'indium. Un adhésif double face chargé en carbone est également très convenable en tant que matériau de montage.

6.2.8 Fibres et textiles

Pour l'analyse des fibres, l'alignement des fibres par rapport à la source de rayons X peut constituer un facteur important. Le diamètre de la fibre par rapport au diamètre de l'aire d'analyse affectera également l'aptitude à quantifier les données. Si possible, monter plusieurs fibres en mèche pour accroître la surface. Cependant, une analyse quantitative ne sera généralement pas possible avec les systèmes logiciels de nombreux fabricants bien que des informations sur l'état chimique puissent être obtenues. Dans certaines conditions, il est possible d'analyser une monofibre au moyen d'un canon à ions coaxial pour effectuer un profil en profondeur par décapage ou, si la résolution spatiale est suffisante par rapport au diamètre de la fibre, une ARXPS peut être réalisée autour de la circonférence.

6.2.9 Interface interne

Une interface interne peut être analysée par ARXPS, tel que décrit en 9.3.3, sans perdre de vue la limite de profondeur d'environ trois fois la EAL discutée en 6.2.3. Pour analyser une interface interne fragile ou cassante observée à des profondeurs plus élevées, il est généralement nécessaire d'exposer dans un premier temps l'interface à un vide poussé en utilisant des systèmes de fracture, etc. Pour les autres interfaces internes, l'une des formes de profilage en profondeur décrites dans l'ISO/TR 15969^[21] peut s'avérer pertinente.

6.3 Types de matériau

6.3.1 Généralités

Pour certains matériaux, il peut être nécessaire de tenir compte des diverses conséquences d'une expérience XPS. Par exemple, des problèmes peuvent survenir lors de l'analyse d'échantillons magnétiques, radioactifs ou dégazant.

6.3.2 Métaux et alliages

Avec des échantillons de ce type, il convient que l'effet de charge de surface soit minimal, mais il peut y avoir un film d'oxyde de surface ainsi qu'un niveau élevé de contamination en carbone. En général, un traitement de surface ne devrait pas être nécessaire avant l'analyse. Cependant, dans de nombreux cas, une pulvérisation d'ions in situ est effectuée avant l'analyse pour éliminer toute surcouche d'oxyde/de contaminant.

6.3.3 Polymères

Il peut être difficile d'atteindre le vide souhaité avec ce type d'échantillon en raison du dégazage. Durant l'analyse, du carbone de contamination et éventuellement un effet de charge de l'échantillon et une dégradation de l'échantillon peuvent être observés. Il convient que les spectres contiennent des pics intenses de C, O et N, éventuellement aussi de F, Cl et S.

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

ISO 10810:2010

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/da2cf48c-dc56-4c87-9d27-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/da2cf48c-dc56-4c87-9d27-517677c6935c/iso-10810-2010)

[517677c6935c/iso-10810-2010](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/da2cf48c-dc56-4c87-9d27-517677c6935c/iso-10810-2010)

6.3.4 Semi-conducteurs

L'effet de charge de surface devrait être minimal avec ces échantillons et les niveaux de contamination en carbone devraient être faibles. Il faut cependant s'attendre à observer un oxyde de surface.

6.3.5 Matériaux magnétiques

Faire attention lors de la manipulation de matériaux magnétiques. Dans un premier temps, les démagnétiser si possible et les analyser avec la lentille magnétique à immersion déconnectée. Un échantillon magnétisé affecte la performance d'une lentille magnétique d'une façon qui dépend de l'énergie cinétique des électrons analysés. Un échantillon magnétisé peut également conduire à des modifications du spectre de mesure qui dépendent de l'énergie des électrons. Il faut s'attendre à ce que l'analyse soit similaire à celle des métaux et des alliages.

6.3.6 Céramiques

Les céramiques frittées ou poreuses peuvent dégazer et il peut être difficile de faire le vide à une pression suffisamment faible pour l'analyse XPS. Une pression seuil peut être fixée par le fabricant pour protéger la source de rayons X ou d'autres éléments instrumentaux. Un effet de charge de surface significatif peut être observé et on peut s'attendre à des niveaux modérés de contamination de surface en carbone.

6.3.7 Catalyseurs

Ces échantillons peuvent se comporter d'une façon similaire aux céramiques et il peut exister des questions de santé et de sécurité à prendre en considération lors de la manipulation.