

PROJET
FINAL

NORME
INTERNATIONALE

ISO/FDIS
23216

ISO/TC 107

Secrétariat: KATS

Début de vote:
2021-01-19

Vote clos le:
2021-03-16

Films à base de carbone — Détermination des propriétés optiques des films de carbone amorphe par ellipsométrie spectroscopique

*Carbon based films — Determination of optical properties of
amorphous carbon films by spectroscopic ellipsometry*
(standards.iteh.ai)

[ISO/FDIS 23216](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/57ace01c-28eb-47bf-85cc-c87ebdf1c1da/iso-fdis-23216)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/57ace01c-28eb-47bf-85cc-c87ebdf1c1da/iso-fdis-23216>

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.

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.



Numéro de référence
ISO/FDIS 23216:2021(F)

© ISO 2021

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/FDIS 23216

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/57ace01c-28eb-47bf-85cc-c87ebdf1c1da/iso-fdis-23216>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2021

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée 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 401 • Ch. de Blandonnet 8
CH-1214 Vernier, Genève
Tél.: +41 22 749 01 11
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 Préparation de l'éprouvette	1
5 Appareillage	2
6 Mode opératoire	2
6.1 Traitement de l'éprouvette avant l'essai.....	2
6.2 Préparation de l'essai.....	2
6.3 Conditions de réalisation de l'essai.....	2
6.4 Modèle optique pour l'analyse.....	3
6.5 Nombre de répétitions de l'essai.....	3
7 Classification des résultats de l'essai	3
8 Rapport d'essai	3
Annexe A (normative) Méthode de classification des films de carbone amorphe par les propriétés optiques	5
Bibliographie	7

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO/FDIS 23216](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/57ace01c-28eb-47bf-85cc-c87ebdf1c1da/iso-fdis-23216)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/57ace01c-28eb-47bf-85cc-c87ebdf1c1da/iso-fdis-23216>

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 (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

L'attention est attirée 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. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/patents).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la nature volontaire des normes, la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: www.iso.org/iso/fr/avant-propos.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 107, *Revêtements métalliques et autres revêtements inorganiques*.

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse www.iso.org/fr/members.html.

Introduction

Le présent document fournit une méthode de détermination et une classification des propriétés optiques des films de carbone amorphe par ellipsométrie spectroscopique.

Les films de carbone amorphe ont une structure constituée d'atomes de carbone sp^2 et sp^3 liés entre eux, et dans plusieurs cas également d'hydrogène. Ce sont des films de carbone de type graphite, de type polymère, de type vitreux et de type diamant. En raison de leurs propriétés mécaniques exceptionnelles, les films de carbone amorphe s'utilisent dans diverses applications de revêtement des métaux durs, par ex. les revêtements de protection contre l'usure et la corrosion sur les pièces automobiles. Les applications dans les domaines du biomédical et de l'optique sur des matériaux de substrats alternatifs tels que le silicium et le verre sont en plein essor. Actuellement, les films de carbone amorphe sont classés en différents types en fonction de leur structure chimique, et chaque type de film est choisi en fonction de l'application à laquelle il est destiné. Pour faciliter la classification des films de carbone amorphe, une mesure quantitative optique des phases très précise est fournie à la suite d'une comparaison internationale interlaboratoires.

Les propriétés optiques de l'indice de réfraction n et du coefficient d'extinction k , déterminées par ellipsométrie spectroscopique, sont les grandeurs clé pour la classification proposée des films de carbone amorphe. La comparaison inter-laboratoires a démontré qu'une classification dans le plan $n-k$ est possible pour tous les types de films de carbone amorphe. Cela sera utile pour l'identification du type de revêtement sur des matériaux de substrat alternatifs (tels que le silicium et le verre) et d'autres applications industrielles. En tant que méthode analytique rapide et non destructive, l'ellipsométrie spectroscopique peut également s'appliquer au contrôle de la qualité et au développement dans des applications industrielles étant donné que des matériaux de substrat lisses et bien définis sont utilisés et qu'une modélisation appropriée est appliquée.

Le présent document vise à établir des conditions d'essai par ellipsométrie recommandées ainsi que le schéma de classification du plan $n-k$ des films de carbone amorphe sur des plaquettes de silicium.

Le présent document est utile pour la classification complémentaire des propriétés optiques et pour le contrôle de la qualité des films de carbone amorphe.

Les films de carbone amorphe présentant une grande diversité de structure et de propriétés, il est crucial de choisir le type de film de carbone amorphe approprié pour exploiter au mieux leurs excellentes propriétés selon l'usage recherché. Les films à base de carbone sont donc caractérisés par ellipsométrie spectroscopique dans des conditions raisonnables. Cela permet la classification des films de carbone amorphe sur des plaquettes de silicium dans le plan $n-k$ permettant un processus d'identification.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/FDIS 23216

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/57ace01c-28eb-47bf-85cc-c87ebdf1c1da/iso-fdis-23216>

Films à base de carbone — Détermination des propriétés optiques des films de carbone amorphe par ellipsométrie spectroscopique

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie l'ellipsométrie spectroscopique pour la détermination des propriétés optiques (indice de réfraction n et coefficient d'extinction k) et la classification optique de différents types de films de carbone amorphe dans le plan n - k .

Il s'applique aux films de carbone amorphe déposés par évaporation ionisée, pulvérisation, dépôt par arc cathodique, dépôt chimique en phase vapeur assisté plasma (PAVCD), par filament chaud, et d'autres techniques.

Il ne s'applique pas aux films à base de carbone modifié avec des métaux ou du silicium, aux films de carbone amorphe qui ont un gradient de composition/propriété dans l'épaisseur, aux peintures et aux vernis.

2 Références normatives

Le présent document ne contient aucune référence normative.

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>

3.1

indice de réfraction

n

rapport de la vitesse du rayonnement électromagnétique dans le vide à la vitesse du rayonnement électromagnétique dans un milieu

3.2

coefficient d'extinction

k

quantité d'absorption du rayonnement électromagnétique dans un milieu (substance)

4 Préparation de l'éprouvette

Les films de carbone amorphe sur différents substrats peuvent faire l'objet d'essais si les substrats sont isotropes du point de vue optique et si des modèles optiques sont disponibles. Le substrat d'essai recommandé est une plaquette de silicium (Si) avec une surface miroir. Il peut s'utiliser comme substrat des films de carbone amorphe pour les essais selon les exigences. Les éprouvettes doivent être des films de carbone amorphe homogènes. L'épaisseur des films de carbone amorphe doit être comprise entre 0,02 μm et 5 μm .

Toutes les informations pertinentes sur les éprouvettes, telles que leurs dimensions, la finition de surface, le type de matériau, leur composition, microstructure et traitements, doivent être fournies.

5 Appareillage

5.1 Lampe halogène et LED bleue comme source lumineuse, qui doit avoir une bande spectrale plus large que l'intervalle 450 nm à 950 nm.

5.2 Détecteur, pour l'acquisition des données de mesurage ellipsométrique, qui doit avoir une bande spectrale plus large que l'intervalle 450 nm à 950 nm.

5.3 Spectromètre combiné à un tube photomultiplicateur (PMT)/dispositif à couplage de charge (CCD)/réseau de photodiodes (PDA), pour l'acquisition des données.

5.4 Logiciel, pour l'obtention des constantes optiques et l'épaisseur du film à partir des données de mesurage ellipsométriques.

5.5 Platine, pour la mise en place d'un échantillon.

5.6 Goniomètre, pour établir l'angle d'incidence à 70° ou à plusieurs valeurs d'angle.

5.7 Caméra, pour l'observation de la surface de l'échantillon et le positionnement de la surface plane.

6 Mode opératoire

6.1 Traitement de l'éprouvette avant l'essai

Laver les éprouvettes aux ultrasons dans un solvant organique très pur pendant au moins 10 minutes, avec la surface d'essai orientée vers le bas si l'éprouvette est en forme de disque. Sans les laisser sécher, il convient de rincer les éprouvettes dans un solvant organique très pur puis de les sécher pendant au moins 30 minutes dans une étuve à 120 °C. Le solvant organique peut être remplacé par d'autres solvants ou de l'eau désionisée du moment que les surfaces de l'éprouvette sont propres à la fin de la procédure. En attendant d'être utilisées, les éprouvettes doivent être rangées dans la même atmosphère que celle utilisée pour l'appareillage d'essai.

6.2 Préparation de l'essai

Placer l'éprouvette à mesurer sur le montage et l'installer de façon à ce qu'elle soit atteinte par le rayon lumineux. Régler la hauteur du montage de sorte que le signal soit aussi fort que possible pour être détecté.

6.3 Conditions de réalisation de l'essai

Les conditions recommandées pour la réalisation de l'essai sont indiquées ci-après mais celles-ci peuvent être modifiées pour s'adapter aux exigences spécifiques du processus de mesurage. Toutes les conditions de réalisation de l'essai doivent être décrites dans le rapport d'essai.

- a) Longueur d'onde lors du mesurage : 450 nm à 950 nm
- b) Angle d'incidence : 70°
- c) Taille du point : supérieure à 500 µm × 500 µm
- d) Durée du mesurage : 5 s.

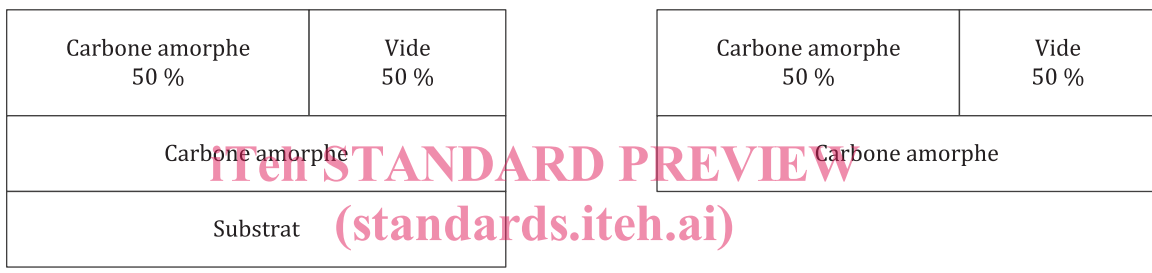
Le test fournit des données sur l'angle du rapport entre les amplitudes des lumières polarisées p et s réfléchies, et la différence de phase.

À partir des spectres de l'indice de réfraction et du coefficient d'extinction, il convient d'utiliser les valeurs les plus proches possibles de 550 nm pour la classification du carbone amorphe.

6.4 Modèle optique pour l'analyse

Pour la première couche de film de carbone amorphe, la formule de dispersion Tauc-Lorentz doit être utilisée. La deuxième couche montre une rugosité de surface sous la forme d'un mélange de carbone amorphe et de vides en utilisant le modèle de la théorie du milieu effectif selon l'approximation du milieu effectif (EMA) de Bruggeman.

Le modèle optique 1, illustré à la [Figure 1 a\)](#), doit être utilisé pour la première couche. Le modèle optique 2, illustré à la [Figure 1 b\)](#), doit être utilisé lorsque le carbone amorphe ne présente pas de transparence, ce qui signifie que la lumière n'atteint pas le substrat. Le substrat modèle doit être retiré. Pour appliquer le modèle optique correctement, le carbone amorphe doit être utilisé comme substrat modèle pour les calculs. La couche de rugosité de surface doit être analysée en utilisant l'EMA pour la première couche.



<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/57ace01c-28eb-476f-85cc-c87ebdf1c1da/iso-fdis-23216>
a) Modèle optique 1 **b) Modèle optique 2**

Figure 1 — Modèles optiques pour film de carbone amorphe

Exécuter la procédure de mesurage puis analyser les résultats et les données obtenues.

Les résultats de l'analyse des données indiquent l'épaisseur de la couche et la valeur optique (indice de réfraction n , coefficient d'extinction k).

6.5 Nombre de répétitions de l'essai

Répéter l'essai au moins trois fois dans les mêmes conditions d'essai.

7 Classification des résultats de l'essai

La structure interne des films de carbone amorphe doit être classée selon l'indice de réfraction et le coefficient d'extinction déterminés par ellipsométrie spectroscopique dans la longueur d'onde de 550 nm conformément à l'Annexe A.

8 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les informations suivantes :

- a) la référence au présent document, c'est-à-dire ISO 23216:— ;
- b) une description du ou des matériaux soumis à l'essai; la méthode de revêtement doit être décrite si elle est connue ;

ISO/FDIS 23216:2021(F)

- c) la spécification de l'appareillage d'essai ;
- d) les conditions de réalisation de l'essai ;
- e) pour chaque essai individuel :
 - 1) la température d'essai, l'humidité et leurs plages ;
 - 2) les dimensions de l'éprouvette ;
 - 3) le modèle optique appliqué pour le calcul ;
 - 4) l'indice de réfraction et le coefficient d'extinction du film de carbone amorphe dans une longueur d'onde de 550 nm à partir de la courbe calculée ;
 - 5) autres détails à noter, notamment en ce qui concerne l'état de l'essai et de l'éprouvette après l'essai ;
- f) la méthode utilisée ;
- g) tout écart par rapport au mode opératoire ;
- h) tout phénomène inhabituel observé ;
- i) la date de l'essai.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO/FDIS 23216](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/57ace01c-28eb-47bf-85cc-c87ebdf1c1da/iso-fdis-23216)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/57ace01c-28eb-47bf-85cc-c87ebdf1c1da/iso-fdis-23216>