
**Analyse chimique des surfaces —
Spectroscopie de photoélectrons par
rayons X — Répétabilité et constance de
l'échelle d'intensité**

*Surface chemical analysis — X-ray photoelectron spectroscopy —
Repeatability and constancy of intensity scale*

Sample Document

get full document from standards.iteh.ai



Numéro de référence
ISO 24237:2005(F)

© ISO 2005

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.

Sample Document

get full document from standards.iteh.ai

© ISO 2005

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 Symboles et abréviations	1
3 Aperçu de la méthode	2
4 Méthode d'évaluation de la répétabilité et de la constance de l'échelle d'intensité.....	3
4.1 Obtention de l'échantillon de référence	3
4.2 Montage de l'échantillon	4
4.3 Nettoyage de l'échantillon	4
4.4 Choix des réglages du spectromètre pour lesquels la stabilité de l'intensité doit être déterminée.....	4
4.5 Fonctionnement de l'instrument	5
4.6 Options pour les mesures d'évaluation initiales ou ultérieures	5
4.7 Mesures de l'intensité et de la répétabilité.....	5
4.8 Calcul des intensités des aires de pic, des rapports d'intensité et des incertitudes	6
4.9 Procédure d'évaluation régulière de la constance de l'échelle d'intensité	7
4.10 Évaluation suivante	8
Annexe A (informative) Exemple de calculs et de mesures de la répétabilité de l'intensité pour un spectromètre de photoélectrons par rayons X commercial utilisant des rayons X non monochromatiques de la raie $K\alpha$ du Mg.....	10
Bibliographie	13

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 24237 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 201, *Analyse chimique des surfaces*, sous-comité SC 7, *Spectroscopie de photo-électrons*.

Sample Document

get full document from standards.iteh.ai

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 avec des tabulations de ces énergies pour les différents éléments. Des informations sur les quantités de tels éléments peuvent être obtenues à partir des intensités mesurées des photoélectrons. Le calcul des quantités présentes peut alors être effectué en utilisant des formules et des facteurs de sensibilité relative fournis par le fabricant du spectromètre. Il est important que les facteurs de sensibilité soient appropriés à l'instrument et c'est généralement le cas directement après installation de l'équipement ou après étalonnage de la fonction de réponse intensité/énergie de l'instrument par un organisme approprié. Deux contributions instrumentales importantes à l'incertitude des mesures de l'intensité en XPS sont abordées dans la présente Norme internationale: (i) la répétabilité des mesures de l'intensité et (ii) la dérive des intensités en fonction du temps.

La répétabilité est importante pour analyser les tendances et les différences entre des échantillons similaires. Les problèmes instrumentaux qui limitent la répétabilité de la mesure comprennent la stabilité de la source de rayons X, les réglages du détecteur, la sensibilité de l'instrument au placement de l'échantillon, les paramètres d'acquisition des données et la procédure de traitement des données. La dérive de l'échelle d'intensité de l'instrument limite l'exactitude globale de toute interprétation quantitative et résulte d'effets tels que le vieillissement des composants de la structure du spectromètre, de son alimentation électronique et du détecteur. Il a été constaté que, dans les instruments XPS en service, la fonction de réponse intensité/énergie de l'instrument peut varier à mesure que l'instrument vieillit.

La présente Norme internationale décrit une méthode simple de détermination de la répétabilité et de la constance de l'échelle d'intensité de l'instrument de sorte que des mesures correctives, telles que le fait d'améliorer le mode opératoire, de rajuster les paramètres de l'instrument ou de réétalonner la fonction de réponse intensité/énergie, puissent être appliquées. Il convient donc d'effectuer cette méthode à intervalles réguliers et elle est plus efficace si les données comprennent une période où le bon fonctionnement de l'instrument a été vérifié par le fabricant ou tout autre organisme approprié. Cette méthode utilise un échantillon de cuivre pur (Cu) et est applicable aux spectromètres de photoélectrons par rayons X avec des rayons X non monochromatiques d'aluminium (Al) ou de magnésium (Mg) ou des rayons X monochromatiques d'Al.

Cette méthode ne concerne pas tous les défauts possibles des instruments puisque les essais nécessaires prendraient beaucoup de temps et auraient besoin à la fois de connaissances spécialisées et d'équipement. Cette méthode est cependant conçue pour s'adresser au problème courant de base de répétabilité et de dérive des échelles d'intensité des instruments XPS. Cette méthode peut être appliquée en même temps que l'étalonnage de l'énergie du spectromètre en utilisant l'ISO 15472 [1].

Analyse chimique des surfaces — Spectroscopie de photoélectrons par rayons X — Répétabilité et constance de l'échelle d'intensité

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode permettant d'évaluer la répétabilité et la constance de l'échelle d'intensité des spectromètres de photoélectrons par rayons X, à des fins analytiques générales, utilisant des rayons X non monochromatiques d'Al ou de Mg ou des rayons X monochromatiques d'Al. Elle ne s'applique qu'aux instruments qui comprennent un canon à ions pour le nettoyage par pulvérisation. Elle n'est pas destinée à étalonner la fonction de réponse intensité/énergie. Cet étalonnage peut être fait par le fabricant de l'instrument ou tout autre organisme. La présente méthode fournit des données pour évaluer et confirmer l'exactitude avec laquelle la fonction de réponse intensité/énergie demeure constante au cours de l'utilisation de l'instrument. Des indications sont données pour certains des réglages de l'instrument qui peuvent affecter cette constance.

2 Symboles et abréviations

A_2	aire de pic moyenne pour le pic Cu 2p _{3/2} après avoir soustrait le fond continu Shirley
A_{2j}	une valeur contribuant à A_2 pour la mesure de $j^{\text{ième}}$ dans un ensemble de mesures
A_3	aire de pic moyenne pour le pic Cu 3p après avoir soustrait le fond continu Shirley
A_{3j}	une valeur contribuant à A_3 pour la mesure de $j^{\text{ième}}$ dans un ensemble de mesures
i	identifiant pour l'un des trois paramètres P_i
j	index pour l'une des mesures individuelles du paramètre P_{ij}
P_i	paramètre représentant la valeur moyenne de l'un quelconque des paramètres A_2 , A_3 , et A_3/A_2
P_{ij}	la mesure de $j^{\text{ième}}$ du paramètre ayant la valeur moyenne P_i
$U_{95}(P_i)$	incertitude de la valeur moyenne de P_i , à un degré de confiance de 95 %
XPS	spectroscopie de photoélectrons par rayons X
δ	valeur de la limite de tolérance pour A_3/A_2 pour une conformité à un degré de confiance de 95 % (fixée par l'analyste)
Δ	décalage en énergie pour l'échelle d'énergie de liaison de l'instrument, égal à la valeur de l'énergie de liaison mesurée de Cu 2p _{3/2} correspondant à l'intensité maximale au pic, moins 932,7 eV
$\sigma(P_i)$	écart-type de la répétabilité du paramètre P_i