ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р ИСО 16242— 2016

Государственная система обеспечения единства измерений

ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ПОВЕРХНОСТИ

Оже-электронная спектроскопия. Регистрация и представление данных

ISO 16242:2011
(Surface chemical analysis — Recording and reporting data in Auger electron spectroscopy (AES), IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Акционерным обществом «Научно-исследовательский центр по изучению свойств поверхности и вакуума» на основе собственного аутентичного перевода на русский язык международного стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 107 «Зондовая и пучковая диагностика» Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 1 сентября 2016 г. № 1018-ст

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ИСО 16242:2011 «Химический анализ поверхности. Запись и представление данных в Оже-электронной спектроскопии» (ISO 16242:2011 «Surface chemical analysis — Recording and reporting data in Auger electron spectroscopy (AES)», IDT).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного международного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ Р 1.5 (пункт 3.5).

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных международных стандартов соответствующие им национальные стандарты Российской Федерации, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДА

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте федерального органа исполнительной власти в сфере стандартизации в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, 2016

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения . . . 1
2 Нормативные ссылки . . . 1
3 Термины и определения . . . 1
4 Обозначения и сокращения . . . 2
5 Уровни записи и представления данных . . . 2
5.1 Общая информация . . . 2
5.2 Запись аналитика . . . 2
5.3 Спектры . . . 3
5.4 Количественная информация . . . 3
5.5 Профили распределения элементов по глубине . . . 4
5.6 Карты и линейные сканы . . . 4
5.7 Информация о химическом состоянии . . . 5
6 Передача данных заказчику . . . 5
Приложение А (справочное) Примеры спектров . . . 6
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов национальным стандартам Российской Федерации . . . 11
Библиография . . . 12

Введение

Оже-электронная спектроскопия (ОЭС) используется для анализа поверхности широкого круга типов тестовых образцов, включая как анализ поверхности при выполнении новых экспериментальных исследований, так и рутинный анализ поверхности. Результаты анализа должны быть записаны в стандартном формате, который должен содержать достаточно подробную информацию, чтобы можно было повторить эксперимент. Данный материал должен быть доступен, если это требуется.

Экспериментальные условия и параметры сбора данных должны быть включены таким образом, чтобы можно было оценить качество данных.

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Государственная система обеспечения единства измерений

ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ПОВЕРХНОСТИ

Оже-электронная спектроскопия. Регистрация и представление данных

State system for insuring the uniformity of measurements
Surface chemical analysis.
Recording and reporting data in Auger electron spectroscopy (AES)

Дата введения — 2016—11—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает минимальный объем информации, которую необходимо включать в протокол при проведении химического анализа поверхности и приповерхностных слоев исследуемого образца с помощью Оже-электронной спектроскопии.

Настоящий стандарт применяют при проведении количественного и качественного анализа элементного состава исследуемых образцов.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие международные стандарты (для недатированных ссылок следует применять последнее издание приведенных стандартов):

ИСО 17973 Химический анализ поверхности. Оже-электронные спектрометры умеренного разрешения. Калибровка энергетических шкал для элементного анализа (ISO 17973, Surface chemical analysis — Medium-resolution Auger electron spectrometers — Calibration of energy scales for elemental analysis)

ИСО 17974 Химический анализ поверхности. Оже-электронные спектрометры высокого разрешения. Калибровка энергетических шкал для элементного анализа и анализа химического состояния (ISO 17974, Surface chemical analysis — High-resolution Auger electron spectrometers — Calibration of energy scales for elemental and chemical-state analysis)

ИСО 18115-1 Химический анализ поверхности. Словарь. Часть 1. Общие термины и термины, используемые в спектроскопии (ISO 18115-1, Surface chemical analysis — Vocabulary — Part 1: General terms and terms used in spectroscopy)

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по ИСО 18115-1, а также следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 ***ex situ*** (ex situ): Вне аналитической системы.

3.2 ***in situ*** (in situ): Внутри аналитической системы.

3.3 **аналитик** (analyst): Специалист, непосредственно проводящий анализ.

Издание официальное

4 Обозначения и сокращения

В настоящем стандарте применены следующие обозначения и сокращения:

4.1 *ОЭС:* Оже-электронная спектроскопия.

4.2 *KLL.* Сокращенное обозначение для Оже-линии, полученной в результате образования электронной вакансии в *K*-оболочке, перехода электрона с *L*-оболочки в вакансию *K*-оболочки и одновременного испускания Оже-электрона с *L*-оболочки.

4.3 *KVV:* Сокращенное обозначение для Оже-линии, полученной в результате образования электронной дырки в *K*-оболочке, перехода электрона из валентной зоны («V») в вакансию *K*-оболочки и одновременного испускания Оже-электрона из валентной зоны.

Аналогичные сокращения использованы для *L*, *M* и последующих Оже-серий.

5 Уровни записи и представления данных

5.1 Общая информация

Настоящий стандарт устанавливает минимальный объем информации, которая должна быть записана и включена в протокол аналитиком, проводящим анализ исследуемого образца с использованием ОЭС. Уровни записей подразделяются на шесть основных областей:

a) лабораторный журнал аналитика или электронный журнал (например, компьютерная система хранения данных);

b) спектры;

c) количественный анализ образца;

d) профили распределения элементов по глубине;

e) карты элементов, линейные сканы;

f) химическая информация, полученная при анализе образца.

5.2 Запись аналитика

5.2.1 Идентификация и подготовка образца

Лабораторный или электронный журнал должен содержать для каждого образца следующую информацию (должна быть записана достаточная информация, позволяющая повторить измерения позднее):

a) наименование и контактный адрес лаборатории или заказчика, предоставляющего образец, электронный адрес и номер телефона, если таковые имеются;

b) уникальный номер образца.

Примечание — Уникальный номер — это номер исследуемого образца, присваиваемый в аналитической лаборатории и не используемый для каких-либо других образцов.

c) описание образца до и после проведения анализа (в том числе сведения о его внешнем виде, шероховатости, цвете и других отличительных чертах);

d) дата проведения измерений;

e) данные аналитика, наименование организации и подразделение в организации, где работает аналитик;

f) все детали относительно *ex situ* подготовки образца до проведения анализа (включая детали о методе крепления лентой или зажимом, ориентацию на держателе образца относительно каких-либо конкретных особенностей поверхности, был ли образец разрезан, и если так, то каким образом, подробную информацию о любых очистках растворителем и т. д.) (см. примечание 1);

g) все детали относительно *in situ* подготовки образца до проведения анализа (соответствующие данные включают очистку ионами инертного газа, нагрев образца, раскол образца и т. д.) (см. примечание 2).

Примечание 1 — Руководство по подготовке и креплению образцов приведено в ИСО 18116.

Примечание 2 — Обращение с образцами, предшествующее анализу, описано в ИСО 18117.

5.2.2 Условия анализа

Подробный перечень условий анализа должен быть записан в лабораторном и/или электронном журнале (должна быть записана достаточная информация, позволяющая повторить измерения позднее). Информация должна включать:

a) наименование или идентификацию используемого оборудования;

b) первичную энергию электронного пучка и угол падения;

c) ток, текущий через образец, или ток пучка;

d) тип детектора, число детекторов и, в случае многоканальных детекторов, режим работы;

e) энергетическое разрешение анализатора;

f) коэффициент замедления спектрометра или энергию пропускания спектрометра, ширину щели, если это применимо;

g) угол, задающий направление регистрации информативного сигнала, использованный при выполнении измерений;

h) давление в аналитической камере до и в течение анализа;

i) диаметр пучка в условиях проведения анализа, если это имеет отношение к анализу, например, для получения изображения или картирования (если пучок осуществляет сканирование во время сбора информации, указать диапазон сканирования);

j) начальную энергию;

k) конечную энергию или диапазон сканирования и количество циклов;

l) число точек данных, выраженное как целое число или как число вольт/шаг, и ширину энергетического канала;

m) время сбора данных, выраженное либо как время/шаг, либо как полное время с указанием времени измерения и длительности облучения пучком;

n) данные об аналоговой модуляции, когда осуществляется сбор данных в аналоговом дифференциальном режиме.

Вся вышеуказанная информация впоследствии должна быть передана аналитиком, проводящим анализ, заказчику по его запросу вместе с анализом ОЭС данных. Заказчик и аналитик установят формат, используемый для передачи этой информации. Например, экспериментальная информация может содержаться в приложении или в экспериментальной части протокола.

Калибровка Оже-электронных спектрометров должна быть выполнена в соответствии с ИСО 17973 или ИСО 17974, или с помощью метода калибровки, указанного в документах изготовителя.

5.3 Спектры

Все ОЭС спектры, поставляемые заказчику, должны содержать следующую минимальную информацию:

a) пик или обозначения области, например, Cu *KLL*;

b) обозначение оси абсцисс, например, кинетическая энергия *E* (эВ);

c) метки на оси абсцисс, показывающие энергию как диапазон сканирования, например точки от 0 до 1200 эВ, или как энергию, соответствующую цене деления шкалы;

d) обозначение оси ординат, которое для спектров, зарегистрированных непосредственно, может быть, например, числом отсчетов в секунду или числом отсчетов; для данных, полученных путем вычисления производной *dC/dE*, где *C* — число отсчетов, обозначение оси ординат должно содержать ссылку на то, применялась ли коррекция функции пропускания;

e) для спектров, зарегистрированных непосредственно, метки на оси ординат, показывающие интенсивность как число отсчетов в секунду или число отсчетов на деление (см. примечание);

f) подробную информацию обо всех функциях обработки данных, примененных к необработанному спектру, таких как дифференцирование, сглаживание, коррекция функции передачи, удаление резких выбросов.

Примечание — Для спектров, полученных путем вычисления производной, можно использовать метки на оси, но сама ось номинально является безразмерной.

Дальнейшая информация может быть включена по желанию аналитика или по просьбе заказчика. Примеры спектров приведены в приложении А (см. рисунки А.1 — А.4).

5.4 Количественная информация

При обработке ОЭС данных и передаче их заказчику в виде количественных данных, следующая информация о способе получения количественных данных также должна быть доступна заказчику, если потребуется:

a) количественная модель, например, однородное твердое тело; однородное твердое тело, покрытое слоем загрязнения; твердое тело, содержащее слои;

b) интенсивность для выбранного параметра, например, площадь пика, высота пика, разностная высота пиков, разностная высота пика относительно уровня фона (см. примечание);

c) подробная информация об элементах, включенных в количественный анализ, и элементах, намеренно исключенных;

d) тип фонового сигнала, используемого при обработке данных, включая начальную и конечную точки, если это применимо;

e) функция пропускания анализатора, используемые коэффициенты чувствительности и их источник, например от изготовителя, внутренние стандарты, теория;

f) любые другие использованные поправочные термины и их обоснование, например, мертвое время (время, в течение которого система не способна зарегистрировать новый фотон из-за обработки результата воздействия предыдущего), энергетическое окно пропускания спектрометра, шероховатость образца, матричные эффекты;

g) подробная информация об использованных методах обработки данных, таких как факторный анализ или метод наименьших квадратов,

h) оценка погрешности в количественном анализе, рассмотренная, например, в ИСО 20903.

Примечание — Методы, используемые для определения интенсивности пиков, и информация, необходимая для составления протокола, описаны в ИСО 20903.

5.5 Профили распределения элементов по глубине

Профили распределения элементов по глубине могут быть представлены с помощью монтажа спектров, каждый из которых соответствует определенной глубине; либо в виде профилей распределения по глубине, полученных из площади пиков; либо из измерения разности высот пиков, присутствующих на спектрах, полученных в результате вычисления производной. Если данные получены количественно, следует принять в расчет факторы, перечисленные в 5.4, и отметить их там, где это применимо. Кроме того, должен быть записан метод количественного определения глубины при выполнении профилирования по глубине с помощью ОЭС и послойного ионного распыления (глубину можно оценить, используя скорость ионного распыления стандартного образца, такого как Ta_2O_5 на тантале или SiO_2 на кремнии при тех же условиях эксперимента; глубину можно также измерить непосредственно с помощью профилометра) (см. рисунки А.5 и А.6 приложения А).

Примечание — Измерение глубины распыления при профилировании по глубине описано в ИСО/ТО 15969.

При получении профилей распределения элементов по глубине из клиновидных сечений или кратеров, имеющих вид мелких углублений, глубина может быть оценена путем геометрического расчета.

Следующая информация должна быть доступна и, если необходимо, предоставлена вместе с профилями распределения элементов:

a) обозначение оси ординат, например, атомная доля (вместе с информацией о количественном анализе, как приведено в 5.4) или номинальное число отсчетов, если использованы спектры, зарегистрированные непосредственно;

b) метки на оси ординат, показывающие атомную долю или, для спектра, зарегистрированного непосредственно, число отсчетов или просто шкалу в условных единицах;

c) обозначение оси абсцисс, т. е. время распыления или расчетная глубина;

d) метки на оси абсцисс, показывающие время или глубину;

e) для профилей, полученных при ионном распылении, скорость распыления и материал, используемый для калибровки скорости распыления;

f) информация об энергии ионного пучка и силе тока;

g) информация о площади образца, подвергшейся распылению, и о размерах области сканирования, если это применимо.

5.6 Карты и линейные сканы

Если предоставляются Оже-карты или линейные сканы (см. приложение А, рисунок А.7), следующая дополнительная информация в случае необходимости также должна быть предоставлена заказчику (в случае, если информация предоставляется как часть профиля распределения элементов по глубине, также следует включить информацию, перечисленную в 5.5):

a) идентификационные данные картированного ОЭС-пика и его энергия вместе с информацией о методе удаления фона;

b) информация о поле обзора карты или какой-либо включенной отметки на шкале (отметим, что предпочтительно включить информацию для обеих *X* и *Y* осей, так как зачастую они не эквивалентны; многие современные системы не включают информацию для оси *Y*, и это должно быть отмечено);

c) информация о калибровке поля обзора карты по осям *X* и *Y*;

d) информация о картированном свойстве, например атомной доле, вместе с цветовой шкалой, если это применимо.

5.7 Информация о химическом состоянии

Если Оже-электронные спектры анализируются для получения сведений о химическом состоянии, следующая экспериментальная информация должна быть записана и должна быть готова для передачи заказчику, если это потребуется:

a) диапазон сканирования, выраженный в эВ;

b) энергия (эВ) на канал;

c) полуширина (полная ширина на уровне половинной интенсивности) пиков, если была измерена;

d) используемая ссылка об энергиях;

e) информация о полуширине пиков в спектрах стандартных образцов, анализируемых в ходе калибровки, при тех же условиях анализа;

f) информация о методе синтеза пиков (в случае, когда суммарный пик включает несколько компонентов); об используемом алгоритме; о методе, используемом для определения огибающей для суммарного пика; о компонентах пика с их четкими обозначениями.

Примечание — Процедура получения химической информации приведена в ИСО/ТО 18394.

6 Передача данных заказчику

Протокол должен отвечать соответствующему нормативному документу (если таковой имеется) по отчетным результатам или соответствующим внутренним процедурам, но в любом случае должен включать в себя как минимум данные и подпись (или другой идентификационный знак или печать) аналитика и дату проведения измерений.

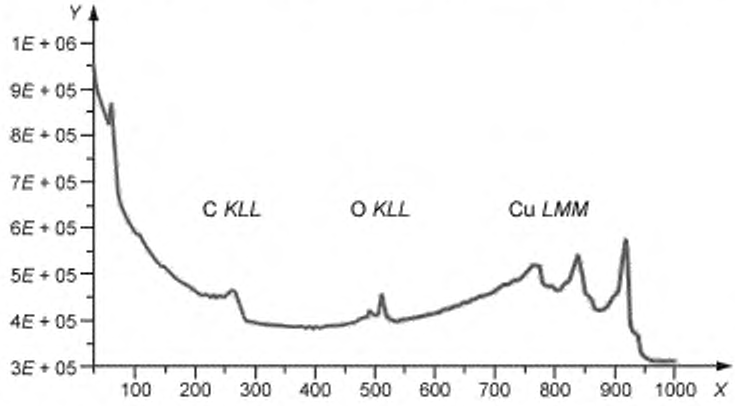
Приложение А
(справочное)

Примеры спектров

Рисунки с А.1 по А.4 являются примерами спектров, отображающих данные, полученные из меди до и после ионного распыления.

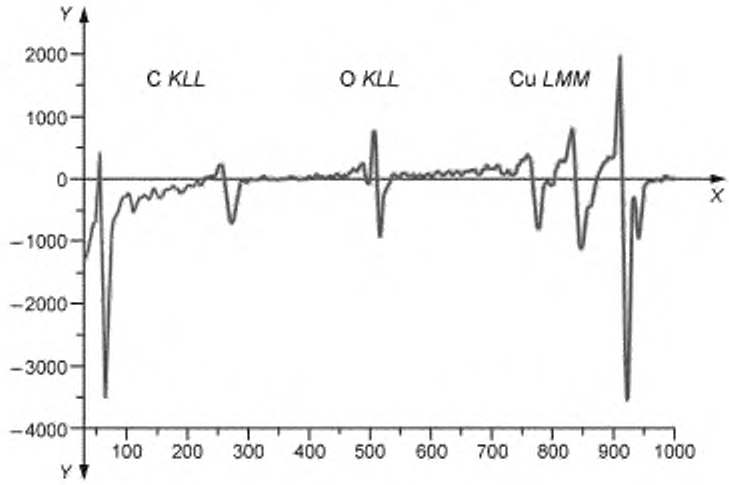
Рисунки А.5 и А.6 являются примерами профилей распределения элементов по глубине, полученных с помощью ОЭС.

Рисунок А.7 является примером набора карт состава, полученных с помощью ОЭС.



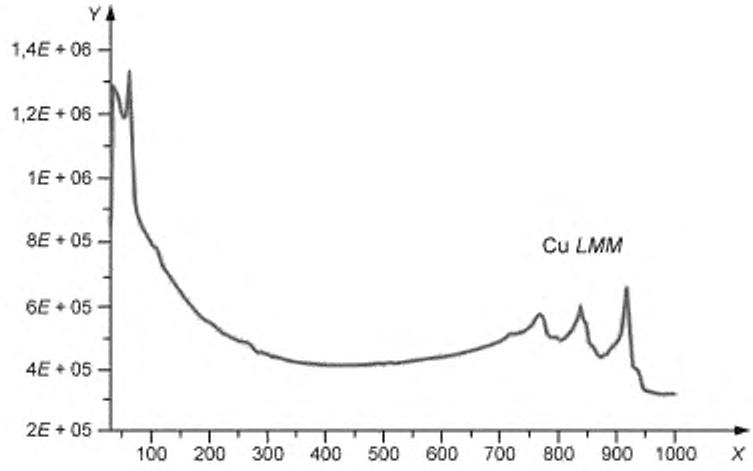
По оси *X* отложена кинетическая энергия электрона (эВ),
по оси *Y* отложено число отсчетов в секунду

Рисунок А.1 — До распыления ионным пучком. Спектр, полученный непосредственно



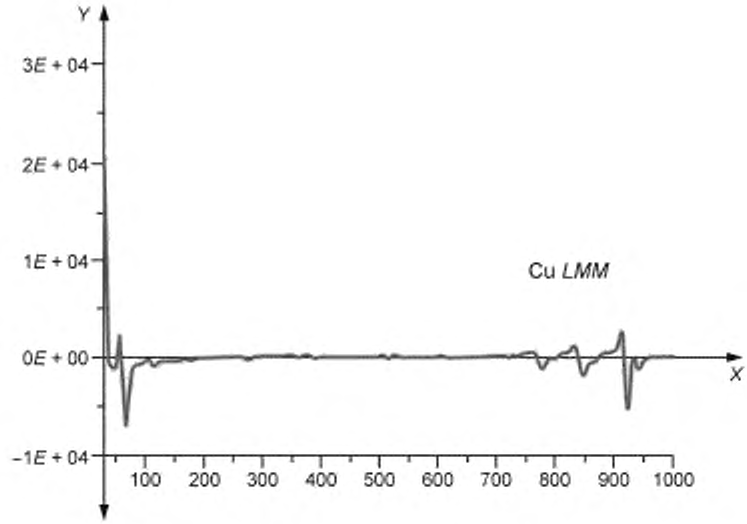
По оси *X* отложена кинетическая энергия электрона *E* (эВ),
по оси *Y* отложена производная dC/dE, где *C* — число отсчетов

Рисунок А.2 — До распыления ионным пучком. Спектр, полученный путем дифференцирования



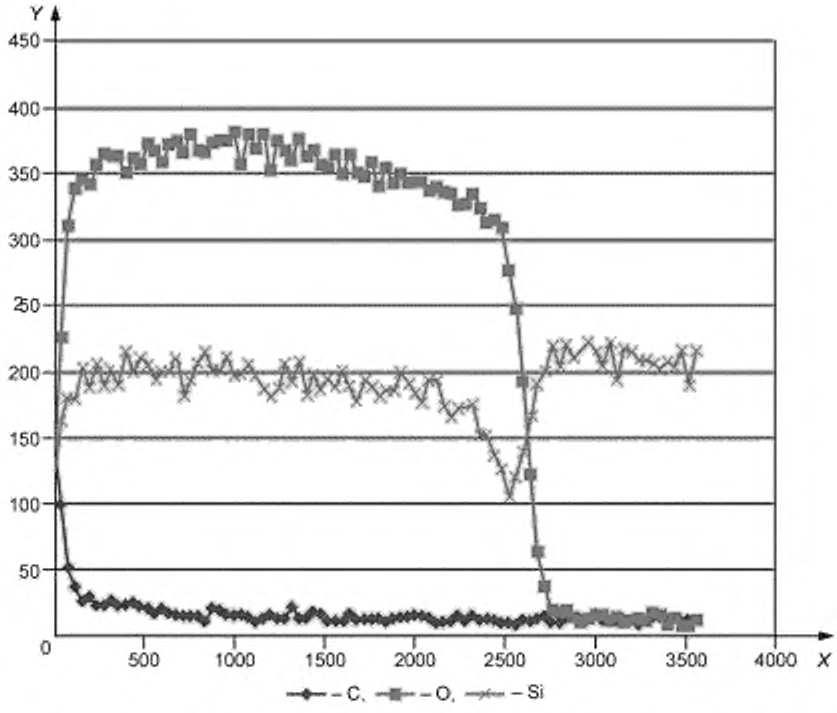
По оси *X* отложена кинетическая энергия электрона (эВ),
по оси *Y* отложено число отсчетов в секунду

Рисунок А.3 — После распыления ионным пучком. Спектр, полученный непосредственно



По оси *X* отложена кинетическая энергия электрона *E* (эВ),
по оси *Y* отложена производная dC/dE, где *C* — число отсчетов

Рисунок А.4 — После распыления ионным пучком. Спектр, полученный путем дифференцирования



По оси *X* отложено время (в секундах), по оси *Y* отложено число отсчетов (источник С. Уайт Национальный институт стандартов и технологии, США)

Рисунок А.5 — Полученный с помощью ОЭС профиль распределения элементов по глубине в слое SiO_2, использованном для калибровки скорости распыления ионами аргона. Отсчеты взяты из высоты пиков в спектре, полученном путем дифференцирования

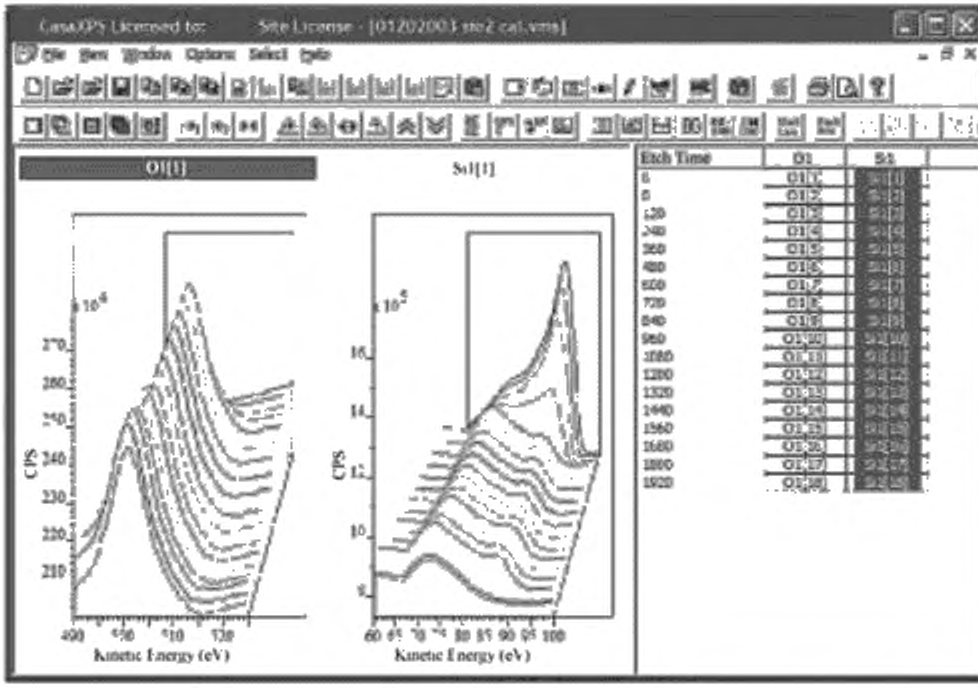


Рисунок А.6 — Монтаж спектров, показывающий профили распределения элементов по глубине, полученные с помощью ОЭС из двуокиси кремния на кремнии для кислорода (O *KLL*, спектры в левой части рисунка) и кремния (Si *LVV*, спектры в центре рисунка). Каждый спектр Оже-электронов соответствует определенному значению координаты вглубь образца, определяемому временем травления образца. Время травления указано в правой части рисунка (изображение воспроизведено из «The CASA Cookbook» [6])

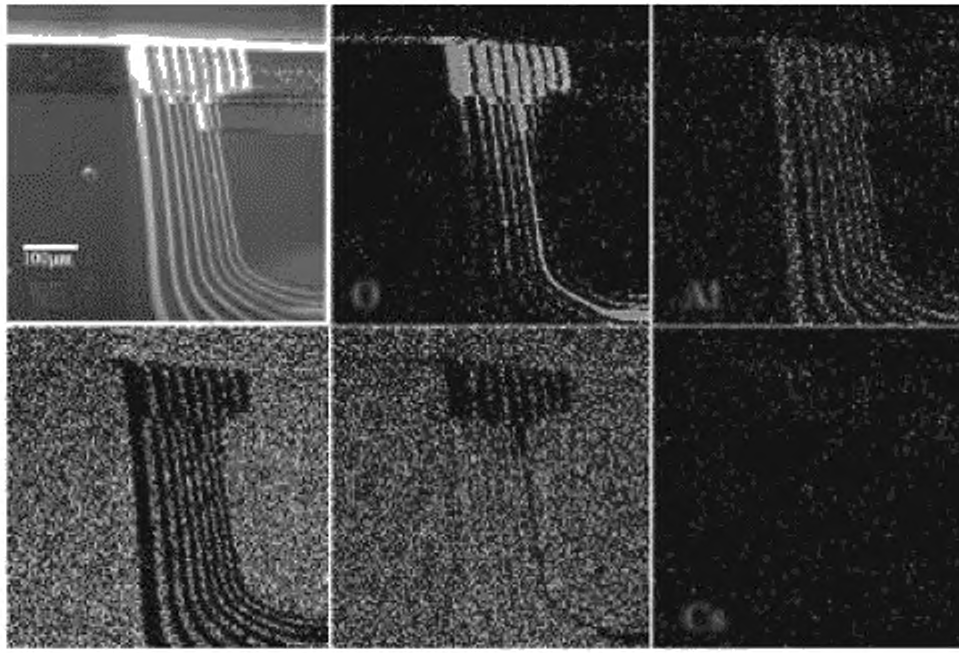


Рисунок А.7 — Карты, полученные с помощью ОЭС, и изображение, полученное во вторичных электронах, записанные с вытравленного ионами кратера, находящегося на краю канавки окисления в многослойном образце GaAs/AlGaAs (источник: С. Уайт, Национальный институт стандартов и технологий, США).

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов национальным стандартам Российской Федерации

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего национального стандарта
ИСО 18115-1	—	*
ИСО 17973	—	*
ИСО 17974	—	*
ИСО/ТО 15969	—	*
ИСО 18116	—	*
ИСО 18117	—	*
ИСО/ТО 18394	—	*
ИСО 20903	—	*

* Соответствующий национальный стандарт отсутствует. Международный стандарт на языке оригинала находится в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.

Библиография

[1 ISO/TR 15969 Surface chemical analysis — Depth profiling — Measurement of sputtered depth

[2] ISO 18116 Surface chemical analysis — Guidelines for preparation and mounting of specimens for analysis

[3] ISO 18117 Surface chemical analysis — Handling of specimens prior to analysis

[4] ISO/TR 18394 Surface chemical analysis — Auger electron spectroscopy — Derivation of chemical information

[5] ISO 20903 Surface chemical analysis — Auger electron spectroscopy and X-ray photoelectron spectroscopy — Methods used to determine peak intensities and information required when reporting results

[6] Fairley N., and Carrick A., The CASA Cookbook — Part 1: Recipes for XPS Data Processing, Acolyte Science, Knutsford, UK, 2005, p. 313, ISBN 9780954953300

УДК 543.428.2:006.354 ОКС 71.040.40

Ключевые слова: химический анализ поверхности, Оже-электронная спектроскопия, представление данных

Редактор *Е.С. Скворцова*
Корректор *Г.В. Яковлева*
Компьютерная верстка *Ю.В. Поповой*

Сдано в набор 05.09.2016. Подписано в печать 22.09.2016 Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86.

Набрано в ИД «Юриспруденция», 115419, Москва, ул. Орджоникидзе, 11.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

Издано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995, Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru