ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р ИСО 16243— 2016

Государственная система обеспечения единства измерений

ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ПОВЕРХНОСТИ

Рентгеновская фотоэлектронная спектроскопия. Регистрация и представление данных

(ISO 16243:2011,
Surface chemical analysis — Recording and reporting data
in X-ray photoelectron spectroscopy (XPS),
IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

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

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 107 «Зондовая и пучковая диагностика»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 1 сентября 2016 г. № 1017-ст

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ИСО 16243:2011 «Химический анализ поверхности. Запись и представление данных в рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии (ISO 16243:2011 «Surface chemical analysis — Recording and reporting data in X-ray photoelectron spectroscopy (XPS)», IDT).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного международного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ Р 1.5—2012 (пункт 3.5).

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

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

6 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Апрель 2019 г.

*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 агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© ISO, 2011 — Все права сохраняются
© Стандартинформ, оформление, 2016, 2019

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 Уровни записи и представления данных . . . 1
4.1 Общая информация . . . 1
4.2 Запись аналитика . . . 2
4.3 Спектры . . . 3
4.4 Количественная информация . . . 3
4.5 Профили распределения элементов по глубине . . . 4
4.6 Карты и линейные сканы . . . 4
4.7 Информация о химическом состоянии . . . 4
5 Передача данных заказчику . . . 5
Приложение А (справочное) Примеры спектров . . . 6
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов национальным стандартам . . . 10
Библиография . . . 11

Введение

Рентгеновская фотоэлектронная спектроскопия (РФСЭ) широко используется для анализа поверхности материалов. Элементы, содержащиеся в образце (за исключением водорода и гелия), идентифицируются путем измерений энергий связи электронов внутренних оболочек, с использованием фотоэлектронных спектров, и далее — путем сравнения полученных результатов с табличными значениями указанных энергий для различных элементов. Информация о химическом состоянии таких элементов может быть получена на основе сравнения химических сдвигов и/или формы пика в измеренном энергетическом спектре фотоэлектронов с данными для референтных состояний.

Настоящий стандарт устанавливает минимальный объем информации по образцу и условиям эксперимента, которые должны быть включены в протокол. Результаты анализа должны быть записаны в общепринятом формате, который должен включать в себя достаточно подробную информацию, которая позволит 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

Рентгеновская фотоэлектронная спектроскопия. Регистрация и представление данных

State system for insuring the uniformity of measurements
Surface chemical analysis.
Recording and reporting data in X-ray photoelectron spectroscopy (XPS)

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 рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии.

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

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использована нормативная ссылка на следующий стандарт (для недатированной ссылки следует применять последнее издание приведенного стандарта):

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

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.

4 Уровни записи и представления данных

4.1 Общая информация

Настоящий стандарт устанавливает минимальный объем информации, которая должна быть записана и сформирована в виде протокола аналитиком, проводящим анализ тестового образца с помощью РФЭС. Уровни записей подразделяют на шесть основных областей:

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

Издание официальное

b) спектры;

c) количественный анализ образца;

d) профили распределения элементов по глубине;

e) карты;

f) данные о химическом сдвиге.

4.2 Запись аналитика

4.2.1 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, название и организации, и подразделения в организации, где работает аналитик;

f) все детали относительно *ex situ* подготовки образца до анализа (включая детали о методе крепления, 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 анализа (включая очистку ионами аргона, 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.

4.2.2 Условия анализа

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

a) наименование или идентификацию используемого оборудования;

b) используемый рентгеновский источник и поляризацию рентгеновского пучка, если это имеет значение (спектральная линия Al Kα, спектральная линия Mg Kα, монохроматическая (с узким спектром) спектральная линия Al Kα, синхротрон и т. д.);

c) мощность рентгеновского излучения (следует записать как минимум два из трех следующих параметров: мощность, анодное напряжение, эмиссионный ток);

d) входную и выходную ширину щели анализатора, если она регулируется, и информацию о любых других настройках разрешения;

e) энергию пропускания анализатора (в эВ) или коэффициент замедления;

f) геометрию облучения, являющуюся важной для количественного анализа (направление рентгеновского пучка по отношению к направлению детектируемого фотоэлектрона); расстояние между образцом и анодом в случае возбуждения немонохроматическим рентгеновским излучением, если это расстояние известно;

g) угол, задающий направление регистрации информативного сигнала, использованный для измерения;

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

i) площадь, на которой выполняется анализ (определяется настройкой диафрагмы и увеличением объектива, или с использованием диаметра пучка для системы, в которой площадь анализа определяется диаметром рентгеновского пятна);

j) начальную энергию (предпочтительно как энергию связи или кинетическую энергию);

k) конечную энергию или диапазон сканирования;

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 рентгеновского облучения;

n) условия компенсации заряда, если использовалась компенсация заряда;

o) значение угла регистрации для фотоэлектронов, если этот угол может быть изменен инструментальным образом;

p) если средство измерений может работать с различными режимами для линз, используемый режим.

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

Рентгеновский фотоэлектронный спектрометр должен быть откалиброван в соответствии с ИСО 15472 или с помощью метода калибровки, указанного в документах изготовителя.

4.3 Спектры

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

a) пик или обозначение области (например, C 1s, Cu 2p3/2).

Примечание — 1s — обозначение первой электронной оболочки атома кислорода, s — соответствует s-электрону;

b) обозначение оси абсцисс, например, энергия связи E_B или кинетическая энергия E;

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

d) обозначение оси ординат, показывающее либо число отсчетов, либо число отсчетов в секунду, либо просто шкалу в условных единицах;

e) метки на оси ординат, показывающие интенсивность как число отсчетов в секунду на деление шкалы либо число отсчетов на деление шкалы (число отсчетов на канал или число отсчетов в секунду на канал);

f) полное время сбора данных в отображаемой области;

g) любую используемую ссылку, касающуюся энергий, такую как, например, C 1s (C-H) (=285 эВ), и была ли шкала энергий откорректирована в соответствии с этой ссылкой;

h) информацию обо всех функциях по обработке данных, примененных к необработанным спектрам, например, сглаживание, коррекция функции передачи, удаление резких выбросов.

Дальнейшая информация может быть включена по желанию аналитика или по просьбе заказчика. Примеры РФЭС спектров приведены в приложении А (см. рисунки А.1 и А.2).

4.4 Количественная информация

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

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

b) наименование и версия используемого программного обеспечения по обработке информации;

c) тип фонового сигнала, используемого для обработки данных, включая начальную и конечную точки, если это применимо;

d) используемые коэффициенты чувствительности (как по высоте, так и по площади) и их источники, например: от производителя, внутренние стандарты, теория;

e) любые другие использованные поправочные факторы и их обоснование, например, шероховатость образца, обратное рассеяние, матричные эффекты;

f) оцениваемая погрешность, описанная, например, в ИСО 20903;

g) метод, используемый для выделения высоты пика или площади пика из примыкающих пиков в случае, когда предоставляется информация об атомной доле компонентов, имеющих определенное химическое состояние;

h) если была использована аппроксимация с помощью кривой (формирование результирующего пика), используемая(ые) аппроксимирующая(ие) функция(ии) (например, гауссова функция), любые ограничения аппроксимации и мера того, насколько адекватна была аппроксимация;

i) информация о любых коррекциях, проведенных для мертвого времени, окна спектрометра и т. д.;

j) информация о любых элементах, намеренно исключенных из количественного анализа (таких как углеродное загрязнение поверхности).

4.5 Профили распределения элементов по глубине

Профили распределения элементов по глубине могут быть представлены в виде набора спектров или в виде профилей распределения по глубине, полученных либо при анализе площади пиков, либо при измерении высоты пиков на спектрах. Если данные получены количественно, нужно принять в расчет факторы, перечисленные в 4.4, и отметить их там, где это применимо. Кроме того, количественное значение глубины для выполнения профилирования по глубине с помощью РФЭС и послойного ионного распыления можно оценить, используя скорость ионного распыления стандартного образца при таких же условиях эксперимента (см. рисунок А.3 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, глубину можно оценить путем геометрического расчета.

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

a) обозначение оси ординат, например атомная доля (вместе с информацией о количественном анализе, как указано в 4.4) или номинальное число отсчетов;

b) метки на оси ординат, показывающие атомную долю, число отсчетов, число отсчетов в секунду 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) информацию об энергии и диаметре ионного пучка, о токе ионного пучка и о площади, подвергшейся ионному распылению или растровому сканированию.

4.6 Карты и линейные сканы

При предоставлении РФЭС-карт или линейных сканов (см. рисунок А.4 приложения А), следующая 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 4.5):

a) идентификационные данные о РФЭС пике и/или картированной площади вместе с информацией о методе удаления фона;

b) информация о поле обзора карты (по осям X и Y);

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;

e) метод, используемый для картирования, например, параллельный сбор данных, сканирование с помощью предметного столика, сканирование рентгеновским пучком, сканирование с помощью входной линзы.

4.7 Информация о химическом состоянии

Если РФЭС спектры анализируются для получения сведений о химическом состоянии, следующая экспериментальная информация должна сопровождать набор спектров:

a) элемент и химическая формула, отвечающая каждому химическому состоянию (если предоставляются спектры, четко обозначить энергию связи для каждого компонента);

b) ссылка на базу данных, содержащую информацию, указанную в перечислении a);

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

d) если была использована аппроксимация с помощью кривой (формирование результирующего пика), название и версия программного обеспечения, использованная(ые) аппроксимирующая(ие) функция(ии) (например, гауссова функция), любые ограничения аппроксимации и мера того, насколько адекватна была аппроксимация;

e) кинетическая энергия любых выявленных Оже-пиков и значение любых рассчитанных Оже-параметров.

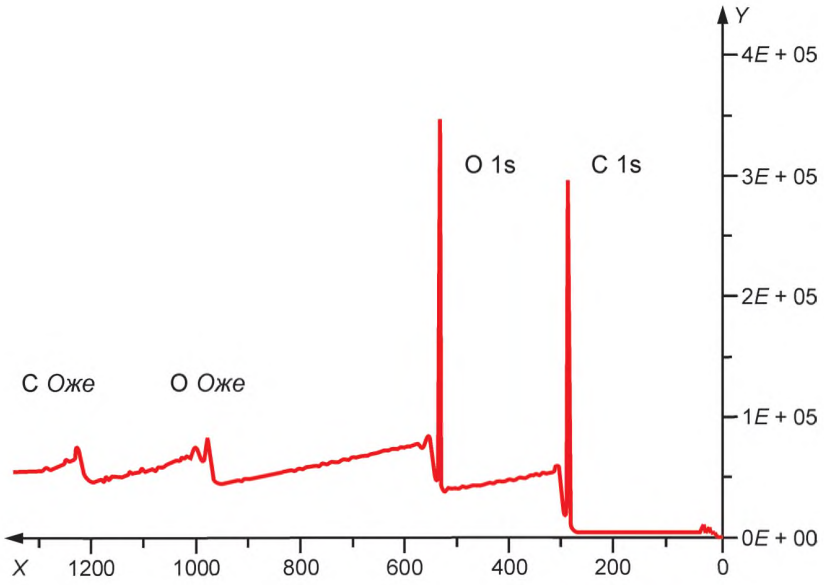
5 Передача данных заказчику

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)

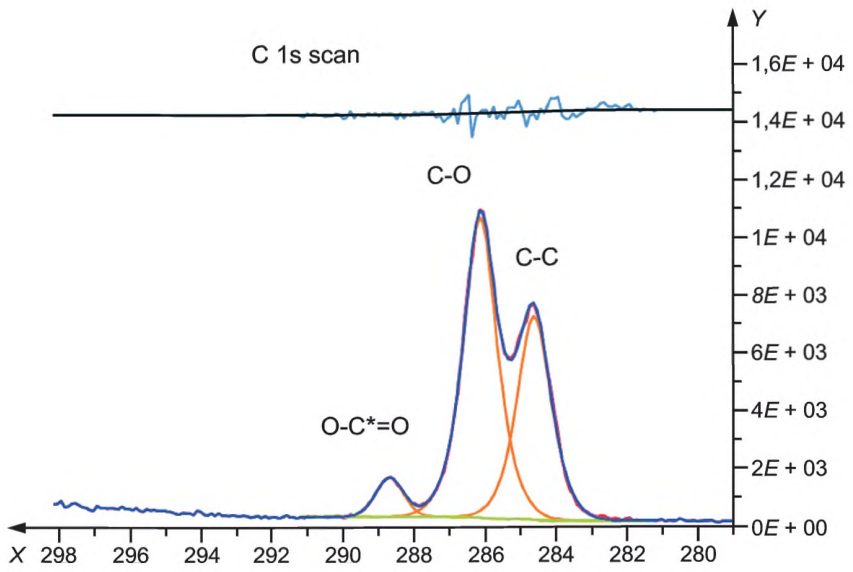
Примеры спектров

Рисунки А.1 и А.2 являются примерами обзорного спектра и спектра высокого разрешения соответственно. Спектры получены для фоторезистного полипропиленового покрытия (сторона сухой пленки). Рисунок А.3 представляет собой пример профилей распределения элементов по глубине, а рисунок А.4 показывает примеры химических карт.



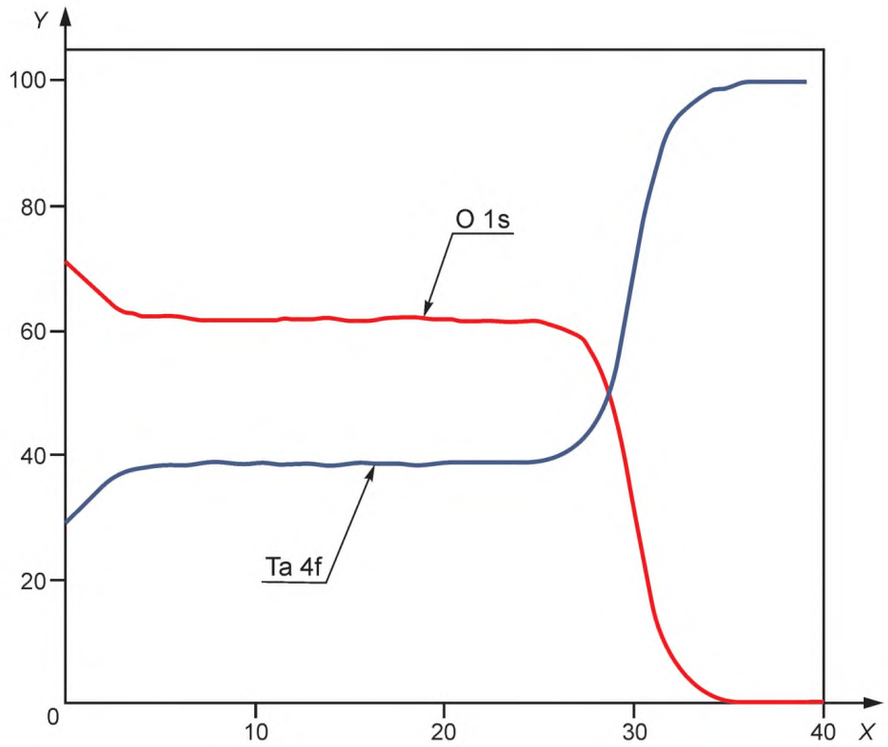
По оси *X* указана энергия связи (в эВ), а по оси *Y* — число отсчетов в секунду. Дальнейшая информация, такая как время сбора данных, калибровка энергетической шкалы и коррекция заряда, приведена в лабораторном или электронном журналах. (Данные предоставлены Thermo Fisher Scientific)

Рисунок А.1 — Фоторезистное полипропиленовое покрытие. Обзорный спектр, содержащий минимальную информацию



По оси *X* указана энергия связи (в эВ), а по оси *Y* — число отсчетов в секунду. Информация о параметрах аппроксимации приведена в лабораторном или электронном журналах. (Данные предоставлены Thermo Fisher Scientific)

Рисунок А.2 — Фоторезистное полипропиленовое покрытие — спектр С 1s, представляющий собой результат аппроксимации, выполненной с помощью стандартного коммерческого программного обеспечения



По оси *X* отложена глубина (в нм), а по оси *Y* — атомарная концентрация (в %). Слой Ta_2O_5 на тантале был проанализирован с помощью РФЭС профилирования с использованием ионного распыления. Профиль, показывающий увеличение атомарной концентрации с глубиной, соответствует Ta 4f (4f — обозначение четвертой электронной оболочки атома кислорода, f — соответствует f-электрону). Профиль, показывающий уменьшение атомарной концентрации с глубиной, соответствует O 1s. Условия эксперимента: энергия ионного пучка аргона составляет 1 кэВ, ток пучка равен 3 мкА, площадь сканирования равна 4 × 2 мм, угол равен 58° по отношению нормали к образцу, вращение отсутствует, общее время травления 900 с. Скорость травления была откалибрована с помощью стандартного образца Ta_2O_5. Профили распределения по глубине были получены с помощью программного обеспечения, реализующего аппроксимацию линейной функцией с помощью метода наименьших квадратов. (Данные предоставлены Thermo Fisher Scientific)

Рисунок А.3 — Пример профилей распределения элементов по глубине, полученных с помощью РФЭС

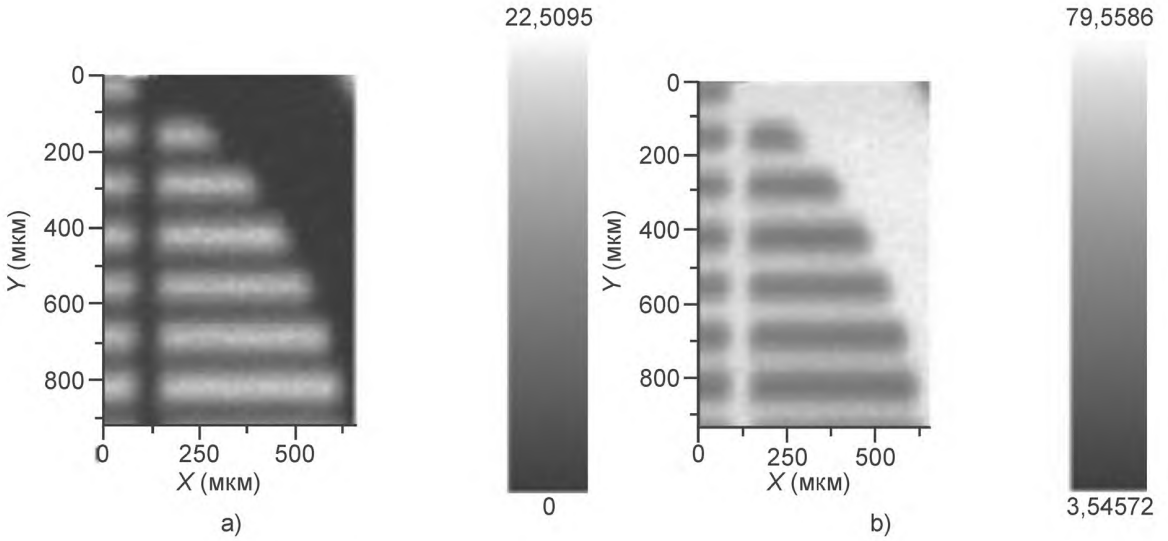


Рисунок А.4 — Примеры карт, полученных с помощью РФЭС

a) Карта распределения относительной концентрации атомарного углерода, содержащегося в CF_2; карта получена с использованием спектрального пика C 1s.

b) Карта распределения относительной концентрации атомарного углерода, для которого реализована связь C — C; карта получена с использованием спектрального пика C 1s.

Условия эксперимента: картирование с помощью предметного столика, размер пятна составляет 30 мкм для монохроматического рентгеновского излучения в линии Al Kα, размер шага 10 мкм, энергия пропускания анализатора 150 эВ, 64-канальный снимок спектра на каждый пиксель, линейный фон, из огибающей C 1s вычитался линейный фон, применялась аппроксимация пиков, количественная информация была получена из аппроксимированных пиков. (Данные предоставлены Thermo Fisher Scientific).

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов национальным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего национального стандарта
ISO 18115-1	—	*
ISO 15472	—	*
ISO/TR 15969	—	*
ISO 18116	—	*
ISO 18117	—	*
ISO 20903	—	*
* Соответствующий национальный стандарт отсутствует.		

Библиография

[1] ISO 15472 Surface chemical analysis — X-ray photoelectron spectrometers — Calibration of energy scales

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

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

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

[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

УДК 543.428.3:006.354 ОКС 71.040.40

Ключевые слова: химический анализ поверхности, рентгеновская фотоэлектронная спектроскопия, представление данных

Редактор *Г.Н. Симонова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *А.А. Ворониной*

Сдано в набор 09.04.2019. Подписано в печать 07.05.2019. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,65.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.

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

gost.e-ecolog.ru