



中华人民共和国国家标准

GB/T 29731—2013

表面化学分析 高分辨俄歇电子能谱仪 元素和化学态分析用能量标校准

Surface chemical analysis—High-resolution Auger electron spectrometers—
Calibration of energy scales for elemental and chemical-state analysis

(ISO 17974:2002,MOD)

2013-09-18 发布

2014-06-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

目 次

前言	I
引言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 符号和缩略语	1
5 方法概述	2
6 校准能量标步骤	5
附录 A (规范性附录) 以 0.1 eV 能量间隔对谱峰进行 Savitzky-Golay 单次平滑时的最大点数	16
附录 B (规范性附录) 用一种简单的计算方法对峰动能作最小二乘法确定	17
附录 C (资料性附录) 不确定度的推导	19
附录 D (资料性附录) 对测得的动能不确定度的引用	21
参考文献	23

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准使用重新起草法修改采用 ISO 17974:2002《表面化学分析 高分辨俄歇电子能谱仪 元素和化学态分析用能量标校准》。

本标准与 ISO 17974:2002 技术差异及其原因如下：

——关于规范性引用文件，本标准做了具有技术性差异的调整，以适应我国的技术条件，调整的情况集中反映在第 2 章“规范性引用文件”中，具体调整如下：

- 用 GB/T 22461—2008 代替 ISO 18115:2001, IDT；
- 增加了 GB/T 27025—2008 代替 ISO 17025—2005, MOD。

本标准还做了下列编辑性修改：

——将标准名称修改为《表面化学分析 高分辨俄歇电子能谱仪 元素和化学态分析用能量标校准》；

——将缩略语、图、表、公式、附注等进行规范性修改。

本标准由全国微束分析标准化技术委员会(SAC/TC 38)提出并归口。

本标准起草单位：清华大学、厦门大学。

本标准主要起草人：姚文清、王水菊、张占男、牟豪杰、李展平、朱永法。

引 言

俄歇电子能谱(AES)广泛用于材料的表面分析。通过由测量谱确定的俄歇电子峰动能与不同元素动能的列表值或谱图手册的比对,识别样品所含除氢和氦以外的元素。这些元素化学状态的信息可由测量的俄歇电子特征峰相对于参考态的化学位移而得到。辨识化学态要求对化学位移的测量准确度达到 0.1 eV,逐一进行所需的测量,并需有足够准确的参考源,因而要求对俄歇电子能谱器的动能标进行校准,通常不确定度要 ≤ 0.3 eV。

本标准中规定的校准动能标的方法使用金属样品纯铜(Cu)和纯铝(Al)或纯金(Au)。该校准方法用于相对分辨率为 0.2%或更好的俄歇电子谱测量直接谱。其适用的动能范围对于金为 0~2250 eV,对于铝则为 0~1 550 eV。

通常俄歇电子的动能参考真空能级,这种参考仍被诸多分析者使用。然而真空能级是不确定的,不同的仪器会相差 0.5 eV 以上。尽管使用真空能级作为参考不会导致元素识别的模糊,却会导致与化学态有关的高分辨测量中的不确定性。因此,在设计俄歇电子能谱和 X 射线光电子能谱用的仪器时,参考费米能级动能,其数值要比参考真空能级高 4.5 eV。本标准的动能参考费米能级。

为提供符合 GB/T 27025(ISO 17025)^[1]要求的分析,以及为其他目的进行校准的俄歇电子能谱,可能需要一份估计校准的不确定度声明。这些仪器限于在一定的容差限 $\pm\delta$ 以内得到对其动能测量的校准。 δ 值在本标准中不作规定,因它视俄歇电子能谱的应用和设计而定。 δ 值由使用者根据使用本标准的经验、仪器校准的稳定性、仪器在预期应用中进行动能测量所需的不确定度以及进行校准所需的工作量自行选择。本标准提供可用选择合适 δ 值的资料。通常 $\delta\geq 0.2$ eV且大于重复性标准偏差 σ_R 的 4 倍。

对于一台待校准仪器计录仪器随时间漂移后,对参考动能值的离散加上 95%置信度扩展的校准不确定度不得超过所选的容差限。在谱仪可能失校之前,应重新校准;对其进行校准测量并采取措施减小测量值和参考值之差。这一差值并不一定要减小到零,但通常要减小到该分析工作所要求的容差限的若干分之一。

尽管本标准不考虑仪器自身可能存在的所有缺陷,因为所要求的测试会非常耗时,且需兼备专业知识和设备。但本标准论述了俄歇电子能谱动能标校准中的基本和共性的问题。

表面化学分析 高分辨俄歇电子能谱仪 元素和化学态分析用能量标校准

1 范围

本标准规定了用于表面元素和化学态分析的俄歇电子能谱的动能标校准方法。并且还规定了校准日程安排,用于在中间某一能量值测试动能标线性、在高低动能区各取一点确认标尺校准的不确定度、校正标尺小漂移以及规定在 95%置信度时该动能标校准的扩展不确定度(这个不确定度包括实验室之间研究中观察到的各种现象,但不涵盖所有可能的缺陷)。

本标准仅适用于配备溅射清洁离子枪的仪器。不适用于以下情况的仪器:动能标尺的误差随能量明显非线性变化;工作于谱仪的相对分辨率低于 0.2%的固定 $\Delta E/E$ 模式或固定 ΔE 为 1.5 eV 模式时,要求容差极限为 ± 0.05 eV 或更小。也不适用于电子枪不能在 5 keV~10 keV 能量范围操作的仪器。本标准不提供全标尺校准检验,该检验要对每一个在能量标尺上能设定的点加以验证,且应按仪器制造商的推荐程序进行。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 22461—2008 表面化学分析—词汇(ISO 18115:2001)

GB/T 27025—2008 检测和校准实验室能力的通用要求(ISO 17025:2005)

3 术语和定义

GB/T 22461—2008 中界定的术语和定义适用于本文件。

4 符号和缩略语

本标准使用以下的符号和缩略语(另见附件 B)。

AES	俄歇电子能谱
A	分析器减速因子
<i>a</i>	测得的能量比例误差
<i>b</i>	测得的零点偏移误差,以 eV 为单位
<i>c</i>	<i>R</i> 的系数
<i>d</i>	R^2 的系数
E_{corr}	校正 E_{meas} 后的动能结果,以 eV 为单位
E_{elem}	某一频繁被测元素的动能,其值在指出的动能标上已设定,经校准后能准确读出,以 eV 为单位
E_{meas}	测得的动能,以 eV 为单位
$E_{\text{meas},n}$	第 <i>n</i> 个峰的平均测量动能,以 eV 为单位