



中华人民共和国国家标准

GB/T 21006—2007/ISO 21270:2004

表面化学分析 X射线光电子能谱仪和 俄歇电子能谱仪 强度标的线性

Surface chemical analysis—X-ray photoelectron and Auger electron
spectrometers—Linearity of intensity scale

(ISO 21270:2004, IDT)

2007-07-26 发布

2008-03-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

目 次

前言	I
引言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 符号	1
4 方法概要	1
5 何时使用本标准	2
6 评估强度线性的程序	2
附录 A (资料性附录) 用谱比率法(方法二)线性测量结果举例	8
参考文献	10

前 言

本标准等同采用 ISO 21270:2004《表面化学分析 X 射线光电子能谱仪和俄歇电子能谱仪 强度
标的线性》(英文版)。

本标准等同翻译 ISO 21270:2004。为了方便使用,本标准做了下列编辑性修改:

——用小数点符号“.”代替小数点符号“,”;

——用“本标准”代替“本国际标准”。

本标准附录 A 为资料性附录。

本标准由全国微束标准化技术委员会提出并归口。

本标准起草单位:中国科学院化学研究所、中国计量科学研究院。

本标准起草人:刘芬、邱丽美、赵良仲、王海、宋小平、沈电洪。

引 言

用俄歇电子能谱(AES)或 X 射线光电子能谱(XPS)对材料表面进行定量分析时需要测量谱线强度。除非经过校正,仪器强度标的非线性将直接导致所测结果存在误差。通常,强度标在非常低的计数率时是线性的,但随着计数率的增加将逐渐变成非线性。强度测量依赖于强度信号测量系统,其输出的信号被设定正比于所测的强度。在计数系统中,期望此比值是 1。如果此比值随信号强度或计数率而改变,则此测量系统被认为是非线性的。通常认为非线性小于 1%并不严重。当计数率超过最高容许计数率 5%时,强度标的非线性可能会超过 1%^[1,2]。对许多仪器来说,只要正确设置检测系统,则非线性在数月内不会有显著变化。对上述仪器,计数率可以用相应的关系式进行校正,使得校正后的强度在最大容许计数率的更大范围内都是线性的。本标准描述了两种用于校正的简单关系式,其中涉及到一个称为检测系统死时间的参数。有些仪器的非线性不能用简单的关系式预测或描述。对这些仪器,本标准可用于测量非线性程度和确定可接受的线性离散限度下的最大计数率。这种线性离散限度可由用户根据分析要求恰当地选定。

本标准提供了两种测量线性的方法。方法一的原理是谱仪的输出信号正比于 AES 中的电子束流或 XPS 中的 X 射线束通量^[1]。这是最简单的方法,可在下述仪器上进行操作,这些仪器的束流或通量可设定 30 个或者更多个近似等距间隔,直至使用本标准规定的最大计数率所需的束流或通量。但对于有些 X 射线通量只能设定 2 个或小于 30 个预定值的 XPS 谱仪,不能使用方法一,需要用方法二^[2]。

当鉴定一台新谱仪时,为了使谱仪能在合适的计数率范围内工作需要使用本标准。在下述情况下需要重新使用本标准校正:1)对检测电路作任何实质性调整后;2)(自从上次使用本标准检验后)倍增器电压已经增加了厂商提供的增量范围的 1/3 后;3)更换电子倍增器后;4)间隔大约 12 个月后。

表面化学分析 X 射线光电子能谱仪和 俄歇电子能谱仪 强度标的线性

1 范围

本标准规定了两种方法,用于测定 AES 和 XPS 谱仪强度标在容许线性离散限度范围内的最大计数率。它也包括校正强度非线性的方法,以便那些谱仪可使用更高的最大计数率,对于这些谱仪相关的校正公式已被证明是有效的。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

ISO 18115 表面化学分析 词汇

3 符号

E_{Cu} ——测量的 $\text{CuL}_{3\text{VV}}$ 峰的能量值;

E_j ——第 j 个能量通道的能量值;

I_i ——AES 中第 i 个电子束流通量值或 XPS 中第 i 个 X 射线阳极发射电流值;

k ——常数;

$M_{\text{H}}(E_j)$ ——高强度 X 射线谱在能量 E_j 处的校正计数率;

M_i ——第 i 个通量值的校正计数率;

$M_{\text{L}}(E_i)$ ——低强度 X 射线谱在能量 E_j 处的校正计数率;

$N_{\text{H}}(E_j)$ ——高强度 X 射线谱在能量 E_j 处的测量计数率;

N_i ——第 i 个通量值的测量计数率;

$N_{\text{L}}(E_j)$ ——低强度 X 射线谱在能量 E_j 处的测量计数率;

N_{max} ——该系统使用的和使该系统保持在由 $k(1 \pm \delta)$ 给定的容许线性离散限范围内的最大计数率;

$\pm \delta$ ——线性限度分数;

τ_{e} ——延长死时间;

τ_{n} ——非延长死时间。

4 方法概要

可用两种方法评估仪器强度的线性。本标准提供的方法一是一种通用方法,它适用于 AES 仪器以及 X 射线通量可有 30 个或更多个等距间隔和已知增量的 XPS 谱仪。该法称为改变源通量法。对于 X 射线通量只有 2 个或更多但少于 30 个设置的 XPS 谱仪,方法一不适用;本标准提供了方法二,该法叫做谱比率法。

在方法一中,谱仪必须配备用于清洁样品的惰性气体离子溅射枪。强度标线性测量用溅射清洁过的纯铜样品进行。方法二也可用该样品;如果没有配备离子枪,则可用不锈钢样品或样品托。6.1 中描述了样品的选择,6.2 和 6.3 则叙述了样品的准备步骤。6.4 介绍了谱仪设置的选择,6.5 描述了仪器的操作。