



中华人民共和国国家标准

GB/T 32997—2016/ISO 11505:2012

表面化学分析 辉光放电发射光谱定量 成分深度剖析的通用规程

Surface chemical analysis—General procedures for quantitative compositional
depth profiling by glow discharge optical emission spectrometry

(ISO 11505:2012, IDT)

2016-10-13 发布

2017-09-01 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	Ⅲ
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 原理	1
4 仪器	1
5 调整辉光放电发射光谱仪系统的设置	3
6 样品处理	7
7 建立工作曲线	7
8 测试样品的分析	11
9 分析结果的表示	11
10 精密度	12
11 实验报告	13
附录 A (规范性附录) 深度剖析中工作曲线常数的计算和定量评价	14
附录 B (资料性附录) 测定元素的建议谱线	23
参考文献	25

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准使用翻译法等同采用 ISO 11505:2012《表面化学分析 辉光放电发射光谱定量成分深度剖析的通用规程》。

与本标准中规范性引用的国际文件有一致性对应关系的我国文件如下：

- GB/T 19502—2004 表面化学分析 辉光放电发射光谱方法通则(ISO 14707:2000, IDT)；
- GB/T 20066—2006 钢和铁 化学成分测定用试样的取样与制样方法(ISO 14284:1996, IDT)。

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：宝山钢铁股份有限公司。

本标准起草人：张毅、缪乐德、何晓蕾、邬君飞、陈英颖。

表面化学分析 辉光放电发射光谱定量 成分深度剖析的通用规程

1 范围

本标准规定了辉光放电发射光谱法测定材料表层薄膜的厚度、质量(单位面积)和化学成分的方法。本标准仅限于辉光放电发射光谱法深度剖析定量化通用规程的描述,并不能直接应用于具有不同厚度和元素的待测个体材料的定量化。

注:任何一个针对测试材料表面分析的标准均需要明确表层厚度和分析元素,并提供实验室间共同实验结果以确认方法的有效性。

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。

ISO 14707 表面化学分析 辉光放电发射光谱方法通则[Surface chemical analysis—Glow discharge optical emission spectrometry(GD-OES)—Introduction to use]

ISO 14284 钢和铁 化学成分测定用试样的取样与制样方法(Steel and iron—Sampling and preparation of samples for the determination of chemical composition)

3 原理

辉光放电发射光谱法的分析包括如下的过程:

- a) 在直流或射频辉光源装置中,使样品表层产生阴极溅射。
- b) 辉光放电源的等离子体中,被测物原子和离子的激发。
- c) 被测物原子和离子特征谱线发射强度随时间变化的光谱测量(定性深度剖析)。
- d) 通过工作曲线,将定性深度剖析中强度随时间的关系转化为质量分数随溅射深度的关系(定量化)。通过测量已知化学成分和溅射率的样品建立系统工作曲线。

4 仪器

4.1 辉光放电发射光谱仪

4.1.1 概述

所需仪器如 ISO 14707 中所述,应包括 Grimm 型或类似的辉光放电源(直流或射频)和一个多道式发射光谱仪,能提供分析元素的适宜谱线。顺序式光谱仪不适用,因为必须在高速数据采集下同时测定多个分析元素波长的强度。

辉光放电光源的中空阳极内径尺寸应为 1 mm~8 mm,薄样品分析建议使用冷却装置,如带循环冷却液的金属块,但在本方法的操作中并不要求必须配备。

由于样品测定原理基于表层薄膜的连续溅射,因此光谱仪应配备一个数字读出系统记录时间分辨