



中华人民共和国国家标准

GB/T 28633—2012/ISO 24237:2005

表面化学分析 X 射线光电子能谱 强度标的重复性和一致性

Surface chemical analysis—X-ray photoelectron spectroscopy—
Repeatability and constancy of intensity scale

(ISO 24237:2005, IDT)

2012-07-31 发布

2013-02-01 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 符号及缩略语	1
3 方法概述	1
4 评估强度标重复性和一致性的方法	3
4.1 获取参考样品	3
4.2 安装样品	3
4.3 清洁样品	3
4.4 选择测定强度稳定性的能谱仪参数设置	4
4.5 操作仪器	4
4.6 初始或后续的评估测量选项	4
4.7 测量强度和重复性	4
4.8 计算峰面积强度、强度比和不确定度	5
4.9 强度标一致性的常规评估方法	5
4.10 再次评估	7
附录 A (资料性附录) 非单色 MgK _α X 射线源的商品 X 射线光电子能谱仪强度重复性测量和 计算实例	8
A.1 符号	8
A.2 商品 X 射线光电子能谱仪强度重复性测量和计算实例	8
参考文献	11

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准采用翻译法等同采用 ISO 24237:2005(E)《表面化学分析 X 射线光电子能谱 强度标的重复性和一致性》。

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:北京师范大学分析测试中心。

本标准主要起草人:吴正龙。

引 言

X 射线光电子能谱(XPS)广泛应用于材料表面分析。从测得的光电子谱中,得到样品表面各元素内能级的结合能,对照元素结合能表鉴别样品中的不同元素(除氢和氦以外)。从测得光电子峰的强度可以得到这些元素的定量信息。应用公式和仪器厂家提供的相对灵敏度因子,就可进行定量计算。灵敏度因子是否适用于仪器是至关重要的,通常在仪器安装后或经合格机构校准仪器的峰强度/能量响应函数后,灵敏度因子才能直接被应用。在本标准中,阐述了影响 XPS 峰强度测量不确定度的两个重要的仪器因素:(1)峰强度测量的重复性;(2)峰强度随时间的漂移。

对于分析类似样品的变化趋势和差异,重复性是重要的。影响测量重复性的有关仪器方面的因素有:X 射线源的稳定性、检测器的设置、仪器对样品位置的敏感性、数据采集参数和数据处理方法。仪器强度标的漂移将影响任何定量结果分析的总体准确度。这种漂移是由于受到仪器部件、电子控制单元和检测器的老化等因素的影响。在 XPS 仪器中,已经发现仪器在使用中,仪器的强度/能量响应函数会随仪器使用年限而变化。

本标准描述了一种测定仪器强度标的重复性和一致性的简单方法,以便仪器校准,如改进操作步骤、重新设置仪器参数或重新校准强度/能量响应函数。所以,应定期重复使用这种方法检测仪器,如果仪器厂家或合格机构已经检查过仪器能正常工作,则在此期间内本方法是非常有用的。本方法使用纯铜(Cu)样品,适用于非单色铝(Al)或镁(Mg)X 射线源的 X 射线光电子能谱仪,或单色铝(Al)X 射线源的 X 射线光电子能谱仪。

本方法不是阐述仪器所有存在的可能误差,因为这很耗费测试时间,且需要专业知识和设备。而是阐述了 XPS 仪器强度标的常见基本问题,即重复性和漂移问题。在使用本方法时可同时使用 GB/T 22571—2008^[1] 校准仪器能量。

表面化学分析 X 射线光电子能谱 强度标的重复性和一致性

1 范围

本标准规定了常规分析中一种评估 X 射线光电子能谱仪强度标的重复性和一致性的方法,采用非单色 Al/Mg 或单色 Al X 射线源。本标准只适用于装有溅射离子枪的仪器。本标准不做强度/能量响应函数的校准。此校准应由仪器制造厂家或其他合格机构完成。本标准提供的数据用于评估和确认仪器使用期间强度/能量响应函数保持恒定的准确度。本标准提供了一些可能会影响一致性的仪器设置指导意见。

2 符号及缩略语

A_2	扣除 Shirley 本底后 Cu 2p _{3/2} 峰的平均峰面积
A_{2j}	A_2 的一个分量值,为在一组测量中第 j 次测量的值
A_3	扣除 Shirley 本底后, Cu 3p 峰的平均峰面积
A_{3j}	A_3 的一个分量值,为在一组测量中第 j 次测量的值
i	3 个参量其中之一 P_i 的标识符号
j	独立测量的参量之一 P_{ij} 的下标
P_i	表示 A_2 、 A_3 和 A_3/A_2 中任一量的平均值参量
P_{ij}	第 j 次测量的平均值 P_i 的参量
$U_{95}(P_i)$	置信限 95% 时 P_i 平均值的不确定度
XPS	X 射线光电子能谱
δ	置信限 95% (由分析者设定) 时 A_3/A_2 的一致性容差值
Δ	仪器结合能标尺的能量漂移量,等于被测 Cu 2p _{3/2} 峰最大强度的结合能值减去 932.7 eV
$\sigma(P_i)$	参量 P_i 的重复性标准偏差

3 方法概述

此处为方法概述,以便能理解第 4 章中的详细步骤。在合适的参数下测量 Cu 2p_{3/2} 和 Cu 3p X 射线光电子峰强度,获得并准备铜箔参考物质是必要的,以使用该方法评估 X 射线电子能谱仪的重复性和一致性。选择这些峰是由于它们靠近实际分析中结合能的高端限和低端限。这些峰都已明确选定,并有相应的参考数据。

初始步骤标准物质准备和仪器参数设置见 4.1~4.5,其流程图见图 1,图中包含有相关的子标题。

如果以前没有测定过强度的重复性,用户需要从 4.6 进入到 4.7。在 4.7 中,按顺序重复 7 次测量 Cu 2p_{3/2} 和 Cu 3p 峰的强度。这些数据给出峰强度重复性标准偏差。重复性源于以下因素: X 射线源、能谱仪检测器和电子单元电源的稳定性;峰强度测量对样品位置的敏感性以及谱峰处的统计学噪声。在本方法中,应限定工作条件以保证强度测量统计学噪声相对小。这一点在附录 A 中进行了讨论。重复性标准偏差的值会取决于样品的定位方法。在 4.7.1 中,需要运用同一方法定位样品,最终的校准仅对用该方法定位的样品才有效。