

國家
標準
編

2004年制定



中国国家标准汇编

308

GB 19500~19530

(2004 年制定)

中国标准出版社

2005

图书在版编目 (CIP) 数据

中国国家标准汇编. 308: GB 19500~19530: 2004 年
制定/中国标准出版社总编室编. —北京: 中国标准出版社, 2005

ISBN 7-5066-3710-3

I. 中… II. 中… III. 国家标准-汇编-中国-2004
IV. T-652.1

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2005) 第 020186 号

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街 16 号
邮政编码: 100045

网址 www.bzchs.com

电话: 68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 42.75 字数 1 253 千字

2005 年 5 月第一版 2005 年 5 月第一次印刷

*

定价 120.00 元



如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话: (010)68533533

ISBN 7-5066-3710-3



9 787506 637107 >

出版说明

1.《中国国家标准汇编》是一部大型综合性国家标准全集。自 1983 年起,按国家标准顺序号以精装本、平装本两种装帧形式陆续分册汇编出版。本《汇编》在一定程度上反映了我国建国以来标准化事业发展的基本情况和主要成就,是各级标准化管理机构,工矿企事业单位,农林牧副渔系统,科研、设计、教学等部门必不可少的工具书。

2. 本《汇编》收入我国正式发布的全部国家标准。各分册中如有顺序号缺号的,除特殊情况注明外,均为作废标准号或空号。

3. 由于本《汇编》的出版时间与新国家标准的发布时间已达到基本同步,我社将在每年出版前一年发布的新制定的国家标准,便于读者及时使用。出版的形式不变,分册号继续顺延。

4. 由于标准不断修订,修订信息不能在本《汇编》中得到充分和及时的反应,根据多年来读者的要求,自 1995 年起,在本《汇编》汇集出版前一年发布的新制定的国家标准的同时,新增出版前一年发布的被修订的标准的汇编版本,视篇幅分设若干分册。这些修订标准汇编的正书名、版本形式与《中国国家标准汇编》相同,但不占总的分册号,仅在封面和书脊上注明“20××年修订-1,-2,-3,……”字样,作为本《汇编》的补充。读者配套购买则可收齐前一年制定和修订的全部国家标准。

5. 由于读者需求的变化,自第 201 分册起,仅出版精装本。

本分册为第 308 分册,收入国家标准 GB 19500~19530 的最新版本。

中国标准出版社

2005 年 3 月

目 录

GB/T 19500—2004	X 射线光电子能谱分析方法通则	1
GB/T 19501—2004	电子背散射衍射分析方法通则	11
GB/T 19502—2004	表面化学分析 辉光放电发射光谱方法通则	18
GB 19503—2004	原产地域产品 沁州黄小米	29
GB 19504—2004	原产地域产品 贺兰山东麓葡萄酒	39
GB 19505—2004	原产地域产品 露水河红松籽仁	47
GB 19506—2004	原产地域产品 吉林长白山人参	55
GB 19507—2004	原产地域产品 吉林长白山中国林蛙油	75
GB 19508—2004	原产地域产品 西凤酒	85
GB/T 19509—2004	锯齿衣分试轧机	93
GB 19510.1—2004	灯的控制装置 第1部分:一般要求和安全要求	99
GB 19510.3—2004	灯的控制装置 第3部分:钨丝灯用直流/交流电子降压转换器的特殊要求	141
GB 19510.9—2004	灯的控制装置 第9部分:荧光灯用镇流器的特殊要求	165
GB 19510.10—2004	灯的控制装置 第10部分:放电灯(荧光灯除外)用镇流器的特殊要求	181
GB 19510.11—2004	灯的控制装置 第11部分:高频冷启动管形放电灯(霓虹灯)用电子换流器和变频器的特殊要求	197
GB/Z 19511—2004	工业、科学和医疗设备(ISM)——国际电信联盟(ITU)指定频段内的辐射电平指南	212
GB/T 19512—2004	声学 消声器现场测量	216
GB/T 19513—2004	声学 规定实验室条件下办公室屏障声衰减的测量	237
GB/T 19514—2004	乘用车 行李舱 标准容积的测量方法	247
GB/T 19515—2004	道路车辆 可再利用性和可回收利用性计算方法	253
GB/T 19516—2004	高速公路有线紧急电话系统技术要求	263
GB 19517—2004	国家电气设备安全技术规范	272
GB 19518.1—2004	爆炸性气体环境用电气设备 电阻式伴热器 第1部分:通用和试验要求	288
GB/T 19518.2—2004	爆炸性气体环境用电气设备 电阻式伴热器 第2部分:设计、安装和维护指南	307
GB/T 19519—2004	标称电压高于1000V的交流架空线路用复合绝缘子——定义、试验方法及验收准则	333
GB/T 19520.3—2004	电子设备机械结构 482.6mm(19in)系列机械结构尺寸 第3部分:插箱及其插件	365
GB/T 19520.4—2004	电子设备机械结构 482.6mm(19in)系列机械结构尺寸 第4部分:插箱及其插件 附加尺寸	382
GB/T 19520.5—2004	电子设备机械结构 482.6mm(19in)系列机械结构尺寸 第5-100部分:插箱及其插件 设计概述	395
GB/T 19520.6—2004	电子设备机械结构 482.6mm(19in)系列机械结构尺寸 第5-101部分:	

	插箱及其插件 插拔器手柄	404
GB/T 19520.7—2004	电子设备机械结构 482.6mm(19in)系列机械结构尺寸 第 5-102 部分: 插箱及其插件 电磁屏蔽结构	412
GB/T 19520.8—2004	电子设备机械结构 482.6mm(19in)系列机械结构尺寸 第 5-103 部分: 插箱及其插件 静电放电防护	420
GB/T 19520.9—2004	电子设备机械结构 482.6mm(19in)系列机械结构尺寸 第 5-104 部分: 插箱及其插件 编码键	428
GB/T 19520.10—2004	电子设备机械结构 482.6mm(19in)系列机械结构尺寸 第 5-105 部分: 插箱及其插件 定位/接地销	438
GB/T 19520.11—2004	电子设备机械结构 482.6mm(19in)系列机械结构尺寸 第 5-107 部分: 插箱及其插件 后安装插件	447
GB 19521.1—2004	易燃固体危险货物危险特性检验安全规范	459
GB 19521.2—2004	易燃液体危险货物危险特性检验安全规范	465
GB 19521.3—2004	易燃气体危险货物危险特性检验安全规范	471
GB 19521.4—2004	遇水放出易燃气体危险货物危险特性检验安全规范	477
GB 19521.5—2004	自燃固体危险货物危险特性检验安全规范	483
GB 19521.6—2004	腐蚀性危险货物危险特性检验安全规范	489
GB 19521.7—2004	毒性危险货物危险特性检验安全规范	495
GB 19521.8—2004	毒性气体危险货物危险特性检验安全规范	503
GB 19521.9—2004	气体混合物危险货物危险特性检验安全规范	509
GB 19521.10—2004	压缩气体危险货物危险特性检验安全规范	515
GB 19521.12—2004	有机过氧化物危险货物危险特性检验安全规范	521
GB 19521.13—2004	危险货物小型气体容器检验安全规范	543
GB 19521.14—2004	危险货物中小型压力容器检验安全规范	549
GB 19522—2004	车辆驾驶人员血液、呼气酒精含量阈值与检验	557
GB/T 19523—2004	缩微摄影技术 16mm 与 35mm 缩微胶片防光片盘与片盘 技术规范	563
GB/T 19524.1—2004	肥料中粪大肠菌群的测定	571
GB/T 19524.2—2004	肥料中蛔虫卵死亡率的测定	577
GB/T 19525.1—2004	畜禽环境 术语	581
GB/T 19525.2—2004	畜禽场环境质量评价准则	615
GB/T 19526—2004	羊寄生虫病防治技术规范	627
GB/T 19527—2004	青海湖裸鲤繁育技术规程	635
GB/T 19528—2004	奥尼罗非鱼亲本保存技术规范	643
GB/T 19529—2004	技术信息与文件的构成	652
GB/T 19530—2004	油淬火一回火弹簧钢丝用热轧盘条	667



中华人民共和国国家标准

GB/T 19500—2004

X 射线光电子能谱分析方法通则

General rules for X-ray photoelectron spectroscopic analysis method

2004-04-30 发布

2004-12-01 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

前 言

本标准提出单位：全国微束分析标准化委员会。

本标准归口单位：全国微束分析标准化委员会。

本标准负责起草单位：北京大学化学与分子工程学院。

本标准主要起草人：黄惠忠。

本标准参加起草人：曹立礼、赵良仲、王亦曼、吴文辉、沈电洪、朱永法、刘 芬、于广华、吴正龙。

X 射线光电子能谱分析方法通则

1 范围

本标准规定了 X 射线光电子能谱 (XPS, X-ray Photoelectron Spectroscopy 或 ESCA, Electron Spectroscopy for Chemical Analysis) 的一般表面分析方法以及相关的表面化学分析术语的含义, 适用于 X 射线光电子能谱仪。

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。

JJG 013—1996 电子能谱计量检定规程

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

定量分析 quantitative analysis

对样品中被分析物数量的确定。

注 1: 分析物可以是天然的元素或化合物。

注 2: 数量可表示为原子或质量百分数、原子或质量分数、每单位体积的摩尔或质量、每单位面积的 (原子) 数、每单位体积的 (原子) 数或按要求所设。

注 3: 样品材料可能是非均匀的, 因此在解释中要应用特定的模型结构, 并且需说明该模型的细节。

3.2

电子减速 electron retardation

在电子能量分析器前或分析器内使电子运动速度降低后测定动能分布的方法。

3.3

峰-本底比 peak-to-background ratio

本底强度以上峰的最大高度与本底高度之比。

注: 需给出测定本底的方法。

3.4

峰宽或线宽 peak width or line width

在峰高度某个确定的分数处的峰的宽度。

注 1: 应说明所用的扣除本底方法。

注 2: 最通用的峰宽测量是取在最大峰高一半处峰的宽度。

注 3: 对不对称峰而言, 简便的测量是取在峰的每侧最大强度一半处的宽度。

3.5

飞离角 take-off angle

光电子在其离开固体表面时的轨迹和该处或平均表平面之间的角度。

注 1: 需要给定特定的表平面。

注 2: 飞离角与发射角互为余角。

注 3: 从前, 飞离角有时被错误地意指为发射角。

3.6

峰面积 peak area

谱图中扣除本底后峰所包含的面积。

参照：非弹性电子散射本底扣除。

3.7

非弹性电子散射本底扣除 inelastic electron scattering background subtraction

校正非弹性电子散射对本底贡献的方法。

注：常用模拟峰本底的方法估计，估计时假定本底上升是线性的或正比于较高动能处的峰面积，如同 Shirley 本底那样。更精确的校正方法是解叠分别测量的电子能量损失谱。

3.8

固定分析器能量方式 constant ΔE mode; constant analyzer energy mode; CAE mode; fixed analyzer transmission mode; FAT mode

电子能量分析器的一种工作方式。该方式改变电子减速电位，但电子通过分析器色散的能量保持不变。

注：XPS 中常用的方式，此时在收谱期间能量分辨率高且保持不变。

3.9

光电效应 photoelectric effect

光子与原子、分子和固体中束缚电子的相互作用，导致光电子的生成。

3.10

光电发射 photoemission

由光电效应引起原子或分子中的电子发射。

3.11

结合能 binding energy

将特定能级上的电子移到固体费米能级或移到自由原子或分子的真空能级所需消耗的能量。

3.12

计数 counts

在一定时间内检测器系统记录到的脉冲总数。

注：计数可以不同方式表示，对粒子数——检测时（计数测量中没有死时间损失），遵从泊松（Poisson）统计（除存在其他噪声源外），或简单地正比于检测粒子数，故需要明确说明计数方式。

3.13

每通道能量（步长） energy per channel

能谱中相邻通道（即收谱时的最小能量范围）间的能量差。

3.14

能量分辨率 energy resolution

对单能量粒子而言，是所测能量分布最大高度一半处的全宽（FWHM）。

3.15

通能 pass energy

电子能量分析器能量色散部分中被检测电子的平均动能。

3.16

特征 X 射线 characteristic X-rays

由离子化原子发射出的光子，它具有特定的能量分布和具有不同原子序数和化学环境的强度特征。

注：在 XPS 中，这个术语通常应用于激发样品中光电子的 X 射线源。

3.17

X 射线线宽 X-ray linewidth

主要特征 X 射线的能量宽度。

注 1:在 XPS 中 X 射线线宽常指 X 射线源的线宽。

注 2:X 射线线宽对光电子峰宽有影响。

3.18

X 射线光电子能谱 X-ray photoelectron spectroscopy, XPS

一种使用电子谱仪测量 X 射线光子辐照时样品表面所发射出的光电子和俄歇电子能量分布的方法。

注:通常用的 X 射线源是非单色化的 Al 和 Mg 的 $K\alpha$ X 射线,其能量分别为 1486.6 eV 和 1253.6 eV。现代谱仪也使用单色化的 Al $K\alpha$ X 射线。一些谱仪使用其他阳极或者同步辐射所产生的不同的 X 射线源。

3.19

逸出功 work function

电子在费密能级和正好在指定表面外最大电势处之间的电势差。

注 1:通常单晶不同晶面的逸出功是不同的。逸出功也与晶体表面的清洁状态有关。

注 2:多晶表面展示平均逸出功,它与所暴露组成的单晶面的类型和面积有关。

3.20

与角度有关的 XPS Angle-resolved XPS, ARXPS; Angle-Dependent XPS, ADXPS

测量 X 射线光电子强度和发射角之间函数关系的一种方法。

注:这个方法通常被用来获得不同元素或化合物在表面约为 (0~10) nm 厚度范围内深度分布的信息。

3.21

元素相对灵敏度因子 relative elemental sensitivity factor

正比于绝对元素灵敏度因子的系数,比例常数的选取是使所选元素的特定跃迁其值是 1。

注 1:通常所用元素的跃迁,对 XPS 采用 Cls 或 Fls 为基准。

注 2:所用的灵敏度因子种类应适用于例如均匀样品或偏析层的分析。

注 3:为了应用合适的基体或其他参数,应给出灵敏度因子的来源。

注 4:灵敏度因子与激发源、谱仪和样品对仪器的上述部件取向等参数有关,灵敏度因子也与待分析的基体有关。

3.22

自旋轨道分裂 spin orbit splitting

由自旋和轨道角动量耦合而引起原子的 p、d 或 f 能级的分裂。

4 方法原理

具有足够能量($h\nu$)的 X 光束与样品相互作用,光子全部能量转移给原子或分子 M 中的束缚电子,使不同能级的电子以特定几率电离。该光电过程以下式表示: $M+h\nu \rightarrow M^{++}+e^-$,式中 M^{++} 为电离后形成的激发态离子。以 X 射线为激发源,检测光电子强度按结合能或动能的分布称为 X 射线光电子能谱(XPS)。

X 射线光电子能谱中各特征谱峰的峰位、峰形和强度(以峰高或峰面积表征)反映样品表面的元素组成、相对浓度、化学状态和分子结构,依此对样品进行表面分析。

5 仪器

5.1 仪器组成

电子能谱仪装置框图如图 1 所示。由激发源、样品室、能量分析器、探测器和数据采集与处理系统(包括记录仪和计算机等)及超高真空系统等组成。

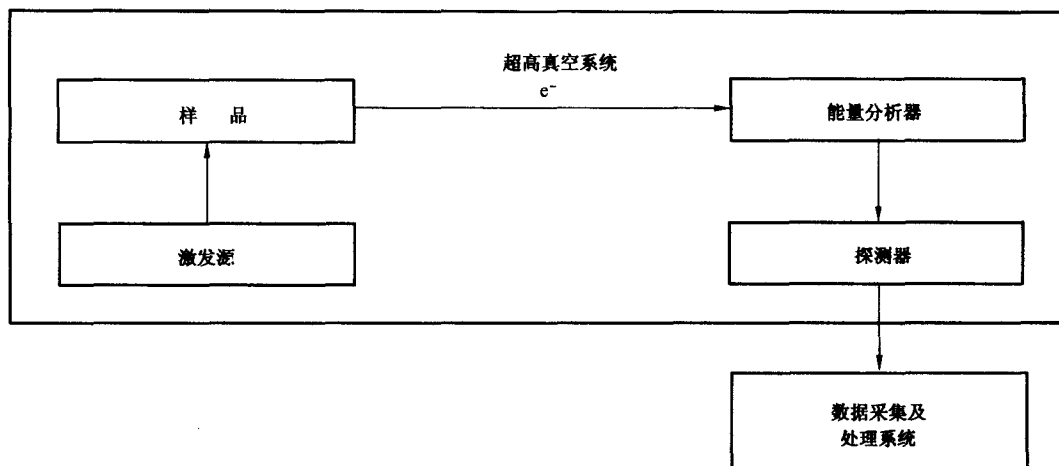


图 1 电子能谱仪装置框图

5.1.1 X 射线激发源

X 射线光电子能谱采用软 X 射线作为激发源。通常使用能量为 1 253.6 eV、半高宽为 0.7 eV 的 Mg K α 射线或能量为 1 486.6 eV、半高宽为 0.85 eV 的 Al K α 射线。上述 X 射线是由 X 射线源内电子轰击 Mg 或 Al 靶产生。除 Mg 或 Al 靶外,也可根据需要配置某些高能靶,以获得高能 X 射线。对 ZrL α 、AgL α 和 TiK α 的能量/峰宽,分别为 2 042.4 eV/1.6 eV、2 984.3 eV/2.6 eV 和 4 510.9 eV/2.0 eV。各种射线可以通过选择与更换相应的靶而获得。

为了改善 X 射线激发源的质量,可使用单色器。单色器可以使 X 射线源的主线线宽变窄,如使 Al K α 射线的半高宽减至 0.4 eV 或更窄,同时滤除伴线和韧致辐射连续本底。使用单色器可提高 X 射线光电子能谱的能量分辨率和信噪比,但会使 X 射线的强度衰减。

常规 X 射线源的照射区域的直径约为 10 mm 左右。用单色器会聚或用聚焦电子束激发的微束 X 射线源可将照射区域减小至 20 μm ~5 μm 或更小。

5.1.2 能量分析器

能量分析器的作用是测量电子按能量的函数分布。分析器分为磁场式和静电式两种,多采用静电式。常用的静电式分析器又可分为半球型分析器(HSA)和筒镜分析器(CMA)等。

现在主要采用的半球型分析器是由两个同心半球构成,内、外半球分别加上正、负电压。半球两端各有狭缝,能量不同的电子进入狭缝穿过能量分析器的电场时被色散,能量相同但方向不同的电子在出口狭缝处聚焦。当在分析器半球形极板上施加扫描电压时,能量不同的电子将依次通过出口狭缝到达探测器,从而获得电子能谱图。为提高检测灵敏度,在入口狭缝前常加有静电透镜。

筒镜分析器由两个同轴圆筒组成,外筒加负电压,内筒接地,在空心内筒圆周上有入口和出口狭缝。自两圆筒公共轴线上“源”点发射的电子以一定角度穿过入口狭缝,受内、外筒之间径向场作用,相同能量的电子穿出口狭缝聚焦于轴线上检测狭缝处,然后进入探测器。

为改善上述分析器的能量分辨率,通常采用不同方式对电子进行预减速。

5.1.3 探测器

探测器用于探测和放大接受到的微弱电子信号。一般常用通道式电子倍增器、微通道板和位敏探测器。

5.1.4 数据采集与处理系统

用计算机和相应的软件进行数据的采集和处理,如:谱图的微分、积分、平滑、扣除本底和伴峰、退卷积和谐峰拟合等。

5.1.5 超高真空系统

电子能谱仪的激发源、样品室、分析器和探测器都必须在超高真空条件下工作,以维持样品表面原状,减少沾污,并可减少光电子或俄歇电子与残余气体分子的碰撞几率,提供激发源、探测器等必要工作条件。通常 XPS 分析要求真空度优于 10^{-6} Pa。超高真空系统可选择机械泵、扩散泵、涡轮分子泵、溅射离子泵、钛升华泵与冷阱等适当组配而成。

5.1.6 电荷中和器

常用低能电子枪或其他电荷中和器,用以抵消绝缘样品表面荷电效应。

5.1.7 离子枪

常用惰性气体(如 Ar)离子枪,用以清洁样品表面或进行深度剖面分析的刻蚀。

5.2 仪器性能

见 JJG(教委)013—1996《电子能谱计量检定规程》中的 4.1 条。

6 样品

电子能谱适宜于分析固体样品,以表面光滑的片状为好。如将粉末样品用适当的方法固定在样品托上后,也可进行分析。原则上样品表面应维持待分析状态。对表面已被污染的样品,可根据需要采用适当的措施予以清洁。安装时,应尽量使样品与样品托有良好的电接触。对具有放射性、磁性和挥发性的样品,分析时应关注对谱仪的影响并采取相应的措施。

7 分析步骤

7.1 分析准备

能量标尺的校正。

7.1.1 用单标样、双阳极源法

标样为纯银(优于 99.9%),激发源为 Mg K α (X 射线能量 1 253.6 eV)和 Al K α (X 射线能量 1 486.6 eV)两者的能量差为 233.0 eV。

用 Mg K α 和 Al K α 来照射同一纯银样品,分别测 Ag 3d $_{5/2}$ 峰,记录其动能值,如果差值不是 233.0 eV,则调节能量标尺校正器重复测定,直至差值为 233.0 eV。

7.1.2 用单阳极源、三标样法

激发源为 Mg K α 或 Al K α 。标样为纯金(优于 99.9%)、纯银(优于 99.9%)和纯铜(优于 99.9%)。选 Au 的费密能级 $E_F=0$ 为能量标尺零点。标样的标准标定谱线及结合能(eV)为

Au 4f $_{7/2}$	Ag 3d $_{5/2}$	Cu 2p $_{3/2}$
84.0 $\pm$ 0.1	368.3 $\pm$ 0.1	932.7 $\pm$ 0.1

用本法校正时,也可选纯 Ni 或 Pd(优于 99.9%)的费密能级为能量标尺零点。

校正时,应有准确的零点,大量程范围($\sim$ 1 000 eV)内有良好的线性和重现性。

7.1.3 谱峰的重复性

连续重复测定 3~5 次,谱峰峰位的重复性要求在 0.1 eV 以内。

7.2 分析须知

7.2.1 荷电校正

应根据具体样品选用标定物。通常采用在样品上蒸镀金作为参照物来定标,即选定 Au 4f $_{7/2}$ 的结合能为 84.0 eV。有时也可选择内标或以外来污染 Cls 定标。在以污染 Cls 定标时,应特别注意衬底材料对 Cls 结合能的影响。

7.2.2 谱仪能量分辨率

对于 Ag3d_{5/2} 峰,用 Mg Kα 300 W 激发,其峰半高宽应小于 1.2 eV,相应的灵敏度应大于 20 000 计数/秒,分析时可根据要求选用不同的分辨率。

7.3 X 射线光电子能谱(XPS)定性分析

7.3.1 XPS 定性分析原理

X 射线从样品中激发出的光电子涉及束缚电子能级,因而携带了各元素原子的特征信息,在谱图中呈现特征光电子谱峰。根据这些谱峰的位置和化学位移,可以获取表面元素成分、化学态和分子结构等信息。XPS 能检测周期表中除氢、氦以外的所有元素,一般检测限为 0.1%(原子百分数)。

7.3.2 XPS 定性分析方法

如果被测样品成分是未知的,则首先应该进行宽扫描采集全谱。对绝缘样品应进行荷电校正,以鉴定样品中存在的元素。当元素被确定后,则可对选择的峰进行窄扫描,得到更精细的信息。

7.3.2.1 宽扫描

一般全谱的能量范围(结合能)应从 10 eV~1 250 eV(对于 Mg Kα),或扩展到 1 480 eV(对于 Al Kα)。在这个能量范围内能获得绝大多数元素的最强峰。为提高灵敏度,一般应使用较大功率和较宽的分析器狭缝,以及中或低分辨率。

7.3.2.2 窄扫描

如果测定化学位移,或者进行一些数据处理,如峰拟合、退卷积、深度剖析等,则必须进行窄扫描以获得精确的峰位和好的峰形。扫描宽度应足以使峰的两边完整,通常为 10 eV~30 eV。为获得较好的信噪比,可用计算机收集数据并进行多次扫描,常用中分辨率、宽狭缝。

7.4 X 射线光电子能谱(XPS)定量分析

7.4.1 XPS 定量分析原理

X 射线光电子谱线强度反映元素含量或浓度。测量谱线强度,便可进行定量分析。测量样品中元素的绝对浓度相当困难,一般都是测量样品中各元素的相对含量。

假定固体样品在 10 nm~20 nm 深度内是均匀的,其强度 I (每秒钟所检测的光电子数)由下式给出

$$I = n f \sigma \varphi \gamma A T \lambda \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

n ——单位体积中的原子数;

f ——X 射线通量;

σ ——光电离截面;

φ ——与 X 射线和出射光电子的夹角有关的因子;

γ ——光电子产率;

A ——采样面积;

T ——检测系数;

λ ——光电子的非弹性散射平均自由程。

如果已知上式中 $f \sigma \varphi \gamma A T \lambda$, 根据测定的 I 便可知原子浓度 n , 于是得到绝对浓度。但按此式作理论计算是十分困难的,所以往往是测定相对含量,即测样品中各元素的相对比例。设一种元素的浓度为 n_1 , 另一种元素为 n_2 , 则按式(1)得:

$$\frac{n_1}{n_2} = \frac{I_1 / (f_1 \sigma_1 \varphi_1 \gamma_1 A_1 T_1 \lambda_1)}{I_2 / (f_2 \sigma_2 \varphi_2 \gamma_2 A_2 T_2 \lambda_2)} \quad \dots\dots\dots (2)$$

令 $S = f \sigma \varphi \gamma A T \lambda$, 则得

$$\frac{n_1}{n_2} = \frac{I_1 / S_1}{I_2 / S_2} \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中 S 称为元素灵敏度因子。由(3)式可进一步得

$$C_x = \frac{n_x}{\sum_i n_i} = \frac{I_x/S_x}{\sum_i I_i/S_i} \dots\dots\dots (4)$$

式中： i ——样品所含的某种元素；

x ——待测元素；

C_x —— x 元素在样品中所占的原子分数(相对原子浓度)。

只要测得各元素特征谱峰的强度(常用峰面积),再利用相应的元素灵敏度因子,便可得到相对浓度。但影响定量分析的因素很多,例如样品表面组分不均匀、表面污染、化学状态不同对光电离截面的影响等,都将影响分析的准确度,其误差一般较大,过渡金属有更大的误差。在实际分析中也可用对照标样校正,测量元素的相对含量,但标准样品较难获得。

7.4.2 XPS 定量分析方法

一般采用灵敏度因子(最好是在所用谱仪上用标样测得)法,选择 XPS 谱中每个元素中合适峰用以定量分析,用窄扫描重复扫描,以使峰形和信噪比较好。当样品有多种组分时,应尽量选择能量靠近的峰。当有干扰峰存在时,应选择该元素其他特征峰。通常用固定分析器通过能量方式较好,但对高结合能端的元素可用固定减速比方式。定量分析时还应注意对有影响的 X 射线伴峰的扣除。如有震激伴峰(shake-up)等时,谱峰强度为主峰面积与伴峰面积之和。必要时可选用标准样品校正。

对于定量工作,应经常检查谱仪的工作状态。保证分析器响应稳定和处于最佳状态。为此,可记录 Cu 的相隔较大的三条谱线: $2p_{3/2}$ 、 $3p$ 和 L_3VV 俄歇跃迁峰(每个峰的扫描宽度为 20 eV),并测量它们的强度,这些记录将利于发现谱仪是否存在有影响定量分析的变化。

8 分析结果的表述

从峰位和峰形获得样品表面元素成分、化学态和分子结构等信息;从峰强可获得样品表面元素含量或浓度。但绝对测量困难,常进行相对测量。



中华人民共和国国家标准

GB/T 19501—2004

电子背散射衍射分析方法通则

General guide for electron backscatter diffraction analysis

2004-04-30 发布

2004-12-01 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