



中华人民共和国国家标准

GB/T 22571—2017/ISO 15472:2010
代替 GB/T 22571—2008

表面化学分析 X 射线光电子能谱仪 能量标尺的校准

Surface chemical analysis—X-ray photoelectron spectrometers—
Calibration of energy scales

(ISO 15472:2010, IDT)

2017-09-07 发布

2018-01-01 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 符号和缩略语	1
4 方法概述	2
5 校准能量标尺的步骤	5
附录 A (规范性附录) 用简单的最小二乘法确定峰结合能	13
附录 B (资料性附录) 不确定度的推导	15
附录 C (资料性附录) 对测得的结合能不确定度的引用	17
附录 D (资料性附录) 用配置单色化 Al X 射线源的 XPS 谱仪测量修正型俄歇参数的方法	19
参考文献	21

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 22571—2008《表面化学分析 X 射线光电子能谱仪 能量标尺的校准》，与 GB/T 22571—2008 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 修改了规范性引用文件(见第 2 章)；
- 修改了部分术语，增加了部分术语的注解(见第 3 章)；
- 修改了表 1 的部分说明(见第 5 章)；
- 增加计算峰结合能重复性标准偏差补充内容(见第 5 章)；
- 修改了修正仪器结合能标尺的步骤(见第 5 章)。

本标准使用翻译法等同采用 ISO 15472:2010《表面化学分析 X 射线光电子能谱仪 能量标尺的校准》。

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：中国科学院化学研究所、复旦大学。

本标准起草人：赵志娟、丁训民、吴扬、虞玲、刘芬、章小余。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 22571—2008。

引 言

X 射线光电子能谱(XPS)被广泛用于材料的表面分析。样品中的元素(除氢和氦外)可以通过测量光电子谱确定的芯能级结合能比对表中给出的这些能量所对应的元素而辨识出来。有关这些元素化学状态的信息可由光电子和俄歇电子的特征峰相对于参考态的化学位移推出。辨识化学态要求对化学位移的测量准确度达到 0.1 eV;因此应逐一进行测量,并需有足够准确的参考源。从而要求对 XPS 谱仪的结合能标尺进行校准,不确定度需达到 0.2 eV 或更小。

本方法用纯的铜(Cu)、银(Ag)和金(Au)金属样品校准谱仪结合能标尺,适用于配置非单色化铝(Al)或镁(Mg)X 射线或单色化 Al X 射线的 X 射线光电子能谱仪。其有效结合能范围为 0 eV~1 040 eV。

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 XPS 谱仪可能需要一份估计校准的不确定度的声明。这些仪器限于在一定的容差极限 $\pm\delta$ 以内得到对其结合能测量的校准。 δ 值在本标准中不作规定,因它视 XPS 谱仪的应用和设计而定。 δ 值由本标准的使用者根据其使用标准的经验、仪器校准的稳定性、仪器在预期应用中进行结合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。本标准提供可用以选择合适的 δ 值的资料。通常, δ 大于或等于 0.1 eV 且大于重复性标准偏差 σ_R 的 4 倍。在校准好的状态下,计入仪器随时间的漂移后,对参考结合能值的离散加上 95%置信度扩展的校准不确定度不得超过所选的容差极限。在谱仪可能失校之前,应重新校准以维持在校好状态。一台谱仪被重新校准,意指对其进行了校准测量并采取措施减小了测量值和参考值之差。这一差值并不一定要减小到零,但通常要减小到该类分析工作所要求的容差极限的若干分之一。

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。而本标准仅定位于讨论 XPS 谱仪结合能标尺校准中的基本的共性问题。

表面化学分析 X 射线光电子能谱仪 能量标尺的校准

1 范围

本标准规定了一种用于一般分析目的时校准 X 射线光电子能谱仪结合能标尺的方法,该谱仪使用非单色化 Al 或 Mg X 射线或单色化 Al X 射线。它仅适于带有溅射清洁用的离子枪的仪器。本标准还进一步规定了一种方法,用以建立校准程序、在中间某一能量值测试结合能标尺线性度、在高低结合能区各取一点确认标尺校准的不确定度、对标尺的小漂移作修正以及规定在 95%置信度时该结合能标尺校准的扩展不确定度。这个不确定度包括来自实验室实际研究中观察到的现象的贡献,但不涵盖所有可能发生的缺陷。本标准不适用有下述情况的仪器:结合能标尺的误差随能量明显非线性变化、工作在固定减速比模式且减速比小于 10、谱仪的分辨率差于 1.5 eV 或者要求容差极限为 ± 0.03 eV 或更小。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找到的点加以验证,需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。

ISO 18115-1 表面化学分析 词汇 第 1 部分:通用术语和谱学术语 (Surface chemical analysis—Vocabulary—Part 1:General terms and terms used in spectroscopy)

3 符号和缩略语

下列符号和缩略语适用于本文件。

a	测得的能量比例误差
b	测得的零点偏移误差,单位为 eV
E_{corr}	对某一给定的 E_{meas} 修正后的结合能结果,单位为 eV
E_{elem}	某一频繁被测元素的结合能,其值在指出的结合能标尺上已设定,经校准后能准确读出,单位为 eV
E_{meas}	测得的结合能,单位为 eV
$E_{\text{meas } n}$	表 2 中对第 n 个峰测得的结合能平均值,单位为 eV
$E_{\text{meas } ni}$	表 2 中第 n 个峰一组结合能测量数据中的一个,单位为 eV
$E_{\text{ref } n}$	表 2 中第 n 个峰在结合能标尺上位置的参考值,单位为 eV
FWHM	本底以上最大峰强一半处的全宽,单位为 eV
j	某一新测峰的重复测量次数
k	Au $4f_{7/2}$ 、Cu $2p_{3/2}$ 和 Ag $3d_{5/2}$ (或 Cu L_3 VV) 峰在确定重复性标准偏差和线性度时的重复测量次数
m	在定期校准中 Au $4f_{7/2}$ 和 Cu $2p_{3/2}$ 的重复测量次数
n	表 2 中标识峰的标号
t_x	置信度 95% 时两边分布的 x 个自由度上的“学生” t 值