



中华人民共和国国家标准

GB/T 32998—2016/ISO 29081:2010

表面化学分析 俄歇电子能谱 荷电控制与校正方法报告的规范要求

Surface chemical analysis—Auger electron spectroscopy—
Reporting of methods used for charge control and charge correction

(ISO 29081:2010, 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 发布
中国国家标准化管理委员会

目 次

| | |
|------------------------------------|-----|
| 前言 | III |
| 引言 | IV |
| 1 范围 | 1 |
| 2 规范性引用文件 | 1 |
| 3 术语和定义 | 1 |
| 4 符号和缩略语 | 1 |
| 5 设备 | 2 |
| 5.1 荷电控制技术 | 2 |
| 5.2 特殊装置 | 2 |
| 5.3 样品安装及准备 | 2 |
| 5.4 仪器校准 | 2 |
| 6 荷电控制信息报告 | 2 |
| 6.1 荷电控制方法 | 2 |
| 6.2 需要荷电控制及其方法选择的理由 | 3 |
| 6.3 样品信息 | 3 |
| 6.4 实验参数的数值 | 3 |
| 6.5 荷电控制方法效率信息 | 4 |
| 7 报告用于电荷修正的方法以及修正值 | 4 |
| 7.1 电荷修正的方法 | 4 |
| 7.2 方法 | 4 |
| 7.3 能量修正值 | 4 |
| 附录 A (资料性附录) 俄歇电子能谱荷电控制方法的描述 | 5 |
| 参考文献 | 18 |

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 29081:2010《表面化学分析 俄歇电子能谱 荷电控制与校正方法报告的规范要求》。

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 22461—2008 表面化学分析 词汇(ISO 18115: 2001, IDT)；

——GB/T 29731—2013 表面化学分析 高分辨俄歇电子能谱仪 元素和化学态分析用能量标校准(ISO 17974: 2002, MOD)；

——GB/T 29732—2013 表面化学分析 中等分辨率俄歇电子能谱仪 元素分析能量标校准(ISO 17973: 2002, MOD)。

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：中国科学技术大学物理学院。

本标准主要起草人：张增明、丁泽军、毛世峰、曾荣光、达博、张鹏、阮瞩、唐涛。

引 言

俄歇电子能谱(AES)广泛应用于材料的表面表征。测定的俄歇电子峰能量与手册值的比对,可识别样品所含除氢和氦以外的不同元素。虽然在 X 射线辐照样品的(X 射线光电子能谱)时也会观测到俄歇电子,但本文中所提到的俄歇电子能谱均是在电子辐照下测得的。由于电子束能聚焦到近 10 nm,所以俄歇电子能谱是表征纳米结构和微小表面特征的重要研究工具。对峰的能量、线形进行分析,常可获得样品中含有的元素甚至被探测元素的化学态的信息^[43]。因此,样品中含有的元素的可靠判断需要对能标进行适当的校正(详见 ISO 17973 和 ISO 17974)。

在俄歇谱测量过程中,由于样品表面及近表面区域的电荷累积,使得绝缘样品的表面电势发生变化。这些累积电荷能改变俄歇电子的能量,特别是当负表面电势能使俄歇谱的移动超出电子分析器所选定能量间隔时,使得元素(化学态)的表征复杂化。表面电势的累积也能改变电子束的作用区域,使电子束在样品表面明显移动,甚至偏离选定的分析区域。如果金属样品未接地,类似的电荷也会出现。例如,小金属颗粒置入绝缘基底可能会导致电荷积累。

二次电子产额决定了表面电势的正负。某些情况下,能量与位置这两个因素的变化可能会引起不稳定的反馈系统,致使俄歇电子能谱的采集几乎不可能。除俄歇峰强度、能量的变化外,入射电子束或由于样品表面区域存在电场而诱导的扩散还有可能直接改变样品表面组分(样品损伤)。

已经发展了许多方法来控制和最小化俄歇电子能谱中的荷电效应。特定方法的应用取决于使用设备的细节、待测样品的形状与大小、样品形貌和组分及待收集的信息。尽管表面电荷的累积使分析复杂化,但在某些情况下,使用得当也能提供样品的某些信息。

近表面区感应电荷量及其在样品表面的分布、与实验条件的依赖关系可由许多因素决定,这些因素与样品、谱仪性质有关。电荷累积具有三维立体特征^[1];沿样品表面再延伸到材料内部。电荷累积也会出现在电子所能到达的样品深度范围内的两相边界或界面区域。由于入射电子、二次电子、加热等因素诱导电荷捕获、化学变化、成份扩散或挥发,部分样品的电荷累积会随时间发生变化。这些样品可能从来都不会达到稳态势。

就俄歇电子谱来说,目前没有一个普适可行的方法对荷电进行控制或校正^[2,3]。本标准规定在数据采集时必须记录荷电控制的方法,和/或在绝缘样品的数据分析时记录荷电的校正方法等信息。在附录 A 中描述的荷电控制的通用方法在实际应用中十分有用。在实际操作中选用的控制荷电的特定方法取决于样品的类型(粉末、薄膜或厚样品)、仪器的性质、样品的大小以及样品表面受特定处理方法的影响程度。为了便于分析人员使用,依应用的简单性对一般荷电控制方法进行了总结列表。

本标准有两个主要应用领域。其一,为了评估、再现绝缘材料的测量数据,确保对类似材料的测量具有可比性,荷电控制和/或荷电校正的方法应被包含在 AES 谱的测量报告中;其二,遵守本标准将使发表的 AES 谱能使其他分析人员有信心使用。

表面化学分析 俄歇电子能谱 荷电控制与校正方法报告的规范要求

1 范围

本标准规定了在电子激发绝缘样品的俄歇电子能谱测量中,描述荷电控制方法所需的最少信息,该信息也一并报告在分析结果中。参见附录 A 提供的现有的 AES 分析前或分析期间荷电控制的有用方法。表 A.1 对各种方法和途径进行了总结,并依方法的简单性排列。表 A.1 中的一些方法对大多数仪器是可用的,一部分则需要特殊的硬件,还有部分可能涉及样品的重装或变动。

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 17973 表面化学分析 中等分辨率俄歇电子能谱仪 元素分析能量标校准(Surface chemical analysis—Medium-resolution Auger electron spectrometers—Calibration of energy scales for elemental analysis)

ISO 17974 表面化学分析 高分辨俄歇电子能谱仪 元素和化学态分析用能量标校准(Surface chemical analysis—High-resolution Auger electron spectrometers—Calibration of energy scales for elemental and chemical-state analysis)

ISO 18115 表面化学分析 词汇(Surface chemical analysis—Vocabulary)

3 术语和定义

ISO 18115 界定的术语和定义适用于本文件。。

4 符号和缩略语

下列符号和缩略语适用于本文件。

| | |
|--------------|---|
| AES | 俄歇电子能谱(Auger electron spectroscopy) |
| E_p | 入射电子能量,单位为千电子伏(keV) |
| $E_{p(max)}$ | 全二次电子出射产额最大时的能量 |
| E_{p1}^0 | 二次电子出射产额上升至大于 1 时的能量 |
| E_{p2}^0 | 二次电子出射产额下降至小于 1 时的能量 |
| E_{p2}^c | 入射电子范围约等于二次电子最大逃逸深度时的能量 |
| FIB | 聚焦离子束(focused ion beam) |
| FWHM | 半值全宽(full width at half maximum),单位为电子伏(eV) |
| I_p | 入射电子电流 |
| I_s | 二次电子电流 |
| j_p | 入射电子束在样品表面的电流密度 |