



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 28894—2012/ISO 18117:2009

GB/T 28894—2012/ISO 18117:2009

## 表面化学分析 分析前样品的处理

Surface chemical analysis—Handling of specimens prior to analysis

(ISO 18117:2009, IDT)

中华人民共和国  
国家标准  
表面化学分析 分析前样品的处理  
GB/T 28894—2012/ISO 18117:2009

\*  
中国标准出版社出版发行  
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)  
北京市西城区三里河北街16号(100045)  
网址 www.spc.net.cn  
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235  
读者服务部:(010)68523946  
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 0.75 字数 16 千字  
2013年4月第一版 2013年4月第一次印刷

\*  
书号: 155066·1-46615 定价 16.00 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)68510107



GB/T 28894-2012

2012-11-05 发布

2013-06-01 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

品类型(见 6.7)、先前的处理(见 7.3)和要检测的信息<sup>[6]</sup>。使用者要确保样品容器本身或辅助包装在运输时要足以能防止样品的物理损伤。

- a) 对处于真空或洁净环境的样品,真空转移容器是适用的,在转移容器中充有惰性气体或氮气便可以进行样品转移。仔细清洗且密封的低漏气手套袋也可以用。但在每种情况下,要分析的表面不能接触任何容器器壁材料。
- b) 把两个相同的样品面对面地放置并用 PTFE 带密封所有的边缘。如果两个样品可能摩擦,或另外引起彼此表面的改变,用 PTFE 带的边缘确保样品之间有小的间隙。Yanagiuchi 和 Tsuchida 详述了这种方法的有效性<sup>[7]</sup>。
- c) 把样品放在洁净玻璃管或带玻璃塞的广口瓶中。所用玻璃管直径要略大于样品宽度,平整的样品有效地固定在管中且样品表面不接触到器壁。
- d) 没有玻璃塞,用 PTFE 带封住开口。胶带不要接触到样品表面。
- e) 没有 PTFE 带时,洁净的铝箔可用于封住开口。铝箔不要接触到样品表面且可用以防止样品在容器内移动。
- f) 把样品放在专门设计用以安全传递样品的专用容器(如晶片架)里。容器的内表面与要分析的表面应接触最小。在生产中通常用以储存或固定材料的容器也适用于样品的传递。
- g) 把样品放在适配成型的聚丙烯容器内,该容器带有相同材料的盖子。
- h) 把样品放在聚丙烯容器内,该容器带有相同材料的盖子。
- i) 把样品包装在洁净的铝箔内,小心操作使与分析表面的接触最小。样品可以邮递。
- j) 把样品放在口部压紧密封的洁净聚乙烯袋里。样品可以邮递。
- k) 用非酸性不起毛的纸包裹样品,小心操作使与分析表面的接触最小。样品可以邮递。

注: Seah 和 Spencer 给出了放在玻璃容器、聚丙烯容器、聚乙烯容器和实验室空气中样品污染率的有用信息<sup>[6]</sup>。

## 10 样品来历的信息

尽管采取所有预防措施,但在处理样品时表面总有可能被污染,应把样品处理的详情作为样品来历的内容之一告知分析人员。在大多数情况下,接收样品的人不了解所得样品处理方案,或不了解特殊样品可能需用表面灵敏的分析方法表征。当解释特定的分析结果时,分析人员需要了解样品来历,包括样品如何保存和处理,结合分析人员对于通常的污染类型及其来源的经验一起使用。

## 11 就合适的样品处理步骤对样品所有者进行训练

以本文件为依据进行讨论,或使本文件能为样品所有者使用,表面分析人员应该在适合的、洁净的样品处理步骤方面培训样品所有者。培训样品所有者的目的是:在样品的有效期内尽可能早地使用已规定的样品处理步骤。

## 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 18117:2009《表面化学分析 分析前样品的处理》。

为了方便使用,本标准做了下列编辑性修改:

——用“本标准”代替“本国际标准”。

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。

本标准负责起草单位:厦门爱劳德光电有限公司、厦门大学化学化工学院。

本标准起草人:王水菊、岑丹霞、时海燕、姚文清、刘芬、沈电洪。

## 引 言

本标准对于提交表面化学分析样品的人们在样品处理和把样品递送给分析人员方面提供指导。尽管主要是为俄歇电子能谱(AES)、X射线光电子能谱(XPS)和二次离子质谱(SIMS)而写,但这些方法也能用于其他表面敏感的分析测量。AES、XPS和SIMS通常对几纳米(nm)厚度的表面层敏感。这样的薄层会由于不正确的样品处理而受到严重影响<sup>[1,2]</sup>。样品的正确处理和制备对于分析是极为重要的,不正确的处理会导致表面组成改变和数据不可信。

本标准是供给样品提供者或表面分析设备的购买者以及表面分析人员使用的。最佳处理方法取决于特定的样品和所需的信息,并且本标准为每一种样品类型提供了说明性的例子,这些样品类型是样品所有者和表面分析人员通常遇到的。本标准建议样品供应者就有关样品的来历、需要解决的具体问题或所需要的信息,以及任何特殊的样品制备、所需的处理或运送方法,尽可能快地和表面分析人员商量。

本标准可以不依赖于ISO 18116而独立使用<sup>[4]</sup>,该标准用于指导分析人员进行表面分析的样品制备和安装。

8.3 手套和擦拭材料接触样品时,可能会产生某些污染。要小心操作避免手套带有滑石粉、硅树脂释放剂和其他材料。“无尘”手套不含滑石粉可能更适用。要避免不必要的接触。

8.4 不推荐用嘴吹除样品上不需要的微粒碎片,需要用压缩气体吹除样品上的微粒。由于有些气源会引起污染,如气路中的油或其他微粒的污染,这一步骤最好由分析人员操作,而不是由样品所有者在样品处理或包装时进行。大多数表面分析仪器使用通过洁净不锈钢管线的洁净干燥氮气或其他惰性气体以减小吹除微粒时的污染。所用气体的洁净度要用经压缩气体吹扫过的洁净样品(如氧化硅或石英)的表面分析核查。

8.5 在样品处理时为把分析区域污染的可能性减到最小,选择下列a)到f)方法中的一种。这一排列是按照最严格到最不严格的顺序,并且表1的第4列和第5列给出了与样品类型的关系。特定方法的选择要仔细考虑样品的类型(见6.7)和要检测的信息。

- a) 用洁净专用工具(如:晶片镊子或无磁性的夹子)处理样品。工具应该每次使用前用高纯异丙醇清洗并干燥。要戴上聚乙烯手套。
- b) 用洁净干燥的镊子或夹子处理样品。工具通常用高纯的异丙醇清洗。要戴上聚乙烯手套。
- c) 工具每次使用前要用高纯异丙醇清洗并干燥,可以不用戴手套操作洁净的工具:手一定不要接触工具的夹样品端。
- d) 工具要定期用高纯异丙醇清洗并干燥。可以不用戴手套操作洁净的工具:手一定不要接触工具的夹样品端。
- e) 戴聚乙烯手套操作洁净的专用工具、镊子或夹子处理样品。
- f) 可用非酸性不起毛的纸(如化学试纸)的边缘去夹持样品,纸一定不要接触到分析表面。

## 9 样品储存和传递

### 9.1 储存

#### 9.1.1 时间

样品储存越久,越要小心,以保证要分析的表面不被污染。即便在洁净的实验室环境里,表面也会很快被污染到AES、XPS、SIMS和其他表面敏感分析技术的分析深度。

#### 9.1.2 容器

9.1.2.1 储存容器应不会把污染物通过微粒、液体、气体或表面扩散传递给样品。首先,要分析的表面不应接触容器或其他物体。注意挥发性物种(如增塑剂)可能从容器中散发出来并污染表面。内径略大于样品的玻璃瓶可以存放样品而不接触到表面。当接触不可避免,用预先分析为洁净的铝箔包裹样品可以令人满意。对于半导体样品,标准的晶片架通常是适用的。

9.1.2.2 用如手套箱、真空室和干燥器短时间储存样品是很好的选择。真空干燥器是更好的标准容器,能保持无油脂和无机械泵油。如果多个样品储存在一起,样品间的交叉污染也可能发生。

#### 9.1.3 温度和湿度

当储存或运送样品时,要考虑可能的温度和湿度影响。最不利的影晌是源于温度升高。低的样品温度会导致水汽冷凝在表面。

### 9.2 容器的表述

选择下列容器中的一种减小处理时分析区域可能的污染。以下按照保护效果最好到最差排序。表1中的第6列和第7列给出了样品处理时样品类型和污染源的关系。选择专用容器应该仔细考虑样