

ICS 17.180.30
N 33



中华人民共和国国家标准

GB/T 19500—2004

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

中华人民共和国
国家标准
X 射线光电子能谱分析方法通则
GB/T 19500—2004

*

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.bzcb.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 0.75 字数 17 千字
2004年7月第一版 2004年7月第一次印刷

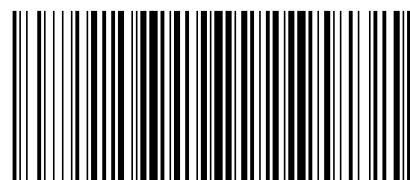
*

书号:155066·1-21114 定价 10.00 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



GB/T 19500—2004

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

目 次

前言 I

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 方法原理 3

5 仪器 3

6 样品 5

7 分析步骤 5

8 分析结果的表述 7

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

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 L₃VV 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。

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得到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 σ φ γ A T λ (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 σ φ γ A T λ ,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 n₁,另一种元素为 n₂,则按式(1)得:

n1/n2 = (I1/(f1σ1φ1γ1A1T1λ1)) / (I2/(f2σ2φ2γ2A2T2λ2)) (2)

令 S=fσφγATλ,则得

n1/n2 = (I1/S1) / (I2/S2) (3)

式中 S 称为元素灵敏度因子。由(3)式可进一步得

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。