

中华人民共和国机械行业标准

JB/T 6976—93

俄歇电子能谱术元素鉴定方法

1993-07-27 发布

1994-07-01 实施

中华人民共和国机械工业部 发 布

俄歇电子能谱术元素鉴定方法

1 主题内容与适用范围

本标准规定了利用普通电子能谱仪所得的俄歇电子能谱(下称俄歇谱)进行元素鉴定的方法。

本标准适用于电子或X射线照射样品表面所产生的俄歇谱(直接谱或微分谱)。

本标准不适用于离子激发所产生的俄歇谱。

2 基本原理

俄歇电子能谱术(Auger Electron Spectroscopy)是用电子或其他激发源使样品原子的内电子壳层形成空位、发生俄歇过程并测量俄歇电子能量分布的技术。

由于俄歇电子特征能量与原子的原子序数有关,因此根据能谱中俄歇峰位置所对应的俄歇电子的能量,可以鉴定原子的种类,即某种元素。

3 仪器设备

3.1 超高真空分析室。

3.2 电子能谱分析器

可采用的电子能量分析器有减速场分析器(Retarding Field Analyzer, RFA)、筒镜分析器(Cylindrical Mirror Analyzer, CMA)(单通或双通)和半球型分析器(Hemispherical Analyzer, HSA)。

3.3 电子枪或X射线源。

3.4 电子探测器。

3.5 离子枪。

3.6 数据收集和处理系统。

4 测定技术条件

4.1 真空

分析室应具有达到超高真空的能力,尽可能地减小残余气体对样品的污染。分析在优于 10^{-6} Pa真空室内进行。

4.2 电子束激发

4.2.1 电子束能量 $1\sim 10$ keV。

4.2.2 电子束电流 $10^{-9}\sim 10^{-6}$ A(对易受辐射损伤的样品,可以使用较小的束流或束流密度)。

4.2.3 如录谱时采用锁相探测方式,则典型的调制信号为频率 $5\sim 10$ kHz、幅度 $2\sim 6$ eVpp(峰-峰电压值)的正弦波或方波。

4.3 X射线激发

4.3.1 X射线源 阳极靶压 $5\sim 20$ kV。

4.3.2 X射线源 阳极靶流 $5\sim 50$ mA。

4.4 俄歇电子动能

4.4.1 测量范围：俄歇电子能量为 20~2000 eV 或更高。覆盖除 H 和 He 以外所有元素的主要俄歇电子能量(录谱时可根据要求设置能量范围以缩短分析时间)。

4.5 标样和标准俄歇谱图

应备有有关标样和标准俄歇谱图。

5 鉴定步骤

5.1 识别俄歇电子谱中信号强度最大的峰,记下此峰的能量和峰形特征。

5.2 若某俄歇过程会产生多个峰,则进一步测量相对于最强峰的各个俄歇峰的能量和信号强度。

5.3 若被测各俄歇峰的能量和相对强度与某标准元素样品俄歇谱图中的各俄歇谱峰能量和相对强度,在测量误差范围内相一致,即可确定在未知谱图中,有与标样中同样的元素存在。

5.4 将此元素导致的各俄歇峰置于一边待查。

5.5 继续考察下一个最强峰,并重复上述步骤。

5.6 随信号强度的递减,依次考察各峰,直至所有俄歇峰均被鉴别。

5.7 由于在一定操作条件下俄歇信号强度与被测元素的浓度有关,因此低含量的元素,只有它的最强俄歇峰才可能被记录下来。对这类弱峰的鉴别,应经由能够优化信噪比的单峰重复扫描来加以证实。

6 测定中的干扰

6.1 上述元素鉴定步骤仅当俄歇峰特征形状无改变(不包括仪器参数,如分析器分辨率不同引起的变化)时才是有效的。

6.1.1 当两种或多种元素的俄歇峰能量处于这些峰的能量宽度范围内时,就会出现谱峰的重叠,从而引起俄歇峰形的变化。

元素鉴定时要求从组合数据中分离出某个可能组分元素的谱线。

谱线分离可以通过数值运算,并将分离后的谱峰与另一可能元素的参照谱图相比较。较简单的,可由有经验的工作者作目视分离。

6.1.2 俄歇化学效应会引起俄歇峰能量、峰形或各俄歇峰相对信号强度的变化。在此种情况下,应采用含有此元素的某特定样品的参照谱图。

6.2 电离损失峰(电子激发),光电子峰(X 射线激发)或荷电效应

6.2.1 在俄歇谱图上有时会出现由一次电子导致的电离损失峰,特别是在一次电子束能量比较低的情况下。此时,可根据一次电子束能量改变时,电离损失峰能量有同样位移量的特点,来鉴别此峰为电离损失峰。建议一次电子束的能量至少应 3 倍于有关的俄歇电子能量,以尽量减小电离损失峰的干扰。

6.2.2 用特征 X 射线(如 MgK_α)激发时,在谱图上将出现光电子峰。改变特征 X 射线(如 MgK_α 换成 AlK_α),将使光电子峰在动能坐标上相对俄歇峰而移动,从而证明此峰为光电子峰。

6.2.3 如整个谱图发生能量位移,就表明有荷电效应存在。在分析绝缘体表面时尤为常见。这就要求进行校正,以消除这一影响。

附加说明:

本标准由机械工业部武汉材料保护研究所提出并归口。

本标准由武汉材料保护研究所负责起草。

本标准主要起草人孟锡明、杨业智、魏其谋、吕忠洲、付君武。

中 华 人 民 共 和 国
机 械 行 业 标 准
俄歇电子能谱术元素鉴定方法
JB/T 6976-93

*

机械工业部机械标准化研究所出版发行
机械工业部机械标准化研究所印刷
(北京 8144 信箱 邮编 100081)

*

版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 3/8 字数 4,000
1994 年 4 月第一版 1994 年 4 月第一次印刷
印数 00,001-500 定价 3.00 元

编号 1420