

ICS 71.040.40
G 04



中华人民共和国国家标准

GB/T 25187—202×/ISO15471:2016

代替GB/T 25187—2010

表面化学分析 俄歇电子能谱 选择仪器性能参数的表述

Surface chemical analysis – Auger electron spectroscopy –Description
of selected instrumental performance parameters

(ISO 15471:2016, IDT)

(征求意见稿)

(本草案完成时间： 2023年7月1日)

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

202×-××-××发布

202×-××-××实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

目 次

前言	II
简介	III
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 选择仪器性能参数的表述.....	1
5.1 分析方法.....	1
5.2 样品.....	1
5.3 系统构成.....	1
5.4 电子枪阴极.....	2
5.5 横向分辨本领和束流.....	2
5.6 谱仪强度性能和能量分辨本领.....	3
5.7 谱仪能量标.....	3
5.8 谱仪强度线性.....	3
5.9 谱仪响应函数.....	4
5.10 谱仪参数.....	4
5.11 图像漂移.....	4
5.12 真空环境.....	4
参考文献.....	5

前　　言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件等同采用ISO 15471:2016《表面化学分析 俄歇电子能谱 选择仪器性能参数的表述》。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件代替GB/T 25187—2010《表面化学分析 俄歇电子能谱 选择仪器性能参数的表述》，与GB/T 25187—2010相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 更改了术语和定义（见第3章，2010年版的第3章）；
- b) “空间分辨”更改为“横向分辨”（见5.5，2010版的5.5）。

本文件由全国微束标准化技术委员会（SAC/TC38）提出并归口。

本文件起草单位：厦门荷清教育咨询有限公司、厦门大学。

本文件主要起草人：岑丹霞、徐富春、李建辉、汤丁亮、刘芬、王水菊。

引　　言

全球有多家厂商生产俄歇电子能谱仪(AES)和扫描俄歇电子显微镜(SAM)。尽管每台仪器的 AES 分析方法的基本原理是相同的，但仪器的具体设计和性能说明的方式各不相同。因此，通常很难比较不同厂商生产的仪器性能。本文件提供一个基本项目单，以使所有俄歇电子能谱仪能以共同的方式来表述。本文件无意取代厂商的说明书，厂商的说明书可以长达 30 页或更多。本文件目的是使厂商说明书中确定的某些项目具有一致和明确的含义。

表面化学分析—俄歇电子能谱--选择仪器性能参数的表述

1 范围

本文件给出了表述俄歇电子能谱仪特定性能参数的要求。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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：通用术语及谱学术语 （Surface chemical analysis — Vocabulary — Part 1: General terms and terms used in spectroscopy）

注：GB/T 22461.1 — 2023, 表面化学分析 词汇 第 1 部分：通用术语及谱学术语（ISO 18115-1:2013, IDT）

3 术语和定义

ISO 18115 — 1 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（也指俄歇电子能谱仪）(Auger electron spectroscopy (also Auger electron spectrometer))

FWHM：半高峰宽 (full width at half maximum)

rms：均方根 (root mean square)

SAM：扫描俄歇电子显微镜（也指扫描俄歇电子显微术）[scanning Auger electron microscope (also scanning Auger electron microscopy)]

SEM：扫描电子显微镜 (scanning electron microscope)

FL：费米能级 (Fermi level)

VL 真空能级 (vacuum level)

注：一直以来，AES 仪器的动能标参考 VL，而 XPS 或 AES/XPS 联合谱仪则参考 FL。从 FL 参照转换为 VL 参照是通过从电子动能中扣除谱仪逸出功而实现；一种近似方法是从 FL 参照的动能中扣除 4.5eV，这对于大多数实际 AES 和 SAM 应用是令人满意的。

5 选择仪器性能参数的表述

5.1 分析方法

应简要叙述用于从样品获得信息的方法，并应说明在所考虑的系统中可选择的其他分析技术。

5.2 样品

应给出规范运行的仪器可分析的样品大小和形状。如果某些特殊的分析模式（例如变角测量、绝缘体测量等）对样品大小或形状有限制，应详细说明。

5.3 系统构成

应描述系统重要分析部件的设计几何结构及其公差。

示例：角度公差常为 $\pm 1^\circ$ 。

5.4 电子枪阴极

5.4.1 阴极类型

应说明阴极系统。

示例：热钨丝、六硼化镧(LaB₆)、钨(110)冷场发射，或肖特基(Schottky)。

5.4.2 阴极寿命

应说明在 5.5 中规定的操作条件下阴极的预期寿命。应说明在 5.5 中选定的源电压下的发射电流。这通常为保证的寿命，但也可能是平均寿命。寿命的类型应予说明。

5.5 横向分辨和束流

5.5.1 通则

应说明以下的两类横向分辨：

- a) SEM 是在最佳操作条件下获得的；
- b) AES 是在指定条件下对每一给定的束能。

横向分辨的测量值应是用 5.5.2、5.5.3 或 5.5.4 所述的方法之一获得的。应给出在 5keV 和/或 10keV 和其它适宜的电子束能量下作为束流的函数的典型横向分辨曲线。

注：如果仪器的横向分辨函数能用一个高斯函数来表示，那么该函数的 FWHM 就相当于测量信号从其最大值的 12% 到 88% 的两点间距离。在 AES 中，俄歇跃迁电子的点扩散函数是一个叠加到大量背散射电子信号上的高斯分布。因此，可方便地把 AES 的横向分辨定义为相当于横贯台阶刃边的俄歇信号强度从 20% 变化到 80% 的两点间距离，也相当于高斯分辨函数的 71.5%。尽管这一定义方法没有物理基础，但却被广泛地应用。横向分辨方法见 ISO/TR 19319^[3]。

5.5.2 方法 1

应分析的样品有一个小于仪器标称的横向分辨的 30% 的特貌区。该区的特征俄歇电子信号扫描线的 FWHM 定义为横向分辨。特征信号从最大值的 50% 升至 100% 再降至 50% 的两点间距离规定为横向分辨。

注 1：如果特貌区的宽度大于横向分辨的 30%，测量的横向分辨将大于真实的横向分辨。

注 2：使用小样品易于确认系统像散。

5.5.3 方法 2

应分析样品由两种材料组成，其表面在同一平面上且沿一公共直边相连接。当与该公共直边成 90° 角方向测量时，这两种材料之一的特征俄歇电子强度的谱线被用于定义横向分辨。在远离公共直边的平台区俄歇电子强度之差从 20% 变化到 80% 的两点间距离定义为该扫描方向上的横向分辨。

注 1：如果一台仪器的横向分辨函数能用高斯函数来表示，那么上述强度随距离分布所测得的分辨等于该仪器横向分辨函数 FWHM 的 71.5%。

注 2：接近分辨极限时能观察到像散，因而横向分辨可需要一个以上的方位来确定。

5.5.4 方法 3

待分析的样品具有某一材料的刃边，该刃边在样品平面上覆盖住一个深度超过其直径 5 倍的小孔的半边。与刃边成 90°角方向测量时，刃边材料的特征俄歇电子强度的扫描线用以定义横向分辨。在离开刃边的平台区的俄歇电子强度差值从 20% 变化到 80% 的两点间距离定义为该扫描方向上的横向分辨。

注 1：如果一台仪器能用高斯函数来表示横向分辨函数，那么上述强度随距离分布所测得的分辨等于该仪器横向分辨函数 FWHM 的 71.5%。

注 2：接近于分辨极限时能观察到像散，因而横向分辨可需要一个以上的方位来确定。

5.6 谱仪强度性能和能量分辨

5.6.1 通则

谱仪强度性能由 918eV 处 Cu L₃VV 的强度(计数率)和 950eV 处的本底强度(计数率)的差值确定(二者都用直接谱模式测量)。在脉冲计数系统中，谱仪性能应表示为每 nA 束流的计数率的差值，或者用另一种方法表示：对(a)最佳能量分辨和(b)最佳灵敏度所确定的束能和束流条件下的计数率差值。如果谱仪能在不同的能量分辨下操作，对每一能量分辨应至少给出某一束能下的性能、本底强度和本底之上峰的 FWMH。对于每一束能应给出束流。信噪比应定义为谱仪强度性能与噪声的比值，强度性能用数据采集时间 (s) 为 1s 在 918 eV 和 950 eV 处获得，噪声从 5.6.2 或 5.6.3 获得。测量噪声的方法应予说明。

5.6.2 方法 1

噪声定义为对 970eV 和 994eV 间等能量间隔进行 121 次独立测量所得本底强度值的 rms 偏差，每道测量收谱时间为 1 s，通道间隔约为 0.2 eV。rms 偏差是测量强度与其最小二乘法拟合直线的离差计算得到的。

5.6.3 方法 2

噪声定义为 975 eV 处 121 个样品的本底强度与其均值离差的 rms 偏差，其每次测量数据收集时间为 1 s。

5.7 谱仪能量标

能量标应参照费米能级(FL)说明并应包括标尺线性、用仪器手册描述的定位步骤重置样品时 Cu L₃VV 峰的测试能量的标准偏差的重复性，及在 Cu L₃VV 峰的能量处作为时间函数进行定标的精度。

注：中等能量分辨的俄歇电子能谱仪的能量标校准方法见 ISO 17973^[1]，高能量分辨谱仪的能量标校准方法见 ISO 17974^[2]。

5.8 谱仪强度线性

应说明最大可用计数率和计数率线性限定（如±2%）范围内的最大计数率。

5.9 谱仪响应函数

应提供给定强度性能的相应操作模式的分析器响应函数，应说明这些函数随时间保持恒定的程度。

5.10 谱仪参数

5.10.1 谱仪色差

不需要的谱仪色散（色差）影响应予以说明。该色散表示为当电子束轰击的样品点在 X、Y 和 Z 方向每移动 1mm 时，测得的 $\approx 918 \text{ eV}$ Cu L₃VV 谱峰漂移值（单位为 eV）。

5.10.2 分析面积

分析面积可由入射电子束对样品表面栅格扫描面积或谱仪视场二者之一确定，应予说明。

注：分析面积定义为 $\approx 918 \text{ eV}$ 的 Cu L₃VV 谱峰和 $\approx 62 \text{ eV}$ 的 M₂₃VV 谱峰的强度都保持其最大值的 95% 以上的整个面积。

5.11 图像漂移

对于成像系统，应说明规定的安装环境下和如果使用软件驱动漂移校正的图像漂移率。

5.12 真空环境

应给出在某指定温度下烘烤 12 h 后再经 24 h 冷却可达到的本底气压，或达到指定的本底气压所需的时间。也应给出达到分析时指定气压的样品进样时间。

- [1] ISO 17973, *Surface chemical analysis—Calibration of the energy scales for elemental analysis*
- [2] ISO 17974, *Surface chemical analysis — High-resolution Auger electron spectrometers — Calibration of energy scales for elemental and chemical-state analysis*
- [3] ISO/TR 19319, Surface chemical analysis - Fundamental approaches to determination of lateral resolution and sharpness in beam-based methods
- [4] ISO 21270, *Surface chemical analysis — X-ray photoelectron and Auger electron spectrometers — Linearity of intensity scale*
- [5] ISO 24236, *Surface chemical analysis — Auger electron spectroscopy — Repeatability and constancy of intensity scale*
- [6] ISO 29081, *Surface chemical analysis — Auger electron spectroscopy — Reporting of methods used for charge control and charge correction*