



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 32996—2016/ISO/TS 25138:2010

---

## 表面化学分析 辉光放电发射光谱法 分析金属氧化物膜

Surface chemical analysis—Analysis of metal oxide films by  
glow-discharge optical emission spectrometry

(ISO/TS 25138:2010, 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 .....	I
1 范围 .....	1
2 规范性引用文件 .....	1
3 原理 .....	1
4 仪器 .....	1
5 调节辉光放电谱仪系统设置 .....	3
6 样品处理 .....	6
7 建立工作曲线 .....	7
8 测试样品的分析 .....	11
9 分析结果的表示 .....	12
10 精密度 .....	13
11 实验报告 .....	13
附录 A (规范性附录) 工作曲线常数的计算和深度剖析的定量评价 .....	14
附录 B (资料性附录) 测定元素的建议谱线 .....	22
附录 C (资料性附录) 氧化物密度和相关量 $\rho_0$ 的实例 .....	24
附录 D (资料性附录) 金属氧化物膜实验室间试验报告 .....	25
参考文献 .....	30

## 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/TS 25138:2010《表面化学分析 辉光放电发射光谱法分析金属氧化物膜》。

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 19502—2004 表面化学分析 辉光放电发射光谱方法通则(ISO 14707:2000, IDT)；

——GB/T 20066—2006 钢和铁 化学成分测定用试样的取样与制样方法(ISO 14284:1996, IDT)。

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：上海市计量测试技术研究院、华东师范大学、中国科学院化学研究所。

本标准主要起草人：徐建、郝萍、张云艳、刘芬、吴立敏、陈永康、朱丽娜、周莹。

# 表面化学分析 辉光放电发射光谱法

## 分析金属氧化物膜

### 1 范围

本标准规定了利用辉光放电发射光谱测定金属氧化物膜厚度、单位面积质量和金属氧化物膜化学组成的方法。

本方法适用于测定金属上厚度为 1 nm~10 000 nm 的氧化物膜,氧化物的金属元素包括铁、铬、镍、铜、钛、硅、钼、锌、镁、锰和铝中的一种或多种。其他可测元素还包括氧、碳、氮、氢、磷和硫。

### 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 14284 钢和铁 化学成分测定用试样的取样和制样方法(Steel and iron—Sampling and preparation of samples for the determination of chemical composition)

ISO 14707 表面化学分析辉光放电发射光谱方法通则[Surface chemical analysis—Glow discharge optical emission spectrometry (GD-OES)—Introduction to use]

GB/T 29559—2013 表面化学分析 辉光放电光发射光谱锌和/或铝基金属镀层的分析(ISO 16962:2005, IDT)

### 3 原理

辉光放电发射光谱法的分析包括如下过程:

- 在直流或射频辉光放电装置中,使金属氧化物表面产生阴极溅射;
- 在辉光放电装置中,分析物原子在等离子体中被激发;
- 被测物原子特征谱线发射强度随时间变化的光谱测量(深度剖析);
- 通过工作曲线,将深度剖析中强度随时间的变化转化为质量分数随溅射深度的变化(量化)。通过测量已知化学成分和溅射率的样品建立系统工作曲线。

### 4 仪器

#### 4.1 辉光放电发射光谱仪

##### 4.1.1 概述

所需仪器如 ISO 14707 中所述,应包括 Grimm 型或类似的辉光放电源(直流或射频)和一个多道式发射光谱仪,能提供分析元素的适宜谱线。

辉光放电源的中空阳极内径尺寸应在 2 mm~8 mm 范围内。薄样品建议使用冷却装置,如带循环冷却液的金属块,但是在本方法的操作中并不要求必须配备。

由于样品测定原理是基于金属氧化物表面的连续溅射进行,因此光谱仪应配备一套数字读出系统