



中华人民共和国国家标准

GB/T 22462—2008

钢表面纳米、亚微米尺度薄膜 元素深度分布的定量测定 辉光放电原子发射光谱法

Nano, Sub-micron scale film on steel—Quantitative depth profile
analysis—Glow discharge atomic emission spectrometry

2008-10-30 发布

2009-06-01 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

目 次

前言	III
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 原理	1
5 仪器	2
5.1 概述	2
5.2 仪器性能要求	2
6 样品制备	3
7 分析步骤	3
7.1 谱线的选择	3
7.2 优化辉光放电原子发射光谱仪的放电参数	3
7.3 工作曲线	5
7.4 工作曲线的确认	7
7.5 漂移校正	8
7.6 样品分析	8
8 分析结果的表示	8
8.1 定量深度剖析的表示	8
8.2 膜厚和镀层质量(单位面积)的测定	9
9 精密度	9
10 试验报告	9
附录 A(资料性附录) 推荐的元素特征谱线波长	10
附录 B(资料性附录) 常见的氧化物密度	11
附录 C(规范性附录) 共同实验附加资料	12

前 言

本标准的附录 A、附录 B 均为资料性附录，附录 C 为规范性附录。

本标准由全国微束分析标准化技术委员会提出。

本标准由全国微束分析标准化技术委员会(SAC/TC 38)归口。

本标准负责起草单位：宝山钢铁股份有限公司、中国科学院物理研究所、中国科学院化学研究所、冶金工业信息标准研究院。

本标准主要起草人：张毅、陈英颖、沈电洪、刘芬、何晓蕾、邬君飞、栾燕。

钢表面纳米、亚微米尺度薄膜 元素深度分布的定量测定 辉光放电原子发射光谱法

1 范围

本标准采用辉光放电原子发射光谱法用于定量测定钢表面纳米、亚微米尺度薄膜(金属镀膜和氧化膜)中膜厚、镀层质量(单位面积)和薄膜中的元素深度分布。

本方法适用于测定 3 nm~1 000 nm 厚度的钢表面薄膜,适用的元素包括:铁、铬、镍、铜、钛、锰、铝、碳、磷、氧、氮和硅。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版本均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 6379.1 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第1部分:总则与定义

GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第2部分:确定标准测量方法重复性和再现性的基本方法

GB/T 19502 表面化学分析 辉光放电发射光谱方法通则

GB/T 20066 钢和铁 化学成分测定用试样的取样和制样方法

GB/T 22461—2008 表面化学分析 词汇(ISO 18115:2001, IDT)

ISO 5725-3 测量方法与结果的准确度(正确度与精确度)——第3部分:标准测量方法精密度的中间度量(Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results—Part 3: Intermediate measures of the precision of a standard measurement method)

ISO 6955:1982 分析光谱学方法 火焰发射、原子吸收和原子荧光 词汇(Analytical spectroscopic methods—Flame emission, atomic absorption, and atomic fluorescence—Vocabulary)

3 术语和定义

在 ISO 6955:1982 和 GB/T 22461—2008 中给出的术语和定义适用于本标准。

4 原理

辉光放电原子发射光谱法的基本原理为:

- a) 在直流或射频辉光光源装置中,使样品表面产生阴极溅射;
- b) 通过在辉光放电过程中产生的离子溅射和能量转移,使待测元素原子化,进而在等离子体中被激发;
- c) 各分析元素特征谱线发射强度的测量。深度剖析时,发射强度记录为时间的函数;
- d) 在深度剖析中,通过(定量)工作曲线,将强度对时间的函数转化为质量分数对溅射深度的函数。通过测量已知成分参考样品的溅射速率可以建立此校准体系。