

表面分析标准的研究概况*

杨 得 全

(兰州物理研究所)

主题词: 表面分析、标准。

内容提要: 表面分析正逐步变成广泛使用的常规分析测试技术。为使分析的实验精度、准确度和可靠性较好, 建立在各国之间一致的表面分析标准是十分必要的。首先介绍了美国材料测试学会的表面分析E—42组织工业发达国家先进材料和标准Versailles组织的表面化学分析组织, 以及国际纯粹和应用化学组织的表面分析组织在近期开展的表面分析标准的研究活动和计划, 最后就我国表面分析标准的研究提出了一些看法。

表面分析技术已在半导体、催化、腐蚀、钝化、吸附、摩擦磨损、粘合、薄膜技术、陶瓷化合物、金属断裂、微电子学等领域得到了广泛的应用。表面分析仪器不但在许多大学和研究所的实验室中使用, 而且在一些工厂也用来进行质量控制和检测。因此表面分析已逐步变成广泛使用的常规分析测试技术。为了使表面分析的实验精度、准确度和可靠性较好, 建立在各国之间一致的表面分析标准是十分需要的。表面分析中的标准包括标准参考过程, 标准参考数据和标准参考样品。在本文中我们主要介绍表面分析标准的国内外研究和发展概况。重点介绍了美国材料测试学会 (ASTM) 的表面分析E—42委员会, 工业发达国家Versailles先进材料和标准组织 (VAMAS) 的表面化学分析组织 (SCAWP) 以及国际纯粹和应用化学组织 (IUPAC) 的表面分析组织 (WGSA) 这三个组织的近期研究活动和计划。

一、ASTM表面分析E—42委员会及其近期研究活动和计划

表面分析E—42委员会成立于1976年, 该组织的主要目标是建立表面分析的标准过程和标准样品, 进行实验室之间的汇测对比, 出版有关的文件资料, 引导表面分析在各个领域的发展。E—42委员会下设: 俄歇电子谱 (AES)、X光电子谱 (XPS)、低能离子背散射谱 (ISS)、二次离子质谱 (SIMS)、离子溅射、参考样品、参考数据、能量离子分析、名词术语、文件资料的编辑出版等十个小组, 每个小组各有一名有关方面的专家负责。

E—42委员会的一个主要职能是开展建立文件性的标准。到1987年初, 已经有13个标准通过了审定, 其标准的题目见表1, 在表2中列出了ASTM提审和讨论的一些标准项目。对E—42确定或审定的标准内容是可以随着表面分析技术的发展而不断完善。如标准E—673, 它包括了表面分析技术AES、XPS、ISS、SIMS和能量离子分析中所遇到的200多个名词术语, 但是, 随着表面分析技术的发展 (新的分析手段的发明和新领域的开拓), 新的名词术语也将会不断产生, 一些易于混淆的术语, 如AES和XPS中通用的“衰减长度”, “非弹性平均自由程”和“电子逃逸深度”在E—673中也作了确切的定义和区别。另外, 已提出审定和通过审定的一些标准, 乃是当前正在开展的一些认识尚不完善的课题。

*1988年11月9日收到

表 1 **ASTM表面分析E—42组织已通过审定的标准项目**

编 号	题 目
E—673	表面分析的标准术语
E—683	俄歇电子谱分析中入射电子束的损伤效应
E—684	固体表面深度剖面用大直径束流密度的测量
E—827	用俄歇电子谱进行元素的鉴别
E—902	X射线光电子谱仪操作特性的检查
E—984	俄歇电子谱中化学效应和基体效应的鉴别
E—995	俄歇电子谱中的背景扣除技术
E—996	俄歇电子谱实际数据的标准报道
E—1015	ESCA (化学分析用电子谱) 实际数据的标准报道
E—1016	静电电子谱仪特性的实际说明
E—1078	俄歇电子谱和X射线光电子谱中样品的处理
E—1127	俄歇电子谱深度剖面分析
E—1162	实用二次离子质谱深度剖面分析数据的报道

表 2 **ASTM表面分析E—42组织提出考虑的标准**

序 号	题 目
1	X射线光电子谱中荷电参照技术
2	X射线光电子谱和俄歇电子谱中被测信号有效样品面积的实际确定
3	为得到界面区域对称化参数, 实际溅射深度剖面数据的分析说明
4	借助于专门化的计算机算法, 用对数函数拟合界面的深度剖面数据
5	SIMS 中深度分辨率 (界面的分辨程度) 的确定
6	实用SIMS数据的报道
7	实用RBS (卢瑟福背散射谱) 数据的报道

ASTM表面分析E—42委员会的另一个重要活动是开展实验室之间的汇测。已进行过数次实验室间的汇测对比⁽¹⁾。在早期的AES和XPS汇测中发现⁽²⁾，测试结果间有较大的偏差，这对制定标准参考过程，改进参考数据起了积极的作用。另外，E—42委员会每年召开两次会议，讨论有关标准的研究，开展一些专题讨论，这些会议往往与其他一些表面分析会议一起进行。一些表面分析会议就是由该组织倡导和支持召开的。

二、VAMAS表面化学分析组织的近期研究活动和计划

先进材料与标准的Versailles组织是由加拿大、联邦德国、法国、意大利、日本、英国、美国和欧洲共同体(CEC)共同创办的一个国际组织，它创建于1982年。表面化学分析组织是VAMAS的十三个组织(包括磨损测试方法、陶瓷材料、聚合物的混合、复合材料、超导和低温结构材料、生物工程材料、抗盐水的腐蚀性、焊接特性、材料的数据库、裂纹的移动、聚合物特性的有效测试方法、低循环疲劳)之一。

表面化学分析组织的目标是促进国际间建立表面化学分析中所必须的标准参考过程、参考数据和参考样品。SCAWP的大部分计划与表面分析中最常见的技术如AES、XPS、SIMS和溅射深度剖面分析有关。需要指出的是VAMAS并不组织审定和出版某一标准，只是倡导各国间，各学科领域间的广泛合作。SCAWP的计划是ASTM的E—42会议和表面分析用户会议上讨论的内容之一。SCAWP的活动主要有这样三个方面：多国之间联合，国家的单独研究和组织会议。

表3中列出了该组织于1985年10月和1986年12月提出的13项计划。在此以前的研究工作请参阅文献⁽³⁾。表中第一项计划意在制备几类氧化物薄膜，第二项计划是分别在英国国家物理实验室(NPL)和美国国家标准局(NBS)独立的对Cu、Ag、Au的俄歇电子能量进行高精度的测量，并将其结果进行对比。此研究的目的在于用相互一致的结果对仪器进行定标。这两项研究业已完成⁽¹⁾。由于样品可靠性的问题，第三项研究暂未完成。此研究的目的在于通过比较与入射角有关的XPS对基底/薄膜系统的测量，给出膜厚和膜化学组份的讯息。表3中1986年底提出的计划尚在进行之中，对于计划(4)，希望制备一种有确定结构的样品，结合合适的蒙特卡罗计算，由AES线扫分析得到空间分辨率。计划(10)是作为英国国家研究项目的扩展。为了使分析仪器辅设计算机的分析数据(点谱、元素面谱以及深度剖面)传送给另外的计算机或其它分析仪器辅设的计算机进行更广泛的分析，提出了表面分析仪器标准数据的传递格式，此标准的建立可望将来开展谱数据库间的通讯联系。另外，还有一些国际间研究项目正在考虑之中。

SCAWP支持的一些国家级的研究项目有：

- (1) Au—Cu合金定量AES表面分析实验(日本)；
- (2) 不同电子能量分析器的对比研究(法国)；
- (3) 溅射深度剖面数据拟合的算法评价和用NBS薄膜参考样品测量界面宽度的测绘对比研究(美国)。

SCAWP组织在1986年组织召开了两次会议，一次在美国的NBS，另一次在英国的NPL。会议主要讨论了建立表面分析标准的重要性。1987年，SCAWP组织召开了两次会议，一次是微束分析学术会议，另一次是定量表面分析专题讨论会。会上还讨论了新的合作

表 8

VAMAS表面化学分析组织的国际间计划

序 号	计 划 内 容	时 间
(1)	开展薄氧化物膜作为参考样品的研究(英国, CEC支持)	1985年10月
(2)	俄歇电子谱能谱定标数据的研究(英国, CEC支持, 美国)	1985年10月
(3)	定量X射线光电子谱分析方法(美国)	1985年10月
(4)	AES中空间分辨率的测量(英国)	1986年12月
(5)	由离子注入技术制备参考样品的研究(联邦德国)	1986年12月
(6)	聚合物参考样品的研究(法国)	1986年12月
(7)	AES中背散射修正法(法国)	1986年12月
(8)	氧化物溅射率的参考数据(联邦德国)	1986年12月
(9)	俄歇电子能量和俄歇电流强度测量的对比研究(英国, CEC支持)	1986年12月
(10)	标准数据传递格式的研究(英国)	1986年12月
(11)	氧化铝价带的多技术特性(法国)	1986年12月
(12)	用核反应分析进行表面层深度的定标(加拿大)	1986年12月
(13)	AES中数据处理算法的试验研究(加拿大)	1986年12月

计划。这类会议的益处有：加强了VAMAS与SCAWP间的了解，特别是通过会议来了解SCAWP的目标和进展。其次通过会议讨论推动表面分析标准的建立，由会议讨论提出新的SCAWP计划。

三、IUPAS表面分析组织的研究活动

国际纯粹与应用化学(IUPAC)的表面分析组织(WGSA)的研究内容有：

- (1) 表面分析中可能的名词术语、符号和单位的推荐；
- (2) 提供和收集与表面分析有关的数据；
- (3) 讨论和评价有关表面分析技术和方法。

WGSA就“表面分析方法的标准和定标：半导体”专题准备了5篇报告，报告的题目见表4。其中(4)最近已出版了〔4〕，不久将着手计划表面特性和单层微量元素分析的名词术语。

四、结 束 语

以上扼要地介绍了ASTM表面分析E-42组织，VAMAS表面化学分析组织以及IUPAC

表 4 IUPAC表面分析组织就“表面分析方法的标准和定标：半导体”专题提出的内容

序 号	内 容
(1)	使用离子注入进行标准化的简要报告
(2)	用核分析技术得到固体浅表面区域的特性
(3)	硅和砷化镓中掺杂分布分析定标方法的评价
(4)	用SIMS通过基体改变的半导体层来分析主元素和微量元素的分布
(5)	用AES和XPS分析硅上的电介质薄膜定标方法的评价

表面分析这三个组织在表面分析标准研究方面开展的活动和计划。这三个组织实际上是国际表面分析标准研究的最主要的组织。一些审定的标准能够得到国际标准化组织的承认。值得说明的是这三个组织致力于世界范围内的表面分析标准的研究活动并不相互冲突。这是因为这些组织起源于不同的学科，而且表面分析涉及到十分广泛的学科和部门，所以表面分析标准的研究和制定并非一个学科或一个组织能够完成的系统工程。这些组织间既是相互独立的，又是相互联系和相互促进的。

1986年，国家标准局下达我国表面分析标准的研究由上海测试技术研究所承担，同时受到中国物理学会，中国真空学会和中国质谱学会等组织的重视和支持。目前虽已开展了一些工作〔5〕，但要制定出一项标准尚有一段时间。我们国家目前制定草案标准的蓝本是ASTM E—42出版的标准。我们认为我国的表面分析标准的制定，应在与先进国家(如E—42的标准)标准一致的情况具有自己特点。如ASTM E—673—856 (E—42制定的表面分析术语标准)，术语的定义由于ASTM是从材料试验和应用的角度出发，所以有些条目的内容比较粗略概括，物理概念含糊不清，条目也不够全面。所以，我们的标准制定应组织各学科的专家和科技人员进行广泛的讨论，标准不但言简意深，而且物理概念也较清楚，要做到这一水平，需要各部门从事表面分析和研究工作者的共同努力和支持。依此目的，除了本文向我国表面分析技术工作者介绍国际表面分析研究概况外，我们想陆续介绍一些已由ASTM E—42组织审定出版的标准和其它先进国家组织出版的有关表面分析标准的专题报告，以便使我国表面分析研究工作尽快的向标准化方向发展。

范垂祯先生对本文的完成提出了许多有益的建议，在此表示感谢。

参 考 文 献

- (1) Powell C.J. et al, J. Electron Spectrosc., 17 (1979) 361; Powell C.J. et al, J. Electron Spectrosc., 25 (1982) 87
- (2) Bevolo A.J., Surf. Interf. Anal., 3 (1981) 240; Miller A.C., Surf. Interf. Anal., 8 (1986) 47
- (3) powell C.J. et al, Surf. Interf. Anal., 9 (1986) 79
- (4) Galuska A.A. et al, Pure Appl. Chem., 59 (1987) 229
- (5) 罗兴华, 第五届全国表面与界面物理学术会议论文摘要集, (1988, 10 兰州)