

Accelerating **Innovation** & Enhancing Productivity

XPS常规样品制备及其注意事项

孙文武 表面分析 应用工程师
Wenwu.Sun@thermofisher.com
赛默飞世尔科技(中国)有限公司
5/11/2019

目 录

1.制样需要准备物品

2.制样前注意事项

3. 制样流程

1.制样需要准备物品

制样需要准备物品



镊子套装

三种类型：一个弯头、一个细宽头、一个超细头



医用不锈钢剪刀、无水乙醇

裁剪样品；清洁制样工具



双面胶

双面绝缘胶或者导电胶，用于粘样品



无尘擦拭纸、洗耳球

低尘擦拭纸，擦拭制样工具；洗耳球吹去多余粉末样品



铝箔、称量纸

粉末样品载体



无纺布口罩、一次性手套

防护物品

1. 制样需要准备物品



镊子套装



医用不锈钢刀



无尘纸



双面绝缘胶



双面绝缘胶底座



双面导电胶

1. 制样需要准备物品

橡胶手套



称量纸



一次性口罩



铝箔



洗耳球



无水乙醇



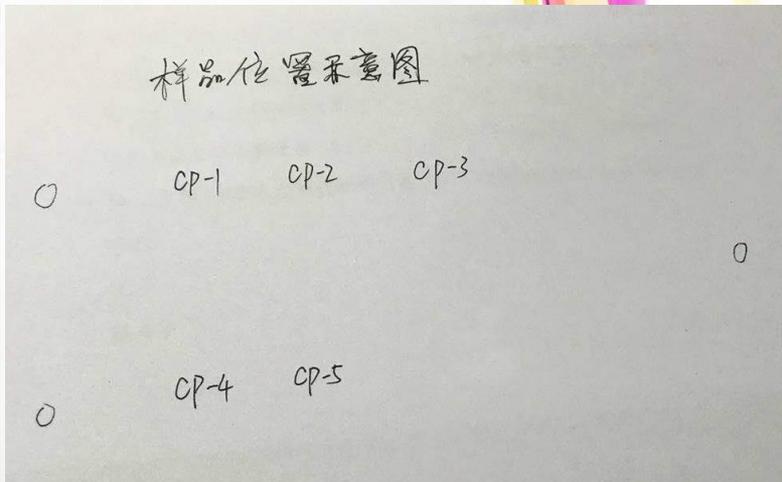
2.制样前注意事项

- 粘贴样品双面胶的用量根据样品量的多少来确定。样品量多，双面胶裁剪大一些；样品量少，双面胶裁剪要小一些。
- 对于含Al元素样品，为避免铝箔中Al元素干扰，制样时不要用铝箔纸做载体，可用称量纸做载体。
- 对于含有水分、溶剂、易挥发的样品的处理。在不破坏其性状的前提下将样品充分干燥。可采用在一定温度下烘干或真空干燥等方法。
- 对于有磁性样品，用消磁机消磁后才能进行测试。可以用大头针来判断样品磁性大小。

3.制样流程

制样前准备

- 戴好手套口罩，用乙醇沾湿无尘纸擦拭镊子、剪刀、样品台等制样工具，确保**清洁干净**。
- 确定样品在样品台上的粘贴位置。可画出样品台子的平面视图，提前设定好样品位置，随后按此位置来粘贴样品，确保样品放置准确。



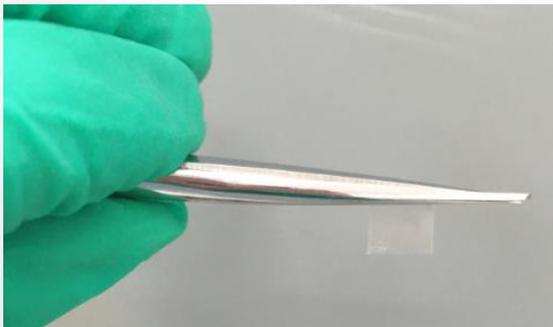
3.制样流程

粉末类样品制样流程

制样前确保粉末样品经过研磨处理。样品粒度太大，使得压片时所得样品表面不平整，影响测试效果。

① 双面胶粘贴样品台，铝箔纸裁剪、双面胶粘在载体铝箔纸上

- 剪跟样品台大小相当的双面胶粘贴在样品台上，用于粘贴样品。
- 裁剪适当大小的铝箔纸片，用于样品的载体；将撕下的铝箔纸片对折，再剪适当大小的双面胶粘在铝箔纸上（抛光面）。对折铝箔纸时，尽量保持铝箔纸表面平整，不要有褶皱。



3.制样流程

②粉末样品压片

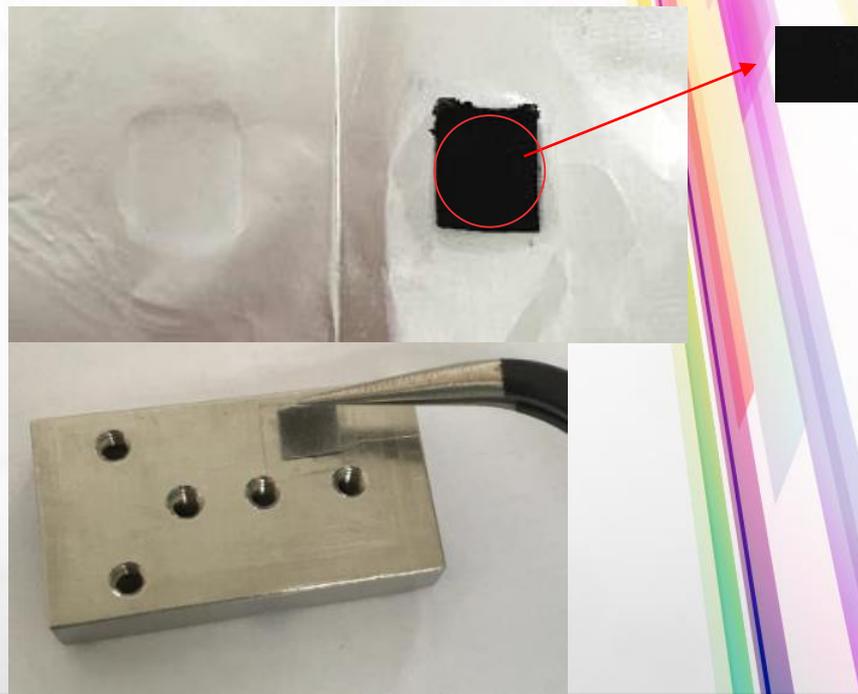
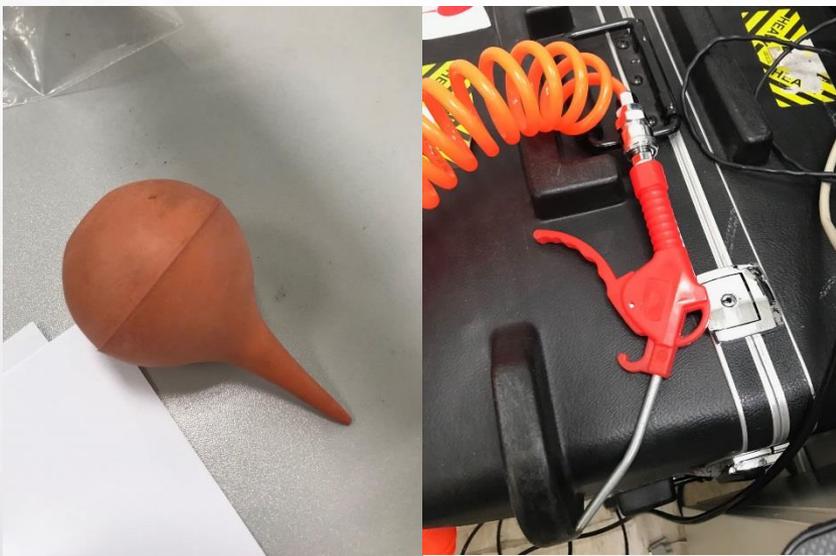
- 将粉末样品均匀的铺在铝箔纸双面胶上。为避免接触污染，在样品转移过程中尽量不要用钥匙转移样品；铺样品过程中，可用镊子轻轻敲打装样品的瓶子，将样品磕出均匀铺在双面胶上。
- 样品铺好后，将对折的铝箔纸合起来压平。可以采用两种方式压片。
 - 镊子或其它工具手工压片。将镊子平面的一端压在铝箔中样品的位置上，用力按压镊子将铝箔中样品压实、压平。
 - 压片机压片。压力建议5-10Mpa,时间建议5-10s



3.制样流程

③样品裁剪粘贴到样品台子上

- 粉末压好片后，揭开铝箔纸，用洗耳球或气枪将样品上未压实的粉末吹干净，确保样品表面没有松散粉末。
- 用不锈钢剪刀裁剪样品，剪适当大小的样品（尽量剪取样品中心位置，且尽量避免工具触碰样品表面），用清洗干净的镊子夹住样品边缘粘贴在样品台上。用镊子按压样品边缘处，确保其在样品台上压实、粘牢。



3.制样流程

④样品制备完毕

- 如果一个样品台子粘贴多个样品，在粘贴样品时注意样品粘贴间距，避免不同样品之间的交叉污染。
- 制备好的样品台子放入进样室中抽真空，待测。



3.制样流程

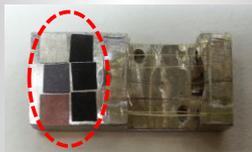
常见的XPS样品制备

[inorganic compounds](#), [metal alloys](#), [semiconductors](#), [polymers](#), [elements](#), [catalysts](#), [glasses](#), [ceramics](#), [bio-materials](#) and many [others](#).

无磁性、无结晶水、无挥发(升华)、无放射性

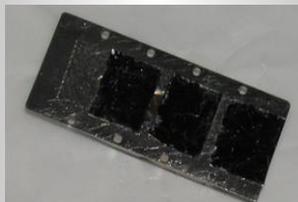
粉末样品

压片制样



薄膜/块状样品

直接测试



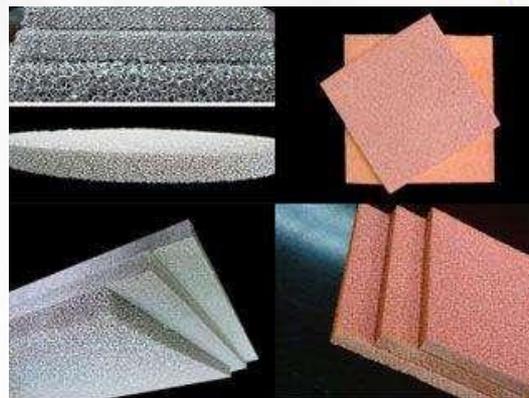
纤维样品

直接测试



3.制样流程

- 对于多孔材料或泡沫金属样品
建议先压片再测试



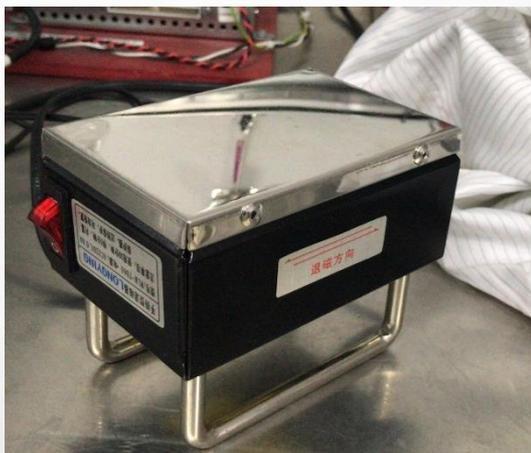
- 对于磁性样品

制样前要先退磁，消磁之后要将样品远离消磁机1m以上距离之后再关闭消磁机（表中列出了几种铁磁性和亚铁磁性（标*号）晶体的居里温度）

物质	居里温度 (K)	物质	居里温度 (K)
Co	1388	EuO	69
Fe	1043	CrO ₂	386
Ni	627	FeOFe ₂ O ₃ *	858
Gd	292	NiOFe ₂ O ₃ *	858
Dy	88	CuOFe ₂ O ₃ *	728
MnAs	318	MgOFe ₂ O ₃ *	713
MnBi	630	MnOFe ₂ O ₃ *	573
MnSb	587	Y ₃ Fe ₅ O ₁₂ *	560

带有微弱磁性的样品

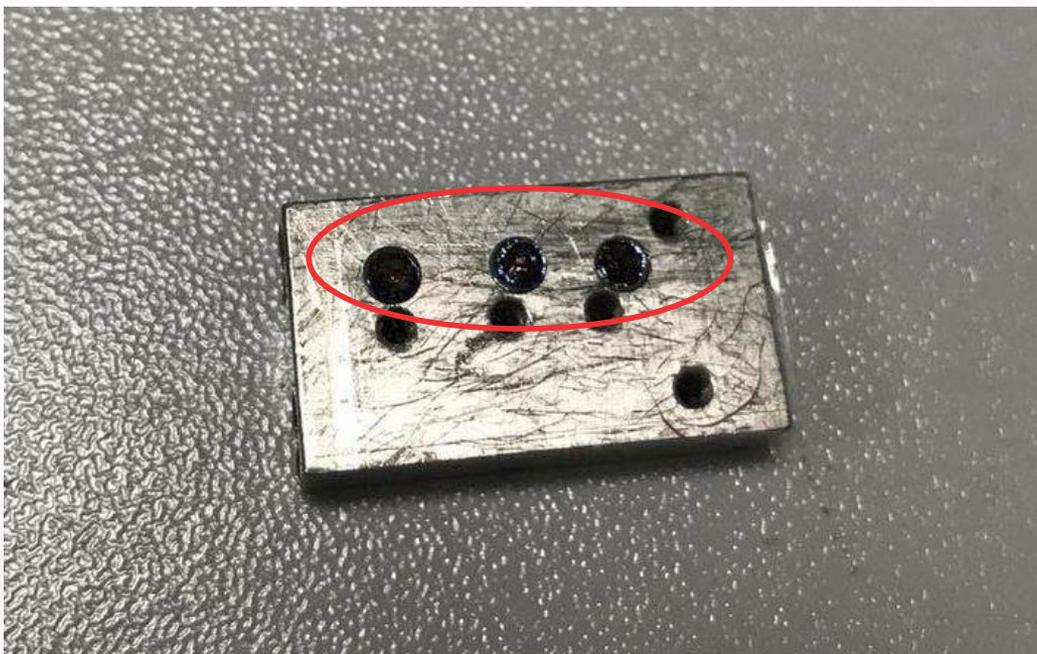
- ▶ 由于光电子带有负电荷，在微弱的磁场作用下，也可以发生偏转。当样品具有磁性时，由样品表面出射的光电子就会在磁场的作用下偏离接收角，最后不能到达分析器，因此，得不到正确的XPS谱。
- ▶ 当样品的磁性很强时，还有可能使分析器头及样品架磁化的危险，因此，绝对禁止带有磁性的样品进入分析室。一般对于具有弱磁性的样品，可以通过退磁的方法去掉样品的微弱磁性，然后就可以象正常样品一样分析。



3.制样流程

其它类型样品制样流程

其它类型样品，像薄膜、片状、块状等类型样品，将其直接粘贴在样品台上，固定牢固后进行测试。



3.制样流程

制样过程中注意事项

- 为尽快制样、尽量减少样品接触大气时间，可在制样前将所需Al箔提前剪好
- 制样时需要使用无粉乳胶手套
- 需用双面绝缘胶（无论样品导电性如何）
- 粉末样品尽量铺均匀
- 样品压完片后需进行气体吹扫
- 容易磁化的样品在制样前要先进行去磁，并根据磁性的强弱，
- 测试时尽量选择表面平滑，没有裂缝的区域

表面分析产品家族



K-Alpha

高效能XPS测试能力

- 快速、直观的工作流程
- 交互式 and 完全自动化操作
- 互联网远程操控
- 内标自校准



Nexsa

小束斑XPS, 多技术集成

- 全聚焦: 10-400 μ m
- ISS、REELS、UPS、拉曼多技术联合
- 专利的快照成像
- MAGCIS双模式离子源
- 互联网远程操控
- 内标自校准



ESCALAB Xi+

完全拓展高性能表面分析平台

- 快速、定量平行成像
- 优于6 μ m束斑回溯成谱
- 优越的能量分辨率
- 标配REELS和ISS
- 可选配多种技术
AES/SEM/EDS/LEED/IPES/
EDXRF
- MAGCIS双模式离子源



了解更多仪器信息和应用信息
请参考赛默飞“双一流”表面分析和材料科学解决方案

更多信息.....

- Thermo XPS在线网站（介绍XPS系统、应用报告、网络讲堂以及在线数据库等信息）
- 英文版: <http://xpssimplified.com/>
- 中文版: <http://www.thermo.com.cn/xps>
- <http://www.thermofisher.com/cn/zh/home/industrial/spectroscopy-elemental-isotope-analysis/surface-analysis/xpssimplified.html>

- Thermo Advantage软件下载地址:
- <https://share.weiyun.com/f9e39d90a214d238b3f6e4f17c793a2a>
可以进行为期30天试用

- 分析过程中如有需要，可以访问赛默飞在线数据库或NIST数据库:
- <http://xpssimplified.com/periodictable.php>
- <http://www.lasurface.com/database/elementxps.php>
- <http://srdata.nist.gov/xps/selectEnergyType.aspx>

Thermo XPS在线网站中文版网站

