

SJ

中华人民共和国电子行业标准

SJ/T 10458—93

**俄歇电子能谱术和 X 射线光电子
能谱术的样品处理标准导则**

**Standard guide for specimen handling in auger electron
spectroscopy and X-ray photoelectron spectroscopy**

1993-12-17 发布

1994-06-01 实施

中华人民共和国电子工业部 发布

俄歇电子能谱术和 X 射线光电子能谱术的
样品处理标准导则

SJ/T 10458-93

Standard guide for specimen handling in auger electron spectroscopy
and X-ray photoelectron spectroscopy

1 主题内容与适用范围

1.1 主题内容

本标准导则规定了样品在表面分析前、表面分析过程中及表面分析后的处理细则。

1.2 适用范围

本标准导则适用于俄歇电子能谱术(AES)和 X 射线光电子能谱术(XPS),也适用于其他表面灵敏分析技术(如离子散射谱术、二次离子质谱术等)。

本标准导则可能涉及有害的操作、设备及物质,但没有说明所有相关的安全问题。使用者在使用本导则前,应该制定适当的安全与保健措施,并确定本导则的应用范围。

2 意义和应用

2.1 样品处理是表面分析中非常关键的环节。不适当的样品处理会导致完全错误的分析结果。

2.2 俄歇电子能谱术和 X 射线光电子能谱术是仅对表面灵敏的分析技术,分析深度通常为几个纳米。这样的薄层,会由于样品的处理而受到严重干扰。

2.3 本导则叙述样品的处理方法。在使用各种表面灵敏分析技术进行表面分析时,采用这些方法可以使其对分析结果的影响减至最小。

3 一般要求

3.1 虽然俄歇电子能谱术和 X 射线光电子能谱术的样品处理技术基本上相似,但也存在差别。俄歇电子能谱术中电子束常引起样品损伤和表面荷电等问题。因此,在处理俄歇电子能谱术的样品时更要加以小心。俄歇电子能谱术和 X 射线光电子能谱术的样品处理方法有很大区别时,本标准导则将加以说明。

3.2 表面灵敏分析技术比其他分析技术对样品的清洁度有更高的要求。初次接触俄歇电子能谱仪和 X 射线光电子能谱仪的人员,操作前应经过有关样品处理的培训。

3.3 应尽量减少对被分析样品的表面作任何接触及处理。

3.4 观察。

3.4.1 分析前,应该用目测的方法(必要时用光学显微镜),对样品进行观察。

3.4.2 能在光学显微镜下观察到的样品细节,并不都能在次级电子像或吸收电流像上观察到。这种情况下,应在样品上划痕作标记,以便在次级电子像或吸收电流像上能找到正确的分析位置。

3.4.3 分析之后,应再对样品进行观察,以检查溅射、电子束照射、X射线照射或真空环境对样品产生的影响。

4 样品对处理的影响

4.1 样品历史

样品的历史会影响对其进行的处理。例如,处理来自非常清洁环境的样品,比处理来自污染环境的样品更应特别仔细。

4.2 被测信息

被测信息也会影响样品的处理。如果被测信息位于必须在分析室中溅射掉的覆盖层下面,则与测量样品外表面信息相比,可允许对样品表面进行较多的处理。

4.3 其他分析技术获得的信息

如果待测样品是其他分析技术已分析过的,则样品表面可能已被沾污,这会影响对它的处理。因而,通常先用表面分析技术分析,而后再进行其他分析。

5 样品的污染源

5.1 工具、手套等

5.1.1 当必须对样品进行处理时,应用洁净的工具,以保证在分析前样品表面不发生变化及分析室的高真空度不被破坏。工具应该用不会对样品表面产生污染的材料制成,在使用前要在高纯溶剂中洗净。

5.1.2 在进行样品操作及处理时,有时要使用手套,有时要擦拭样品表面,这可能对样品产生某些污染。应当避免手套上的滑石粉、硅铜化合物及其他物质对样品的沾污。还应避免操作环境、工作台面对样品的污染。

5.2 微粒碎屑

从清除样品表面微粒用的充气罐及空气管道喷出的压缩气体,会对样品产生污染。尽管这两种方法能清除表面微粒,但要注意,在某些情况下气流会在许多样品上产生静电,这可能使其吸附更多的微粒,用电离化喷嘴可以解决这个问题。

5.3 真空条件和时间

5.3.1 俄歇电子能谱术对即使是第一层的污染原子也很灵敏,因而分析室的真空条件对所采集的数据有很大影响。

5.3.2 假设真空度为 10^{-4} Pa,并且每一气体分子碰撞样品表面后都粘附于表面(即表面粘附系数为1),则只需1秒钟表面污染厚度即可达到一个原子层。吸附一个原子层厚度的污染所需的确切时间与气体分子量及样品单位面积上可吸附的分子数有关。氧气、水蒸汽、二氧化碳、一氧化碳、氢气和甲烷等反应性气体一般具有较高的粘附系数,因此这些气体的分压是影响表面污染的重要因素。反应活性小的气体在非活性表面的粘附系数,在热灯丝附近会增大。挥发性不大的物质也可以从热的表面(如X射线阳极罩)沉积到样品表面。

5.3.3 在分析室进行溅射、断裂、解理或割划样品时,所露出的表面通常是化学活性的。这种