第三节:基于Avantage的数据分析及软件使用

主要内容:

一、基本谱峰结构组成
 二、数据分析—分峰拟合
 三、分析应用实例

- 一、基本谱峰结构组成
- 在XPS图谱中常见的几种谱峰结构
 - 1. 基于XPS理论 (BE = hv KE) 的主峰结构
 - 2. 依赖于物理和化学性质的伴峰结构



XPS主峰结构——光电子峰

- 由于X射线激发源的能量较高,因此XPS过程可以同时激发出多个原子轨道的光电,在XPS谱图上会出现(属于同一个元素的)多组峰结构。
- 最强的光电子峰一般是谱图中强度最大、峰宽小、对称性最好的谱峰,
 称为 XPS 的主峰。每一种元素都有本征的光电子峰,它是元素定性和半定量分析的主要依据。
- 光电子峰的标记: 以被激发的元素及轨道来标记, 如 C1s, Al2p, Ag3d^{5/2} 等



XPS主峰特征参数

- 峰位置(结合能)——表征元素及能级轨道,与化学态有关
- 峰强度——表征元素在探测表面的浓度,也与元素该轨道灵敏度因子有
 关
- 峰宽(FWHM)——XPS谱峰半高宽贡献主要来自于仪器参数、射线能量展宽、元素轨道本征宽度、在样品中表现的价态等几个方面;一般高分辨图谱拟合建议宽度范围0.5eV~2eV左右



自旋轨道劈裂的主峰

自旋 -轨道分裂(SOS)是XPS过程中的初态效应。对于具有轨道角动量的电子,将会发生自旋 (s)磁场与轨道角动量 (l)的耦合。总角动量 j
 =|(± s|。对每个 j值自旋 -轨道分裂能级的简并度 = 2 j+1

J = L + S

- •元素的s轨道,无自旋-轨道分裂,XPS图谱表现单峰
- p, d, f... 轨道是自旋 -轨道分裂的, XPS图谱表现为双峰结构
- SOS的基本规律
 - 分裂大小D随Z增加
 - D值随化学态会有变化,如Sc、Ti、V、Cr等元素

• 双峰强度比例有如下关系:

Subshell	<i>j</i> values	Area Ratio
s	1/2	n/a
p	1/2 3/2	1:2
d	3/2 5/2	2:3
f	5/2 7/2	3:4

自旋轨道劈裂的主峰

- 自旋 -轨道分裂(SOS)是XPS过程中的初态效应。对于具有轨道角动量的电子,将会发生自旋 (s)磁场与轨 道角动量 (l)的耦合。总角动量 j
 =|(± s|。对每个 j值自旋 -轨道分 裂能级的简并度 = 2 j+1
- •元素的s轨道,无自旋-轨道分裂,XPS图谱表现单峰
- p, d, f... 轨道是自旋 -轨道分裂的, XPS图谱表现为双峰结构





总是伴随着 XPS, 结构比XPS峰更宽和更为复杂, 其动能与入射光子的能量无关

XPS的伴峰结构——终态效应

- 由结合能定义 E_B=E_{final(n-1)} –E_{initial(n)},可以看出由于终态的不同,电子结合能分布也会表现出不同的行为。
- · 过渡金属(3d轨道上有未成对电子存在造成的)多种分裂末态,如 Mn、 Fe等



XPS的伴峰结构——终态效应

- 由结合能定义 E_B=E_{final(n-1)} –E_{initial(n)},可以看出由于终态的不同,电子结合能分布也会表现出不同的行为。
- 过渡金属 (3d轨道上有未成对电子存在造成的)多种分裂末态,如 Mn、 Fe等



XPS的伴峰结构——终态效应

- 由结合能定义 E_B=E_{final(n-1)} –E_{initial(n)},可以看出由于终态的不同,电子结合能分布也会表现出不同的行为。
- · 过渡金属(3d轨道上有未成对电子存在造成的)多种分裂末态,如 Mn、 Fe等;稀土金属4f轨道上有未成对电子也会造成
- 其他原因引起的终态效应,如与配位体结合的末态分布,如La、Ce等元素



其他伴峰结构

• 震激(shake up)、等离子体等造成的能量损失峰



XPS图谱的背底

• XPS图谱的背底一般都显现阶梯状的背底分布,这一点在XPS全谱结构 中更明显的表现。



二、数据分析—分峰拟合

1. 单峰拟合

2. 双峰拟合

3. 非线性最小二乘 (NLLSF) 拟合



Ref.	Name	Peak BE	Height CPS	Height Ratio	Area CPS.eV	Area Ratio	FWHM fit param (eV)	L/G Mix (%) Product	Tail Mix (%)	Tail Height (%)	Tail Exponent
Α	C1s Scan A	284.81	3737.57	1.00	5574.45	1.00	1.43 📕	30.00 🔒	100.00 🔒	0.00 🤀	0.0000 🔒
							0.5 : 3.5	fixed	fixed	fixed	fixed
В	C1s Scan B	288.44	554.61	0.15	827.18	0.15	1.43 📎	30.00 🤀	100.00 🔒	0.00 🤀	0.0000 🔒
							A*1	fixed	fixed	fixed	fixed
С	C1s Scan C	286.41	496.02	0.13	739.80	0.13	1.43 📎	30.00 🔒	100.00 🔒	0.00 🤀	0.0000 🔒
							A*1	fixed	fixed	fixed	fixed

C1s Scan 1 Scan, 9.5 s, 400µm, CAE 20.0, 0.05 eV



• 单峰拟合, 要求有合理的峰宽和对应合理化学意义的结合能位置

		Ref.	Nam	e	Peak BE	Height CPS	Height Ratio	Area CPS.eV	Ar Ra	rea atio	FWHM fit param (eV)	L/G Mix (%) Product	-	Tail Mix (%)	Tail Height (%)	Tail Exponent		
		Α	C1s	Pea	k Fitting				×	00	1.18 📕	30.00	Ĵ	100.00 🔒	0.00	Ĵ	0.0000 🔒		
										בור	0.5 : 3.5	fixe	ed .	fixed	fiz	ĸed	fixed		
		В	C1s :		Fit Peaks	Add Fitted Peak				26	1.81 📕	30.00	Ĵ	100.00 🤀	0.00	Ĵ	0.0000 🤀		
					Peak Fit P	arameters —					0.5 : 3.5	fixe	ed	fixed	fi	ĸed	fixed		
		С	C1s :		Maximum	99 🚔	<u>C</u> onvergence	0.0001	-	81	2.49 📕	30.00	Ĵ	100.00 🔒	0.00	Ĵ	0.0000 🔒		
					Etting		Gauga				0.5 : 3.5	fixe	ed	fixed	fi	ĸed	fixed		
					Algorithm	Powell 🔻	Gauss - Lorentz Mix	Product	-										
	XPS Knov	wledg	e View		0.4.4.1/6														
Ref	. Name	G	-		-Output va	ues	Normalised	[Tail Tail	Tail							
	Class		reak FI		Iteration	; <u> </u>	Chi Sqr		0		Mix (%) Heig	ght (%) Expon	ent	-					
^		anı	Fit I		Converge	ence	Abbe			kec	fixed	fixed	fixe	ed					
В	C1s Sc	an l					Unterion			đ	100.00	0.00 🔒 0.000	00	Û					
	CT 0				D					keo	fixed	fixed	fixe	ed					
Da	ta Pea	an (ks			<u>Fit</u> This	Level Fit A	I Levels	Stop	<u> </u>		I 100.00 H	0.00 🖬 0.000	00	Π					
										F	A		-			_			
1			L								C1s Sca	n							
		700		N	avigate Back	around						~		_				~ ~	_
	ତ	600		···					Canad				\sim					\sim	\sim
	slei ×	500						spr _							/	\uparrow	\		
	tesidu			<u>ل</u>	[oun	-								$ \downarrow$	\mathcal{A}		
	с S	400	Re	eset arkers		Add Doublet	C1s										\mathcal{M}		
	ruts	300													1				
	õ	200	Naviga	te Bao	ckground								-			\int			
		100	L	<	2	<u>O</u> K Accept	Cancel												
			250	_	231	30 233	234 2	93	292	291	290 2	289 288		287	286 28	35	284	283 2	82 281
											Binding	Energy (eV)							

谱峰拟合——单峰拟合

								/					
Ref.	Name	Peak BE	Height CPS	Height Ratio	Area CPS.eV	Area Ratio	/	FWHM fit param (eV)	L/ Pl	G Mix (%) oduct	Tail Mix (%)	Tail Height (%)	Tail Exponent
Α	C1s Scan A	284.81	3737.57	1.00	5574.45	1.0	0	1.43 📕		30.00 🔒	100.00 🔒	0.00 🤀	0.0000 🔒
								0.5:3.5		fixed	fixed	fixed	fixed
В	C1s Scan B	288.44	554.61	0.15	827.18	0.:	5	1.43 📎		30.00 🔒	100.00 🔒	0.00 🔒	0.0000 🔒
								A*1		fixed	fixed	fixed	fixed
С	C1s Scan C	286.41	496.02	0.13	739.80	0.1	В	1.43 📎		30.00 🔒	100.00 🔒	0.00 🔒	0.0000 🔒
							Ι	A*1	7	fixed	fixed	fixed	fixed

C1s Scan 1 Scan, 9.5 s, 400µm, CAE 20.0, 0.05 eV





Ref.	Name	Peak BE	Height CPS	Height Ratio	Area CPS.eV	Area Ratio	FWHM fit param (eV)	L/G Mix (%) Product	Tail Mix (%)	Tail Height (%)	Tail Exponent
Α	S2p3 Scan A	166.51	3802.27	1.00	4669.02	1.00	1.18 📕	30.00 🧘	100.00 🔒	0.00 🤀	0.0000 🔒
							0.5:3.5	fixed	fixed	fixed	fixed
В	S2p1 Scan A	167.77 📎	1942.24 📎	0.51	2384.98	0.51	1.18 📎	30.00 📎	100.00 📎	0.00 📎	0.0000 📎
		A+1.20 (±0.1)	A*0.511				A*1	A*1	A*1	A*1	A*1
С	S2p3 Scan B	168.59	596.53	0.16	922.42	0.20	1.48 📕	30.00 🔒	100.00 🔒	0.00 🤀	0.0000 🔒
							0.5:3.5	fixed	fixed	fixed	fixed
D	S2p1 Scan B	169.80 📎	304.71 📎	0.08	471.18	0.10	1.48 📎	30.00 📎	100.00 📎	0.00 📎	0.0000 📎
		C+1.20 (±0.1)	C*0.511				C*1	C*1	C*1	C*1	C*1

S2p Scan 50 Scans, 3 m 46.3 s, 400µm, CAE 20.0, 0.10 eV







而双峰拟合对于拟合p轨道和f轨道等双峰结构的XPS峰时更有物理和化学意义,因为此时2p3和2p1有着固定的峰面积比以及峰位间距



F	Ref.	Name	Peak BE	Height CPS	Height Ratio	Area CPS.eV	Area Ratio	FWHM fit param (eV)	L/G Mix (%) Product	Tail Mix (%)	Tail Height (%)	Tail Exponent	
1	A	S2p3 Scan A	166.51	3802.27	1.00	4669.02	1.00	1.18 📕	30.00 🔒	100.00 🔒	0.00 🔒	0.0000 🔒	
								0.5:3.5	fixed	fixed	fixed	fixed	
ł	В	S2p1 Scan A	167.77 📎	1942.24 📎	0.51	2384.98	0.51	1.18 📎	30.00 📎	100.00 📎	0.00 📎	0.0000 📎	
			A+1.20 (±0.1)	A*0.511				A*1	A*1	A*1	A*1	A*1	
(С	S2p3 Scan B	168.59	596.53	0.16	922.42	0.20	1.48 📕	30.00 🔒	100.00 🔒	0.00 🔒	0.0000 🔒	
								0.5:3.5	fixed	fixed	fixed	fixed	
[D	S2p1 Scan B	169.80 📎	304.71 📎	0.08	471.18	0.10	1.48 📎	30.00 📎	100.00 📎	0.00 📎	0.0000 📎	
			C+1.20 (±0.1)	C*0.511				C*1	C*1	C*1	C*1	C*1	

S2p Scan 50 Scans, 3 m 46.3 s, 400µm, CAE 20.0, 0.10 eV



谱峰的不对称拖尾——多电子激发

连续导带的震激——在固体金属中,费米能级以上还有未占满的能级存在(导带),也可以产生震激效应。由于不是分立的能级,因此震激效应表现为在 高结合能端的不对称拖尾。





连续导带的震激——在固体金属中,费米能级以上还有未占满的能级存在(导带),也可以产生震激效应。由于不是分立的能级,因此震激效应表现 为在高结合能端的不对称拖尾。









Re	Name	Peak BE	Height CPS	Height Ratio	Area CPS.eV	Area Ratio	FWHM fit param (eV)	L/G Mix (%) Convolve	Tail Mix (%)	Tail Height (%)	Tail Exponent
С	C1s Graphene	284.41	331943.64	1.00	364838.37	1.00	0.74 📕	18.53	53.00	0.00	0.1084
							0.5 : 3.5				
D	C1s Sat	290.46	4961.42	0.01	17429.25	0.05	3.00 🖊	30.00 🕏	100.00 🕏	0.00 û	0.0000 🕯
							0.5 : 3	fixed	fixed	fixed	fixed



Re	Name	Peak	Height	Height	Area	Area	FWHM fit	L/G Mix (%)	Tail	Tail	Tail
		BE	CPS	Ratio	CPS.eV	Ratio	param (eV)	Convolve	Mix (%)	Height (%)	Exponent
G	C1s CNT	284.39	198335.62	1.00	237494.83	1.00	0.84 📕	18.53 B	53.00 🕯	0.00 û	0.1084 🕯
							0.5 : 3.5	fixed	fixed	fixed	fixed
н	C1s Sat	289.64	5424.75	0.03	19074.26	0.08	3.00 🖊	30.00 🕏	100.00 B	0.00 û	0.0000 û
							0.5 : 3	fixed	fixed	fixed	fixed
Ι	C1s C-O	286.12	12165.03	0.06	21408.42	0.09	1.50 単	30.00 🕯	100.00 🕯	0.00 û	0.0000 🕯
							0.5 : 1.5	fixed	fixed	fixed	fixed





氧化还原石墨烯系列样品



	5	Re	Name	Peak BE	Height CPS	Height Ratio	Area CPS.eV	Area Ratio	FWHM fit param (eV)	L/G Mix (%) Convolve	Tail Mix (%)	Tail Height (%)	Tail Exponent
	2 50E-	J	C1s Graphene	284.37	148847.92	1.00	160236.75	1.00	0.67 📕	26.01 🕯	55.99 🕏	0.00 🕏	0.0997 🕯
9	2.002								0.5 : 3.5	fixed	fixed	fixed	fixed
X	2.00E-	К	C1s Sat	290.16	2992.02	0.02	10517.81	0.07	3.00 🖊	30.00 🕯	100.00 🕯	0.00 🕯	0.0000 🕯
uals									0.5 : 3.5	fixed	fixed	fixed	fixed
sid	1.50E-	L	C1s C-O	286.71	22535.13	0.15	32609.79	0.20	1.23 🕌	30.00 🕏	100.00 🕏	0.00 B	0.0000 û
(Re									0.5 : 1.5	fixed	fixed	fixed	fixed
S	1.00E-	Μ	C1s C-C	285.02	34988.60	0.24	50630.77	0.32	1.23 📎	30.00 🕏	100.00 🕯	0.00 û	0.0000 🕯
ts /									L*1	fixed	fixed	fixed	fixed
uno	5.00E-	S	C1s C=O	288.30	4853.69	0.03	7023.60	0.04	1.23 📎	30.00 🕏	100.00 🕏	0.00 បឺ	0.0000 🕏
Ũ	0.00								L*1	fixed	fixed	fixed	fixed
	0.00E-		208 206 204	ຸວດວ່ວດດ	, 200 206 4	04 202	280				11-11		1.4

Binding Energy (eV)

NLSSF_非线性最小二乘拟合

- NLSSF是一种拟合功能。这种方法仅除了通过线性改变因子的Intensity 强度来得到最好的拟合结果外,还可以通过shift子元素图谱的能量坐标 (非线性项)来进行优化拟合。
- 通过将参考谱图载入到Avantage软件中来指定其作为NLSSF分析的子元素,通过NLSSF来分析一些共混物材料,或者在一些元素的XPS峰和俄歇峰有重合时,将这些元素的XPS峰从中剥离出来,以提高化学态分析定量分析的精度

复杂高分子碳材料——价带谱分析



因此通过C1s谱的信息我们 不能来区分CH2键和CH3 键



	5.11						Thermo Avantag	je
File	Edit	t View Window Help nalysis 🔊 Compare/Overl 2 D M 🙀 📌 🛠	ay I/ Modiy DeProfile 井	Arithmetic 🖻 Image 👖	Utilities 🏼 🌽 Angle Resolved :	XPS	☐ Dis Ţ	play Modes 🙀
1		Chen7 Chen1 PE-PP m	ix prone Non-Linear Least-	Squares Fit s Etch Time 1	NLLSF Analysis Data G	rid 5 ×		
	Title	ence PP-PE mixture	File Name	865-4685-0107-36378	Comment			
₩	Vale Vale	ence PE ref ence PP ref	C:\\PE-PP mix profile.I C:\\PE-PP mix profile.I	DATA\Valence PE ref.V DATA\Valence PP ref.V	GD			
4	Dat	a Peaks Peak Fit Chemi	ical State					
<u>Ao</u>			A		В		С	
		Valence PP-PE mixture		Valen 1500 1000 500 40 30 Bir	20 10 0 ding Energy (eV)	2000 T 1500 1500 500 0 40	Valence PE ref	
	2							

a Edit View Window Halp		Thermo Avantage
NLLSF Control Dialog	🛱 Arithmetic 🖆 Image 👭 Utilities 🖉 Angle Resolved X	(PS Display Modes
Linear Shirley Tougaard Smart Simple	plit Across Axis Etch Time 1 NLLSF Analysis Data Gr	₩ X 🔳
There are no configurable items	Comment 6865-4F85-A1A7-3637876A60 e.DATA\Valence PE ref.VGD	
Start. eV 23 End, eV 0	e.DATA\Valence PP ref.VGD	
End point average, ev	B	C
Max. Shift, eV 0.00 Step, eV 0.040 ✓ Linked Shift Mode View Level: 0 ←	Valence PP ref	Valence PE ref
Reference name Shift, eV	500 40 30 20 10 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0	1000 500 0 40 30 20 10 0 Binding Energy (eV)
Add Delete Merge		
Start NLLSF Close Accept		

<u> </u>		Thermo Avantage
File Edit View Window Help NLLSF Control Dialog	🔽 Arithmetic 🖆 Image 🔢 Utilities 🌽 Angle Resolved X	PS Display Modes
Linear Shirley Tougaard Smart Simple There are no configurable items	Split Across Axis Etch Time 1 NLLSF Analysis Data Gri Comment 6865-4F85-A1A7-3637876A60 2.DATA\Valence PE ref.VGD	₩ X 1
Start, e∨ 23 End, e∨ 0 End point average, e∨ 0.50 Max. Shift, e∨ 0.00 Step, e∨ 0.040 ✓ Linked Shift Mode View Level: 0 ✓	B Valence PP ref	C Valence PE ref
References Reference name Shift, eV Valence PP ref 0 Valence PE ref 0	5000 40 30 20 10 $0Binding Energy (a)()$	1000 1000 1000 1000 0 40 30 20 10 0 Binding Energy (a)()
Add Delete Merge Start NLLSF Close Accept	Dinding Linergy (ev)	Dinding Litergy (ev)

NLLS	SF Control D	ialog ×		
Linear Shirley To	ougaard Smart	Simple		
There are	no configurable	items		
Start, eV 23	End, eV	0		
End point average,	e∨ 0.50			
Max. Shift, eV 0.00	Step, e∖	/ 0.040		
☑ Linked Shift Mod References	e View Le	vel: 0		
Reference name	Shift, e	Shift, eV		
Valence PP ref	0			
Valence PE ref	U			
Add Delete Merge				
Start NLLSF	Close	Accept		
- S S 22 1-11	The second second			

• 点击NLLSF拟合键之后,出来一个对话框

- 最上方是背景选择
- 其次是拟合范围
- 谱图允许移动范围以及步长精度

NLLSF Control Dialog					
Linear Shirley Tougaard Smart Simple					
There are no con	figurable items				
Start, eV 23	End, eV	0			
End point average, eV	0.50				
Max. Shift, eV 2	Step, eV	0.02			
Linked Shift Mode	View Level: 0		*		
References	1				
Reference name	Shift, eV				
Valence PP ref	0				
Valence PE ref	0				
Add Del	lete	Merge			
Start NLLSF Close Accept					

- 点击NLLSF拟合键之后,出来一个对话框
- 最上方是背景选择——因为参考图谱带有背景 信息,因此选用linear
- 其次是拟合范围——去掉一些非特征范围,缩 小范围
- · 谱图允许移动范围以及步长精度——可以适当 放大允许拟合时,参考图谱的左右移动范围





Valence PP-PE mixture



 价带谱分析PP/PE 的混合物

 价带分析
 测试样品得到的XPS价带谱以及聚乙烯 和聚丙烯标准样品的价带谱
 测试数据通过使用两种标准样品的标准

价带谱来进行最小二乘法拟合

• 得到了很好的拟合结果,而且结果

表明测试样品是聚乙烯和聚丙烯的 混合物,是他们的函数

• 而且从图谱拟合可以得到PE和PP的比例约为1:1

系列Pb3O4样品化学组成随光照的变化

Pass energy=5eV Pb4f spectra from Samples 1-10



Pb化学的图谱特殊性



145 144 143 142 141 140 139 138

Binding Energy (eV)

138

14 Anding Eh4 By (ev)140

137 136 135 134 133

136

 根据文献的报道和实验的测试,PbO2的 XPS谱并不是一个简单的双峰结合,其图 谱是一个不对称的图形,如左图是将我们 实测的10号样品和文献中的PbO2的XPS谱 进行比较,发现重合的相当好,因此10号 样品已经完全被氧化成了PbO2。

这主要是因为Pb是金属,很容易在表面 产生等离子体,而使得XPS主峰往高能 拖尾形成不对称峰形。

PbO₂也是金属性的,也会造成这种不对称现象。这一点,文献中也有报道。

Samples 1, 5 & 10

Pb_3O_4 and PbO_2 quantification



Samples 1-10

Sample $% Pb_{3}O_{4}$ % PbO₂ Pass energy=5eV Pb4f spectra from Samples 1-10 100.0 1 0.0 2 94.62 5.38 Pure 78.18 21.82 3 PbO₂ 4 50.83 49.17 5 35.34 64.66 26.41 73.59 6 14.67 85.33 7 10 9 8 3.48 96.52 8 9 2 98 7 10 0.0 100.0 6 5 Quantification in terms of Pb_3O_4 and PbO_2 4 Pure 5 Scans, 0.50 s, 500µm, CAE 5.0, CAE 5.0 3 Pb₃O₄ Pb4f Pb3O4 ref 2 Pb4f PbO2 ref 100 147 146 145 144 143 142 141 140 139 138 137 136 135 134 Binding Energy (eV) 80 60 百分比 (%) 定量拟合分析表明,由1→10号样品, 40 Pb 4f对应PbO,的谱重比例逐渐增强,从 20 最开始的1号样品, PbO,成分0%到最后 n 2 9 1 3 5 6 7 8 10 10号样品100% 样品编号

$Pb_{3}O_{4}$ and PbO_{2} quantification





Co2p/NiLMM on NTO



Chemical state	Binding energy Co2p _{3/2} / eV		
Co metal	778.2		
Co ₃ O ₄	779.7		
CoO	779.7		

没有明显的Co信号,该处峰型谱重来源主要是NiLMM的俄歇峰信号





Chemical state	Binding energy Co2p _{3/2} / eV		
Co metal	778.2		
Co ₃ O ₄	779.7		
CoO	779.7		

没有明显的Co元素信号,该处峰位主要是Cd3s的峰型





CoO

虽然受Cd3s峰型影响,但仍可以看到微弱的Co元素信号

779.7



虽然受Cd3s峰型影响,但仍可以看到微弱的Co元素信号 峰形十分明显,结合对比参照样,可以了解其Co化学态接近于CoO形式 取数据库CoO的参考峰型和空白样CdS的峰型进行拟合,可以直接对Co进行定量

注意: 该XPS峰型的相互重叠无法通过更换靶材来消除谱峰重叠

拟合



Chemical state Binding energy Co2p _{3/2}					
Co metal 778.2					
Co ₃ O ₄	779.7				
CoO	779.7				



来自Thermo XPS图谱数据 库 http://xpssimplified.com/ elements/cobalt.php

虽然受Cd3s峰型影响,但仍可以看到微弱的Co元素信号 峰形十分明显,结合对比参照样,可以了解其Co化学态接近于CoO形式 取数据库CoO的参考峰型和空白样CdS的峰型进行拟合,可以直接对Co进行定量

注意: 该XPS峰型的相互重叠无法通过更换靶材来消除谱峰重叠

对比



500 Scans, 36 h 6 m, 500µm, CAE30.0, 0.02 eV

该样品中仍没有明显的Co信号,但是**对比于空白样品NTO时,可以看到明显的差别**,明显的接近于Co3O4形式的Co化学态形式 取数据库Co3O4的参考峰型和空白样NiLMM的峰型进行拟合,可以直接对 Co进行定量

拟合



Chemical state	Binding energy Co2p _{3/2} / eV			
Co metal	778.2			
Co ₃ O ₄	779.7			
CoO	779.7			



来自Thermo XPS图谱数据 库 http://xpssimplified.com/ elements/cobalt.php

该样品中仍没有明显的Co信号,但是**对比于空白样品NTO时,可以看到明显的差别**,明显的接近于Co₃O₄形式的Co化学态形式 取数据库Co₃O₄的参考峰型和空白样NiLMM的峰型进行拟合,可以直接对Co 进行定量



案例1: BN玻璃



- BN玻璃
 - 能源/环境应用
 - 新型的超硬材料
 - 具有极好的润滑性能以及高温稳定性
 - 氮化硼涂料有助于将玻璃制品的表面缺陷减至 最低、使之更容易脱模
 - ・实际问题
 - 氮化硼涂料配方独特,但大多数玻璃不会与氮 化硼粘结(影响产品表现性能)
 - XPS解决方案
 - XPS检测鉴定表面元素组成和化学态性质

XPS 全谱扫描













■ 分析表面元素化学组成信息

- 元素信息
 - N、B表现出明显的BN化学组成
 - •预期之外的氧化Cd信号,以及部分硝酸盐的N信号

Chemical state	Rinding energy N1s / eV
Metal nitrides	~397
NSi ₃ (Si ₃ N ₄)	398.0
NSi ₂ O	399.9
NSiO ₂	402.5
C-NH ₂	~400
Nitrate	>405



420 418 416 414 412 410 408 406 404 402

Binding Energy (eV)

高能量分辨率XPS





• 分析表面元素化学组成信息

- 元素信息
 - N、B表现出明显的BN化学组成
 - •预期之外的氧化Cd信号,以及部分硝酸盐的N信号
 - 玻璃主要成分SiO2的信号,化学态信息符合预期

Chemical state	Binding energy Si2p / eV
Si element	99.4
si ₃ N ₄	101.7
ZrSiO ₄	102.0
Organic Si	~102
Aluminosilicate	102 7
sio ₂	103.5

Chemical state	Binding energy O1s / eV
Metal oxides	529-530
Metal carbonates	531.5-532
Al ₂ O ₂ (alumina)	531.1
sio ₂	532.9
Organic C-O	531.5-532
Organic C=O	~533
O-F _x	~535

高能量分辨率XPS



Ca2p Scan 5 Scans, 3 m 20.4 s, CAE 30.0, 0.05 eV



	Name	Atomic %
-	B1s	37.5
	C1s for C-C	11.2
	C1s for C-N	3.7
	C1s for C=O	0.25
	Ca2p CaO	0.18
	Cd3d5 CdO	0.08
JL	N1s for Nitrate	0.9
872	N1s for BN	31.5
	O1s SiO2	12.5
	Si2p SiO2	2.2
0.001	and it is the area in the second of the second second	and the second se

• 分析表面元素化学组成信息

- 元素信息
 - N、B表现出明显的BN化学组成
 - •预期之外的氧化Cd信号,以及部分硝酸盐的N信号
 - 玻璃主要成分SiO₂的信号,化学态信息符合预期
 - •预期之外的微量Ca元素组成,表现出CaO的形式

• 小结:

- 主要含有B,N元素, 接近1:1
- 部分N元素以硝酸盐形式存在
- 其他预期外的微量元素Cd, Ca
- 了解这信息并对比产品的实际性能有助于指导我们改进生产工艺

案例2: 等离子表面改性



案例2: 等离子表面改性



案例2: 等离子表面改性



表面化学分析技术小结



• 光电子能谱系统用于先进材料和器件的表面分析表征

- 实验直接
 - 样品无需特殊制备
 - 易操作
 - 导电和不导电样品分析
 - 不接触以及无污染
- 极其表面敏感性
 - 表征超薄涂层和薄膜,其他技术手段很难实现
 - •表面化学态分析 (一般<5纳米的深度分析)
- 元素和化学键信息
 - 元素识别和定量分析
 - 金属氧化程度分析
 - 污染鉴别
- 薄膜和超薄薄膜分析
 - 氧化/涂层无损分析<5纳米
 - 溅射剖析厚度信息和掩盖的界面层



群名称:分析中心XPS用户群2 群 号:729553856

		分析中心	XPS用户	群2 ⊿	举托	₹ 🗸 -	
聊天	相册文件活	动设置、	/		🕲 🕓	课	Ð
共66个3	文件 (已使用289MB/10GB)				Q 🖬 🗄	=	+ 1
文件	λ۲>+探(F.2ID	更新时间 2018-09-07	过期时间 永久	大小 21.21VIB	上传者 スピング・・・	下载次数 239次	×
	Avantage软件安装.exe	2018-11-01	永久	186MB	XPS孙	278次	+
М	重庆大学分析测试中心…	2019-01-10	永久	21KB	XPS孙	22次	+
М	分析测试中心2018-20	2019-01-14	永久	37KB	周楷	33次	+
?	Avantage 破解软件 …	2019-03-04	永久	298B	止损	134次	+
	共聚焦及bet培训讲座…	2019-03-29	永久	432KB	周楷	14次	+
	QQ图片20190329160	2019-04-02	永久	276KB	周楷	11次	+