

高能 Ag 靶应用于不同轨道谱峰干扰时的分析

XPS-046

摘要： Ag La 源作为 XPS 分析中的一个高能靶材选项越来越受到重视。Ag La 源的能量为 2984.3 eV，远高于传统的 Al K α 源（1486.6 eV），使得 Ag La XPS 测试结果能够提供材料更深层次的信息，此外 Ag La 源经常性被用于消除不同元素俄歇峰与特征轨道谱峰之间的干扰分析。除以上两个特点，Ag 靶由于其高能量，可激发出更内层的轨道电子，对于 Al 靶测试时的不同元素主峰与非特征峰等干扰时，亦可提供其他轨道分析的选择。

关键词： 高能 Ag 靶 谱峰干扰 XPS

技术特点：

- ❖ 岛津 XPS 特色技术高能 Ag 靶的应用。
- ❖ 结合高能 Ag 靶灵敏度因子库可进行半定量分析。

X 射线光电子能谱（XPS）是一种广泛应用于材料表面分析的技术，能够提供元素组成、化学状态以及电子结构等信息。目前 XPS 分析通常使用单色化 Al K α 作为激发源，但较难避免经常出现不同元素之间俄歇峰与轨道谱峰干扰的问题。针对以上问题，目前市面常见仪器可选配非单色化 Mg K α （1253.6 eV）阳极，但由于采用 Mg K α 激发时仅能将俄歇峰向低结合能移动 ~230 eV，往往很难完全消除干扰，甚至可能导致新的谱峰干扰问题。

Ag La 源的引入，为解决这些问题提供了新的途径。Ag La 源不仅能够提供更高的光电子发射能量，而且由于其单色化特性，可过滤卫星线（如 K $\alpha_{3,4}$ ）和韧致辐射，提高 XPS 谱图的能量分辨率并消除 X

射线卫星线造成的伴峰。此外，高能 X 射线源还可以提供常规 Al 靶无法得到的能级信息，如使用 Al 靶时只能测得 Si 2p 信息，而使用 Ag 靶则可以激发获得 Si 1s 信息及俄歇峰信息，因此也可以扩展 Si 1s 及俄歇参数在其他含硅材料中的分析。

目前许多基于实验室的高能 X 射线源在 XPS 仪器上的应用面临的挑战是缺乏可靠的 RSF（灵敏度因子）和对更高结合能的传输函数的理解。Kratos 通过系统性测量解决了这一问题，从而得到了稳定的传输函数和 Ag La 激发光谱灵敏度因子^[1]，本文采用 Al K α 及 Ag La 对一同时含有 Al、Cu、Si 元素且谱峰存在部分干扰的样品进行测试及定量分析。

实验部分

1.1 仪器

岛津光电子能谱仪（AXIS Supra⁺）



图 1 岛津 AXIS Supra⁺ 型光电子能谱仪

1.2 分析条件

激发源：单色化 Al 阳极 (Al K α 1486.6 eV) 通 能：全谱 160 eV, 精细谱 40 eV
 单色化 Ag 阳极 (Ag L α 2984.3 eV) 扫描速度：全谱 1 eV, 精细谱 0.1 eV
 X 射线电压：15 kV

■ 结果与讨论

a) Al K α 测试结果:

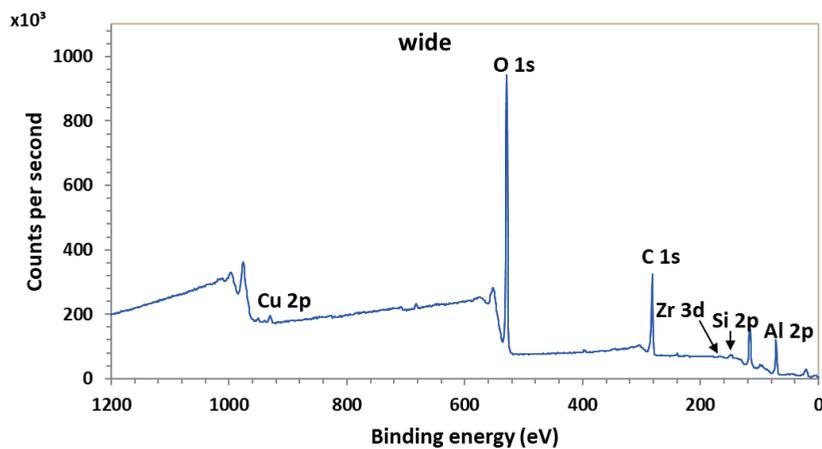
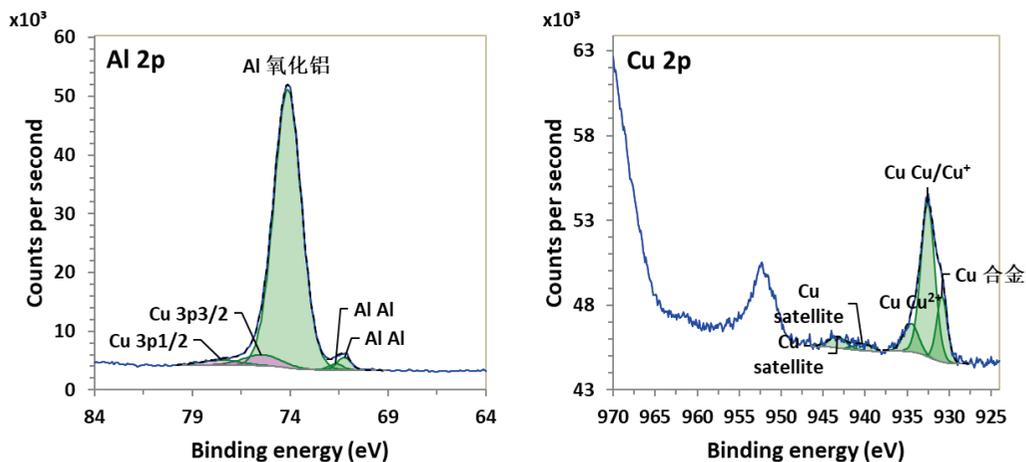


图 2 Al K α 作为激发源时的全谱测试结果

图 2 为该样品的 XPS 全谱结果，从图中可看出，该表面主要含有 C、O、Cu、Al、Si、Zr 等元素（XPS 分析的元素包围不包含 H、He 元素，H 元素不考虑）。由全谱进行元素归属时可知，以上几个元素中，Cu 3p 会对 Al 2p 造成干扰，Al 元素能量损失峰会对 Si 2p 造成干扰，进一步对精细谱进行扫描及数据拟合，结果如下图 3，表面 Al 元素主要以可能的合金态、氧化铝的化学态形式存在，表面 Cu 元素主要以可能的合金态、Cu⁰/Cu⁺、Cu²⁺ 的化学态形式存在。表面 Si 元素主要以可能的单质态、硅酸盐的化学态形式存在，表面 Zr 元素主要以可能的氧化锆的化学态形式存在。其中 Cu 3p 与 Al 2p 存在部分干扰，Al 2s 能量损失峰干扰 Si 2p 的分析，虽然可通过谱峰拟合的方式进行分析，但由于缺少比如与该样品中 Cu 3p 完全相同化学态的谱峰模板，故实际上拟合存在一定的人为性。以上特征峰与非特征峰之间的干扰，更换阳极靶材后会依然存在，后续采用高能 Ag 靶对 Si、Al 元素进行更内层轨道，即 1s 轨道的激发分析。



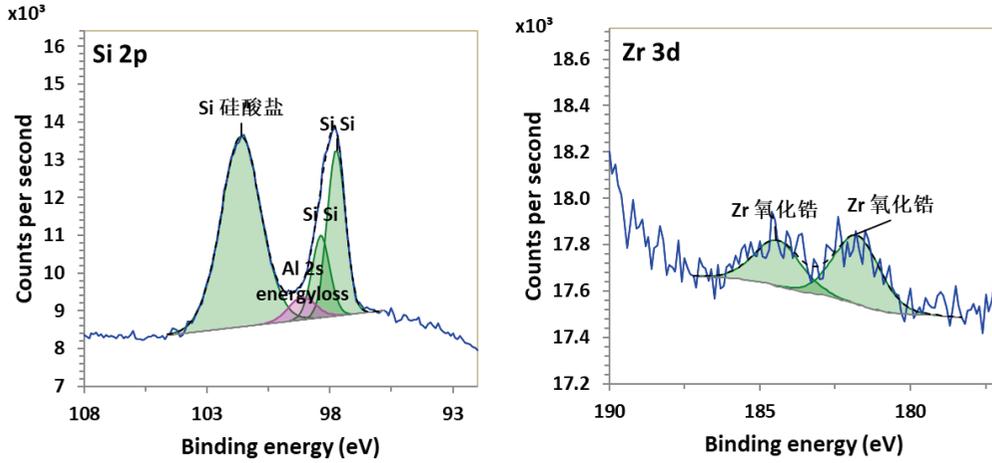


图 3 Al K α 作为激发源时的不同元素精细谱数据

b) Ag La 测试结果:

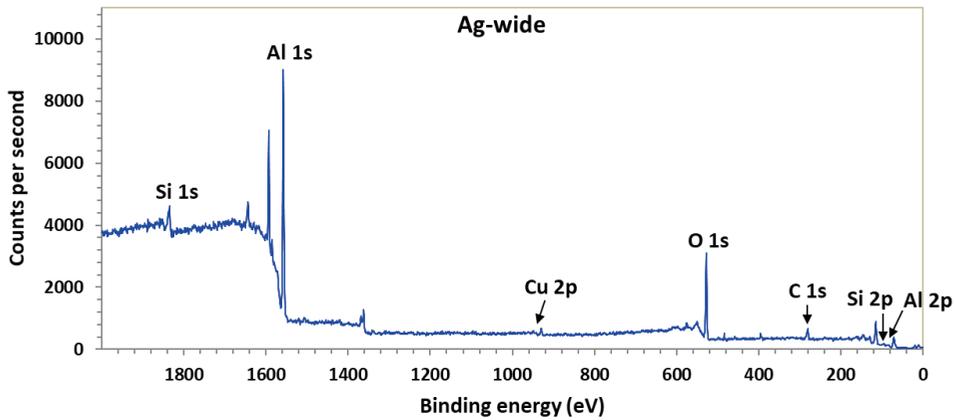


图 4 Ag La 作为激发源时的全谱测试结果

图 4 为该样品 Ag La 激发时的 XPS 全谱结果，可观察到除 Al K α 激发时得到的不同元素轨道谱峰信息时，亦可激发出 Si 1s 及 Al 1s 等内层轨道，进一步对 Si 1s 和 Al 1s 精细谱进行分析，结果如下图 5，此时 Cu 3p 及损失峰的干扰完全可消除。

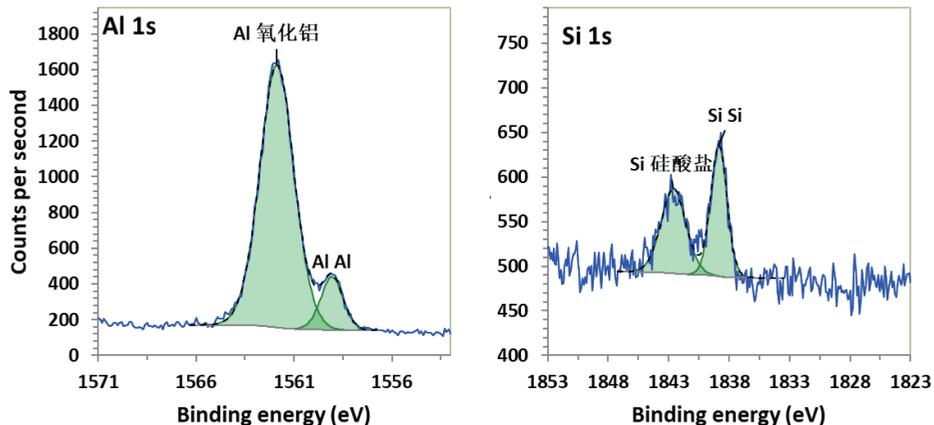


图 5 Ag La 作为激发源时的元素精细谱数据

分别对两种阳极靶测试时的结果进行定量分析，结果见表 1 和表 2，较 Ag 靶测试结果，Al 靶测试时 C 1s 相对占比较高，是由于前者分析深度较大，表面污染碳相对占比降低。

表 1 Al K α 作为激发源时的半定量结果

元素	RSF	Atomic Conc. [%]
C 1s	0.28	58.47
Al 2p	0.33	4.16
Si 2p	0.19	37.37

表 2 Ag L α 作为激发源时的半定量结果

元素	RSF	Atomic Conc. [%]
C 1s	1.00	52.94
Al 1s	11.80	7.40
Si 1s	11.00	39.66

■ 结论

使用岛津 AXIS Supra⁺ 仪器测试了同时含有 Cu、Si、Al 元素，且不同轨道谱图之间存在部分干扰的样品，并结合不同靶材的灵敏度因子给出了相应的半定量结果。高能 Ag 靶具备可分析更深层的样品信息、消除俄歇峰与特征峰干扰以及可激发更内层轨道电子的特点，岛津 XPS 配备高能 Ag 靶与 Al 靶共靶面，共用单色器，仅需一键操作便可实现相互切换。

■ 参考文献

[1] Shard AG, Counsell JDP, Cant DJH, et al. Intensity calibration and sensitivity factors for XPS instruments with monochromatic Ag L α and Al K α sources. Surf Interface Anal. 2019, 51(6): 618-626.

岛津应用云

