

X 射线光电能谱仪操作规程

一、仪器名称

AXIS Ultra DLD 型 X 射线光电能谱仪(XPS)，日本岛津公司

二、仪器功能

X 射线光电能谱仪可定性、定量测定固体物质表面除 H、He 以外的所有元素，并可进行元素价态分析。

三、操作指南

1. 操作仪器前，需详细阅读使用说明书，并经过专业培训。若实验过程中出现异常情况，及时联系本仪器管理人员。
2. 制备好样品，提前一天进样，抽真空一夜。
3. 打开电脑，开软件 Vision Manager-window-Manual window。在 X-ray 控制面板界面，单色化的 X 射线源：Al/Ag，常规为 1。选择 Al(mono)，设置 Emission: 1 mA Anode，HT: 8 kV，点 Standby 等待一定时间预热 X-Ray，观察 Status 中 Filament 到 1.5 A 点 On 开启；等待分步增加 AnodeHT: 10 kV，再分步将电流 Emission 增加至需要，一般为 10 mA。每设置一步，点击一次回车键，系统自动增加。
4. 根据需要在 Neutraliser 控制界面，打开中和枪，按 On 键。
5. 根据软件中的“Real time display”实时监控窗口中谱峰面积 Area 值的变化，方法一：手动调节，调节各个坐标轴方向的按键（主要是 Z 轴）找到信号最强的位置。方法二：自动调节，点击 Name- updateAuto-Z -Status -required -optimize 系统自动调节，然后点 update 更新位置。
6. 按需求选择宽扫(wide)-定性分析，窄扫(narrow)-化学价态分析。测试结束后取出样品，关闭软件，关闭电脑，关闭仪器。
7. 做好大型精密仪器设备的使用情况记录、实验器具归位。
8. 离开实验室前，做好清洁卫生工作，关好门窗，关闭电源。

四、注意事项

1. X 射线能谱仪对分析的样品有特殊的要求，在通常情况下只能对固体样品进行分析。
2. 关于样品：(1)块状样和薄膜样品，其长宽小于 10 mm,高度小于 5 mm。粉体样品可用双面胶带直接把粉体固定在样品台上，或者把粉体样品压成薄片后固定在样品台上。(2)含有挥发性物质的样品，在进入真空系统前必须清除掉挥发性物质。(3)表面有油等有机物污染的样品，在进入真空系统前必须清洗并自然干燥。(4)绝对禁止带有磁性的样品进入分析室。
3. 为了防止手直接接触，整个操作需戴手套，所用工具清洁防止试样交叉污染。