# NOVI XPS-SPEKTROMETER GENESIS NA INSTITUTU »JOŽEF STEFAN«

**Janez Kovač**
Institut Jožef Stefan

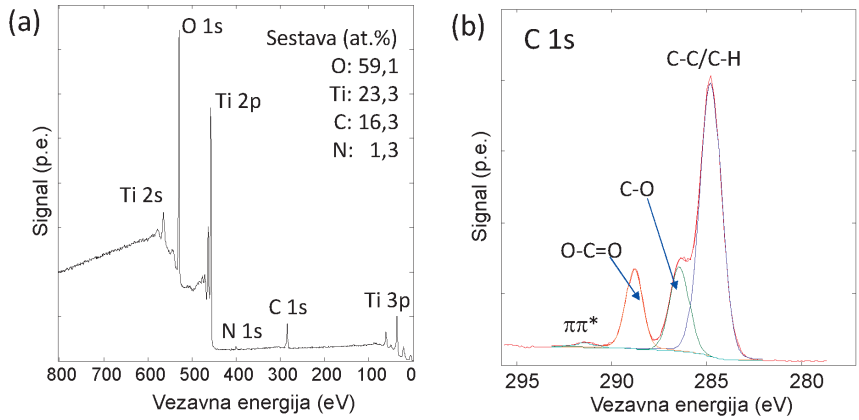
Na Institutu »Jožef Stefan« smo oktobra 2024 instalirali novi XPS-spektrometer za izvajanje metode rentgenske fotoelektronske spektroskopije (ang. *X-ray Photoelectron Spectroscopy* – XPS). Spektrometer je model Genesis, njegov proizvajalec pa podjetje Physical Electronics, del japonsko-ameriške korporacije ULVAC-PHI. Več podatkov o spektrometru je na voljo na spletni strani proizvajalca [1].

Nakup novega instrumenta je delno financirala agencija ARIS, preostali delež pa je financiral Institut »Jožef Stefan«, in sicer Odsek za tehnologijo površin (F4), Odsek za tanke plasti in površine (F3) in Odsek za fizikalno in organsko kemijo (K3). Novi instrument bo dopolnil obstoječo opremo za analize površin in tankih plasti na našem institutu. Na institutu je že več desetletij dolga tradicija visokokvalitetnih in specifičnih preiskav površin in tankih plasti, ki se je začela na nekdanjem Institutu za elektroniko in vakuumsko tehniko (IEVT) pod vodstvom prof. dr. Antona Zalarja in je bila nato prenesena na Institut »Jožef Stefan«. Metodo XPS smo uvedli v Sloveniji na našem institutu leta 2005, kasneje pa smo uvedli še podobno površinsko občutljivo metodo, to je masna spektrometrija sekundarnih ionov (ToF-SIMS). Zaradi vse večjega zanimanja za natančnejše in zahtevnejše preiskave, ki jih ni bilo več možno izvajati s starejšo opremo, smo izvedli nakup novega XPS-spektrometra.

Novi instrument Genesis omogoča visokokvalitetne analize kemijske sestave in oksidacijskih stanj elementov na površinah in v tankih plasteh [2]. Omogoča tudi analizo sestave tankih plasti po globini plasti do debeline okoli 1 μm. Opremljen je z aluminijevim monokromatskim izvirom, ki seva rentgensko svetlobo z energijo 1486 eV, lahko pa ga nadgradimo z dodatnim izvorom na kromovo anodo, ki seva pri višji energiji za analizo globljih plasti (opcija HAXPES). Posebnost spektrometra je močno fokusiran rentgenski žarek premera 5 μm, kar omogoča analize natančno izbranega majhnega področja. Žarek lahko skenira na površini, tako da lahko posnamemo tudi XPS-posnetke kemijske sestave preko področja nekaj mm [3]. Analizna globina metode XPS je 5 nm, kar omogoča veliko površinsko občutljivost.

Spektrometer je opremljen z 32-kanalnim polkrogelnim analizatorjem energije izsevanih fotoelektronov, ima visoko energijsko ločljivost (0,5 eV), in visoko občutljivost ($10^6$ elektronov na eV/s pri analizi spektra Ag 3d). Za globinsko profilno analizo tankih anorganskih plasti je instrument opremljen z ionsko puško na argonove ione energije 0,5 keV do 5 keV. Za globinsko analizo organskih plasti in za čiščenje kontaminacije s površin pa je instrument dodatno opremljen z ionsko puško na argonove gruče energije 10–20 keV in velikosti od 2000 do 5000 atomov argona. Med globinsko analizo tankih plasti lahko dosežemo visoko globinsko ločljivost z uporabo modula »*Zalar rotation*«. V instrumentu lahko nagibamo vzorec glede na vpadni rentgenski žarek in izvajamo nedestruktivno kotno ločljivo analizo XPS (opcija AR-XPS) zelo tankih plasti.

**Slika 1**: Novi XPS-spektrometer Genesis proizvajalca ULVAC-PHI, instaliran na Institutu »Jožef Stefan«




**Slika 2**: (a) XPS-spekter površine titanijevega oksida, ki vsebuje vrhove elementov: Ti, O, C in N. Podana je tudi kemična sestava površine. (b) Energijsko visoko ločljivi XPS-spekter C 1s površine polimera polietilen tereftalat (PET); prikazuje vrhove, ki pripadajo različnim vezem ogljikovih atomov v molekuli PET.

V instrumentu lahko med analizo segrevamo vzorce do 700 °C in na ta način spremljamo pojave difuzije. Instrument ima tudi ultravijolični izvor na helijevo razelektritveno svetilko, kar omogoča analizo elektronskih stanj, valenčnega pasu in izstopnega dela iz površin (metoda UPS). Poleg tega je dodana metoda LEIPS, pri kateri z nizkoenergijskimi elektroni obstreljujemo površino in analiziramo izsevano luminiscenčno svetlobo ter tako dobimo informacijo o nezasedenih elektronskih stanjih atomov na površini. Spektrometer omogoča visoko stopnjo avtomatiziranih meritev na več vzorcih in oddaljeni dostop do upravljanja instrumenta.

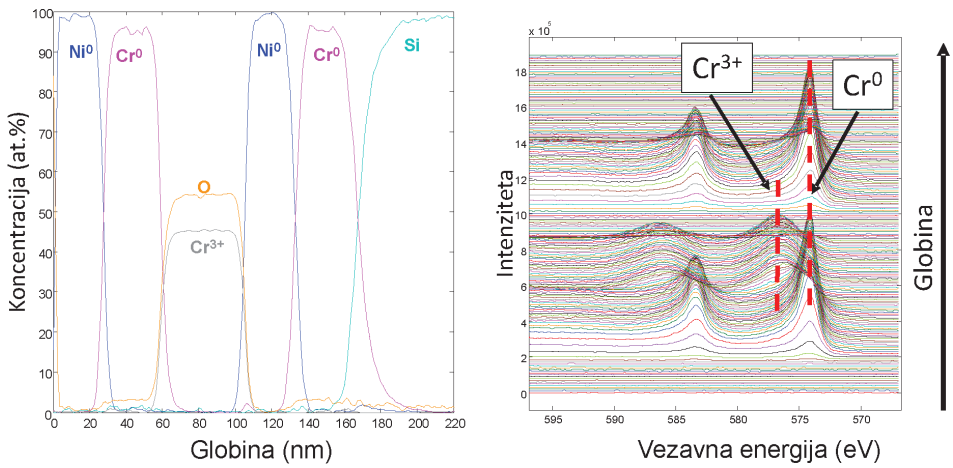
Po instalaciji instrumenta je sledil osnovni in napredni tečaj za uporabnike instrumenta. Novi XPS-spektrometer je sedaj v redni uporabi.

Analize kemijske sestave in oksidacijskih stanj elementov na površinah in v tankih plasteh trdnih snovi, kot jih lahko izvedemo na novem XPS spektrometru Genesis, so zelo uporabne na različnih področjih [3-7]. To vključuje plazemsko obdelavo površin, sintezo novih materialov, korozijsko zaščito materialov, razvoj novih trdih prevlek, mikroelektroniko, tribologijo, katalizo, baterije, polprevodnike, nanotehnologije…

Prof. dr. Janez Kovač

## LITERATURA

[1] https://www.phi.com/surface-analysis-equipment/genesis.html
[2] https://en.wikipedia.org/wiki/X-ray_photoelectron_spectroscopy
[3] J. F. Moulder, *J. Electron Spectrosc. Relat. Phenom.*, 231 (2019), str. 43-49
[4] W. F. Stickle, C.N. Young, *J. Electron Spectrosc.Relat. Phenom.,* 231 (2019), str. 50-56
[5] G. Šekularac, J. Kovač, I. Milošev, *J. Electrochem. Soc*., 172(2025), 11, 111501, str. 1-24
[6] A.Vesel, H. Motaln, M. Mozetič, D. Lojen, N. Recek, *Int. J. Mol. Sci*., 26(2025), str. 2128
[7] Ž. Gostenčnik, A. Drnovšek, D. Korbar, S. Drev, M. Panjan, J. Kovač, M. Čekada, *Surf. Coat. Technol.*, 516, (2025), str.132772




**Slika 3**: Globinski XPS-profil večplastne strukture Ni/Cr/$Cr_2O_3$/Ni/Cr/Si, ki je bila pripravljena na Odseku za površine in tanke plasti na Institutu »Jožef Stefan«. Debelina posamezne plasti je okoli 30 nm. Na levi strani so prikazane krivulje koncentracij elementov Ni, Cr, O in Si. Na desni strani so prikazani XPS-spektri Cr 2p iz različnih globin večplastne strukture. Iz vezavne energije spektrov in premikov spektrov Cr 2p lahko identificiramo oksidacijska stanja kromovih atomov Cr(0) v kovini in Cr(3+) v kromovem oksidu. Profil je bil posnet z uporabo modula »*Zalar rotation*«, ki ga je uvedel naš pokojni sodelavec Anton Zalar in je vgrajen pod tem imenom v XPS-spektrometru Genesis.