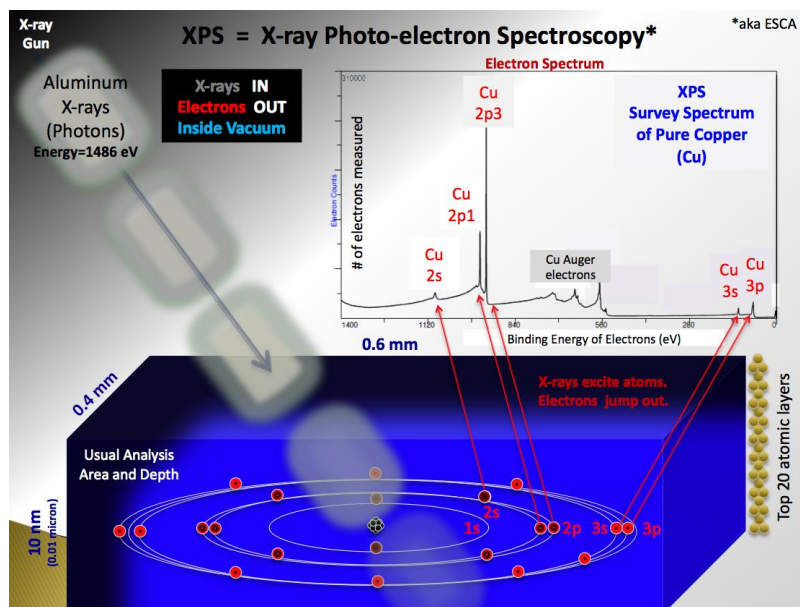


Spektroskopia fotoelektronów w zakresie promieniowania X (XPS - X-ray photoelectron spectroscopy).

Opracowanie: dr hab. Aldona Kubala-Kukuś, dr hab. Dariusz Banaś,
dr Ilona Stabrawa, mgr Karol Szary Instytut Fizyki UJK



https://pl.wikipedia.org/wiki/Spektroskopia_fotoelektron%C3%B3w_w_zakresie_promieniowania_X

Cel ćwiczenia:

1. Poznanie budowy i zasady działania lampy rentgenowskiej.
2. Poznanie podstaw fizycznych metody XPS.
3. Rejestracja i analiza widm fotoelektronów.
4. Analiza składu chemicznego warstwy powierzchniowej wybranych materiałów metodą XPS.

Zagadnienia:

1. Budowa atomu.
2. Promieniowanie rentgenowskie.
3. Budowa i zasada działania lampy rentgenowskiej.
4. Oddziaływanie promieniowania X z materią (efekt fotoelektryczny, przejście promieniste, przejścia bezpromieniste).
5. Metoda spektroskopii fotoelektronów w zakresie promieniowania X (metoda XPS): podstawy fizyczne, układ eksperymentalny, zasada działania analizatora elektronów, analiza widm fotoelektronów, zastosowania.

Instrukcja przeprowadzenia ćwiczenia:

Ogólne etapy ćwiczenia:

- A. przygotowanie próbki pomiarowej,
 - B. umieszczenie próbki pomiarowej w komorze załadowniczej,
 - C. umieszczenie próbki pomiarowej w komorze XPS,
 - D. uruchomienie lampy rentgenowskiej, analizatora fotoelektronów, manipulatora próbek oraz neutralizatora ładunku (Flood Gun)
 - E. analiza próbki badanej metodą spektroskopii fotoelektronów w zakresie promieniowania X. analiza badanej
 - F. analiza widm elektronów dla badanej próbki z instrukcji do ćwiczenia.
- Poszczególne etapy omówione są w dalszej części instrukcji.

UWAGA:

- WSZYSTKIE ETAPY ĆWICZENIA ODBYWAJĄ SIĘ POD ŚCISŁYM NADZOREM PROWADZĄCEGO ZAJĘCIA ORAZ PRACOWNIKA TECHNICZNEGO,
- PRZED PRZYSTĄPIENIEM DO WYKONANIA DOŚWIADCZENIA ZAPOZNAĆ SIĘ Z INSTRUKCJAMI WSZYSTKICH WYKORZYSTYWANYCH URZĄDZEŃ.

Analiza wyników:

- Dokonać interpretacji zarejestrowanych widm fotoelektronów (widma w funkcji energii wiązania elektronów; widma w funkcji energii kinetycznej elektronów).
- Porównać widma zarejestrowane z zastosowaniem lampy rentgenowskiej z anodą aluminiową i magnezową; dokonać interpretacji wyników.
- Przygotować sprawozdanie z wykonanego ćwiczenia.

Literatura:

- „Fizyczne metody badań w biologii, medycynie” – praca zbiorowa pod redakcją A. Hrynkiwicza ,
Wydawnictwo Naukowe PWN
- J. Araminowicz, K. Małuszyńska, M. Przytuła, „Laboratorium fizyki jądrowej”.
- N. A. Dyson „Promieniowanie rentgenowskie w fizyce atomowej i jądrowej” – PWN Warszawa
1978
- H. Haken, H. Ch. Wolf „Atomy i kwanty: wprowadzenie do współczesnej spektroskopii atomowej”
– PWN Warszawa 1997
- B. Dziunikowski „Energy dispersive x-ray fluorescence analysis” – PWN Warszawa 1989
- R. Resnick., D. Halliday, Podstawy fizyki tom 5, PWN, Warszawa 2005/2006
- J. Als-Nielsen, Elements of modern X-ray physics, Chichester: Wiley, 2011
- G. Zschornack, Handbook of X-ray data, Springer, Berlin, 2007
- B. Beckhoff (eds.) et al., Handbook of practical X-ray fluorescence analysis, Springer, Berlin, 2006

Metody oceny:

- odpowiedź ustna, kolokwium wstępne, sprawozdanie z wykonanego doświadczenia.

Instrukcja przeprowadzania pomiarów metodą XPS

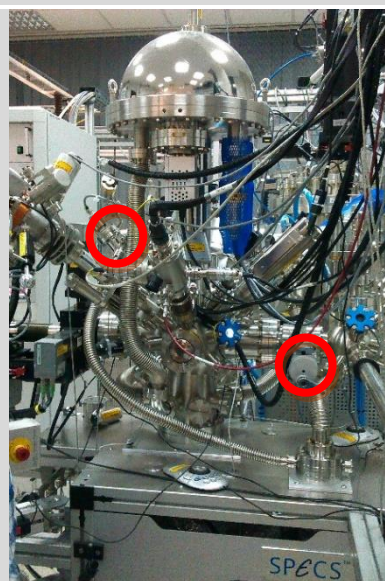
Czynności wstępne

1. Pompy utrzymujące próżnię w komorze pomiarowej XPS i komorze załadowniczej są włączone.
2. Sprawdzić ciśnienie na panelach:
 - ciśnienie **Panel MVC-3 Vacuum Gauge Controller** (komora pomiarowa) rzędu $2-8 \cdot 10^{-10}$ mbar.
 - ciśnienie **Panel Load Lock PKR SingleGauge** (komora załadownicza) rzędu $10^{-8} - 10^{-7}$ mbar.




Przygotowanie komory załadowniczej i umieszczenie próbki w komorze załadowniczej (część A. przygotowanie próbki pomiarowej z instrukcji do ćwiczenia oraz część B. umieszczenie próbki pomiarowej w komorze załadowniczej z instrukcji do ćwiczenia)

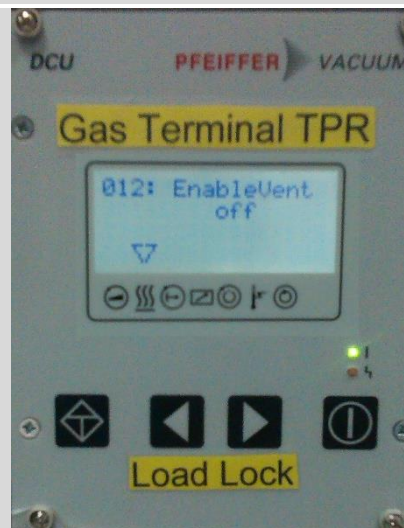
1. Sprawdzić czy komora pomiarowa jest zabezpieczona przed zapowietzeniem (zawór pomiędzy komorą pomiarową i załadowniczą powinien być w pozycji "closed" (domyślnie jest otwarty), zawór z lewej strony na działku jonowym powinien być zamknięty (domyślnie jest zamknięty)).




2. Panel **Gas Terminal** – parametr nr 012 musi być na Off aby nie zapowietrzyć komory.

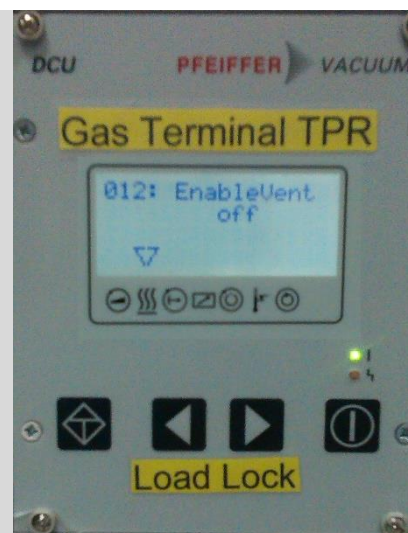


Nacisnąć  – pompa wyłącza się.
Ciśnienie wyświetlane na panelu Load Lock PKR (SingleGauge) stopniowo maleje do wartości rzędu 10^{-1} mbar.
Parametr nr 309 pokazuje aktualną prędkość pompy.



3.	Odkręcić śrubę blokującą otwarcie komory załadowniczej.	
4.	Odkręcić butlę z azotem w celu wentylacji komory załadowniczej (standardowo butla z azotem jest zakręcona).	
5.	<p>Panel Load lock DCU – zapowietrzyć komorę załadowniczą. W tym celu:</p> <ul style="list-style-type: none"> - parametr nr 12 Enable -Vent ustawić na On (przytrzymać jednocześnie przyciski , potem nacisnąć przycisk , a potem ponownie przyciski  - na panelu wyświetlającym informację o ciśnieniu w komorze załadowniczej (LoadLock PKR - SingleGauge) pojawia się informacja o osiągnięciu ciśnienia powyżej zakresu pomiaru (Or - over range), - poczekać chwilę, aż drzwi małej komory załadowniczej otworzą się. 	
6.	Należy zamknąć zawór dozujący azot.	
7.	<p>Na przykładowej tarczy pomiarowej zapoznać się z mechanizmem chwytania i zwalniania próbek z uchwytu próbek. Umieścić próbkę w uchwycie próbek i przenieść do komory załadowniczej.</p>	
8.	Zamknąć komorę załadowniczą, założyć śrubę zamykającą i delikatnie dokręcić.	

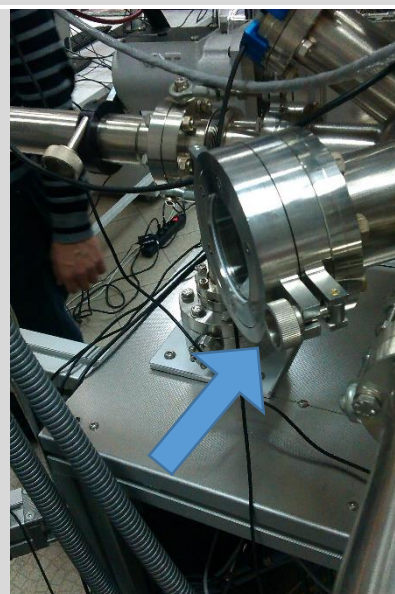
9. **Panel Load Lock.** Zamknąć zawór odpowietrzający - EnableVent Off (procedura odwrotna do otwierania - patrz powyżej). Nacisnąć  – pompa włącza się.



10. Otworzyć zawór nad pompą – **Load Lock Chamber.**



11. Docisnąć drzwiczki i dokręcić lekko śrubę domykającą drzwiczki komory załadowniczej.



12. Sprawdzić ciśnienie w komorze załadowniczej – **Panel Single Gauge** (ciśnienie powinno maleć). Sprawdzić prędkość pompy - powinno być 1500 Hz. Odpompowanie do wartości $5 \cdot 10^{-7}$ trwa około 2h. Po osiągnięciu ciśnienia rzędu 10^{-4} można zamknąć zawór na pompie wstępnej (pompowanie rozpocznie już pompa turbomolekularna).



Przeniesienie próbki z komory załadowniczej do komory pomiarowej (komora pomiarów XPS). Przygotowanie urządzenia do pomiaru.

(Część C. umieszczenie próbki pomiarowej w komorze XPS z instrukcji do ćwiczenia)

1. Uruchomić komputer. Włączyć program MicroCapture-DNT służący do obserwacji wnętrza komory analizującej za pomocą kamery.
2. Wyłączyć pompę sublimacyjną (**4UHV Ion Pump Controller**). Nacisnąć HV-1 jednocześnie z HV- on/off



3. Otworzyć zawór między komorami (kręcić rączką).



4. Za pomocą manipulatora przenieść próbkę do komory pomiarowej pamiętając o prawidłowym uchwyceniu i zwolnieniu próbki z uchwytu manipulatora (pomocne opisy są umieszczone na manipulatorze):
 - karuzelę z próbkami w komorze załadowniczej tak przesunąć do góry aby nie przeszkadzała w przenoszeniu wybranej próbki do komory analizującej (na skali pokrętki od podnoszenia karuzeli - wartość 14).
 - na ekranie komputera, używając programu MicroCapture-DNT, obserwować przenoszenie próbki do komory analizującej.

5. Ważne! Po zamocowaniu próbki wysunąć manipulator do pozycji końcowej. Zamknąć zawór pomiędzy komorą załadowniczą a komorą analizującą XPS (zdjęcie punkt 3).

6. Włączyć laser i sprawdzić pozycję plamki lasera na próbce. (Jeśli plamka nie jest na tarczy pomiarowej ustawić pozycje za pomocą manipulatora.)



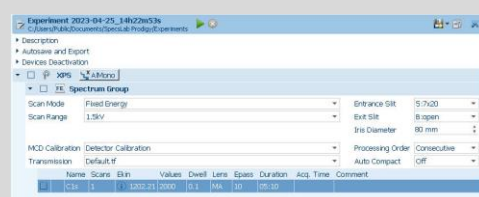
Część D. uruchomienie lampy rentgenowskiej, analizatora fotoelektronów, manipulatora próbek oraz neutralizatora ładunku (Flood Gun) z poziomu oprogramowania SPEC LAB Prodigy

1. Uruchomić układ chłodzenia lampy rentgenowskiej, następnie uruchomić na szafie rackowej zasilacz lampy rentgenowskiej XRC1000, zasilacz analizatora elektronów Phoibos oraz zasilacz działka neutralizującego Flood Gun. Komunikacja z urządzeniami realizowana jest poprzez oprogramowanie sterujące SPECS LAB. Aktywacja poszczególnych urządzeń i ich funkcji możliwa jest z poziomu zakładki Device Controls, zaś szczegółowe parametry pracy definiowane w ustawieniach (zakładka Experiment Editor). Czynności te zostaną w szczegółach omówione z prowadzącym zajęcia.



Część E. analiza próbki badanej metodą spektroskopii fotoelektronów w zakresie promieniowania X z instrukcji do ćwiczenia

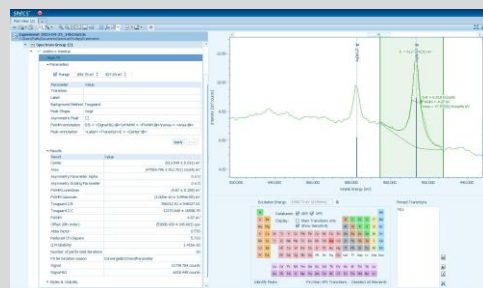
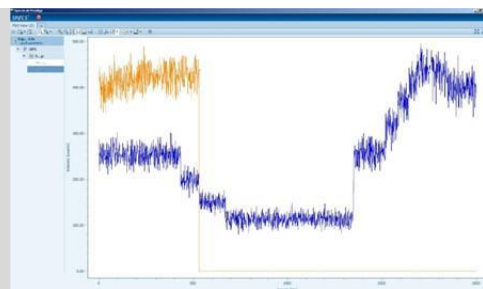
1. Przygotowanie pomiaru w środowisku oprogramowania SPEC LAB wymaga aktywacji urządzeń i predefiniowania parametrów skanu. Z pośród możliwych trybów pracy do nowo przygotowywanego eksperymentu należy dodać tryby FE oraz FAT. Tryb FE (Fixed Energy) daje możliwość szybkiego sprawdzenia poprawności ustawienia wysokości próbki względem ogniska promieniowania lampy rentgenowskiej co zapewnia optymalną intensywność sygnału.



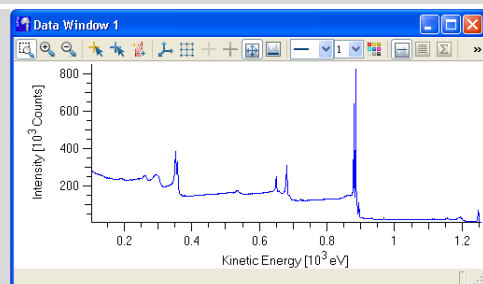
Tryb FAT służy do pomiarów widma fotoelektronów w definiowanym przez użytkownika zakresie energetycznym.

W trybie tym możliwy jest wybór parametrów nastawnych: zakresu energetycznego skanu, czasu zbierania sygnału w danym kanale energetycznym - Dwell, szerokości kroku – Step, trybu soczewkowania, oraz doboru wartości energii przejścia Epass.

Dostęp do podglądu na aktualne i archiwalne dane pomiarowe możliwy jest z poziomu zakładki Plot View. Funkcje dostępne w tej zakładce dają możliwość zmiany sposobu wyświetlania, skalowania widma oraz dokonywania prostych analiz m.in. wyznaczenia położenia pików, szerokości połówkowej (FWHM), stosunku sygnału do tła (SNR) i wiele innych.



2. Dokonać rejestracji widm dla różnych zakresów energii kinetycznej elektronów (lub równoważnie energii wiązania elektronów). Za pomocą tablic zidentyfikować linie.



Część F. analiza widm elektronów dla badanej próbki z instrukcji do ćwiczenia.

1. W programie *SpecsLab2* wyeksportować zarejestrowane widma do. W tym celu w oknie *Files* (lub w oknie *Regions*) zaznaczyć widmo, które ma być wyeksportowane. Przy eksportowaniu wybrać typ pliku jako: VAMAS Data File (*.vms).
2. Uruchomić program *CasaXPS* do analizy widm elektronów (All Programs/SPECS).
3. Otworzyć zapisane widmo (plik z rozszerzeniem *.vms).
4. Otworzyć zakładkę *Element Library* (*Options/Elements...*). Dokonać identyfikacji linii na zarejestrowanym widmie elektronów. Podać interpretację wyników.
5. Wyznaczyć pozycję linii na widmie, ich półszerokości oraz pola powierzchni.