



investiamo nel vostro futuro



**Dipartimento di Chimica**

Via Orabona, 4  
70125 Bari  
Tel 080-5442062-2132-2012  
Fax 080-5442529

**FORNITURA DI UNA STRUMENTAZIONE:**

**“SPETTROMETRO XPS”**

**REFERENTE TECNICO DELLA FORNITURA: PROF. FRANCESCO FRACASSI**

**IMPORTO COMPLESSIVO DELL'APPALTO: € 620.000,00 OLTRE IVA**

Firma \_\_\_\_\_

e-mail: [francesco.fracassi@uniba.it](mailto:francesco.fracassi@uniba.it)

Data:

# SPETTROMETRO XPS

## ALLEGATO TECNICO

### Introduzione

Lo spettrometro XPS (X-ray photoelectron spectroscopy) richiesto deve permettere l'analisi chimica superficiale di nanosistemi organici ed inorganici, con particolare riferimento a film e strati ultrasottili. Nello specifico lo strumento deve consentire le seguenti tipologie di analisi:

- Analisi qualitativa (analisi in bassa risoluzione);
- Analisi quantitativa: composizione chimica elementare attraverso l'acquisizione di spettri ad elevata risoluzione;
- Analisi ad alta risoluzione spaziale e imaging per ottenere importanti informazioni chimiche su materiali micro- e nanostrutturati.
- Analisi risolte in angolo (Angle resolved XPS) per ottenere profili di concentrazione in maniera non distruttiva.
- Analisi in depth profile per ottenere profili di concentrazione mediante l'impiego di un cannone di ioni Ar.

Pertanto, lo strumento deve possedere le seguenti caratteristiche:

- Soppressione efficace dei fenomeni di "charging-up" superficiale, mediante "floodgun" a elettroni lenti, eventualmente con l'aggiunta di "ions shower" sempre a bassa energia;
- Rapporto ottimale di sensibilità/tempo di analisi;
- Analisi risolta in angolo in tempi brevi;
- La configurazione del sistema deve essere modulare, quindi in grado di integrare ulteriori componenti in futuro, come sorgenti di sputter tipo cluster, altre sorgenti di eccitazione etc.

Per consentire le operazioni sopra riportate lo spettrometro dovrà presentare la seguente configurazione minima:

1. Camera di introduzione;
2. Camera di analisi;
3. Sorgente monocromatica a raggi X di Al-K $\alpha$ ;

4. Analizzatore di elettroni di tipo elettrostatico sferico capacitivo e detector;
5. Sistema di individuazione delle aree di analisi del campione tramite immagini digitali
6. Sorgente Twin Anode a raggi X di Al-K $\alpha$  e Mg- K $\alpha$ ;
7. Sistema di compensazione di carica per l'analisi di materiali isolanti;
8. Cannone di sputtering ad Ar per l'analisi dei profili di profondità;
9. Portacampioni e manipolatore motorizzato e controllato via software;
10. Software di controllo ed acquisizione e software di elaborazione dati.

**Le specifiche tecniche richieste sono di seguito elencate:**

### **1) Camera di introduzione (load lock)**

- Il sistema di pompaggio della camera di introduzione deve comprendere una pompa turbomolecolare accoppiata a pompa rotativa;
- La pressione in camera di introduzione deve essere più bassa di  $10^{-8}$  Torr in assenza del portacampioni;
- La sequenza di pompaggio in vuoto e rientro in atmosfera della camera di introduzione deve essere completamente automatica e controllata via software;
- Per le operazioni di manutenzione dello strumento il sistema di pompaggio e di valvole deve poter essere controllato manualmente;
- La camera di introduzione deve includere un sistema di misura della pressione di tipo "cold cathode" o "ion gauge" unitamente ad un sistema per la lettura della stessa;
- La camera di introduzione deve essere connessa alla camera di analisi tramite una valvola di isolamento controllata da un interlock sul livello del vuoto che abiliti l'operatore al trasferimento del portacampioni in camera di analisi. Il livello di interlock deve essere programmabile e disattivabile per consentire il controllo manuale;
- Il caricamento e scaricamento del portacampione in camera di analisi, eventualmente eccetto la movimentazione del braccio di trasferimento, deve essere tutto completamente automatico e fornito di interlock. Il sistema di caricamento e scaricamento del portacampione in camera di analisi deve essere opportunamente descritto e documentato, nonché verificato in sede di collaudo.

## **2) Camera di analisi**

- La camera di analisi deve raggiungere livelli di vuoto migliori  $< 5.0 \times 10^{-10}$  Torr dopo il baking del sistema e in assenza di campioni. Tale livello di vuoto dovrà essere dimostrato in sede di collaudo;
- Deve essere provvista di bakeout automatico dotato di timer e di tutte le componenti necessarie per raggiungere una temperatura di baking di almeno 120 °C; il sistema deve possedere differenti programmi di baking selezionabili dall'operatore a seconda dello stato dello strumento. Deve essere inoltre fornita una apposita coperta e suo sistema di fissaggio per l'esecuzione del baking;
- Il sistema di pompaggio della camera di analisi deve comprendere da una pompa ionica, e una pompa di sublimazione a titanio (TSP);
- Per la misurazione della pressione il sistema deve essere dotato di misuratori di tipo Pirani gauge e ion gauge;
- Lo strumento deve essere dotato di un sistema di lettura della pressione in camera di analisi;
- Il sistema di controllo del vuoto deve impedire danneggiamenti della camera di analisi e del campione in caso di perdita del vuoto dovuta a cause impreviste (ad esempio interruzione di alimentazione di corrente etc.);
- La camera di analisi deve comprendere porte aggiuntive per future aggiunte di componenti, come ad esempio cannoni di sputtering con sorgenti cluster.

## **3) Sorgente monocromatica a raggi X Al-K $\alpha$ , analizzatore e detector**

- La sorgente deve avere una risoluzione in energia  $\leq 0.5$  eV su Ag 3d<sub>5/2</sub> a 10 eV di pass energy e dovrà essere dimostrata in sede di collaudo;
- La sensibilità per Ag 4d è  $> 1$  Mcps e la risoluzione al Fermi Edge deve essere migliore di 120 meV (20%-80%) a temperatura ambiente con sorgente UV;
- Analizzatore di elettroni di tipo elettrostatico sferico capacitivo (SCA) dovrà possedere un detector multicanale fino a 128 canali;
- Il detector deve avere un largo range dinamico  $> 1$  Mcps;
- L'analizzatore deve possedere una risoluzione laterale per le mappe chimiche  $< 20$   $\mu$ m;
- E' necessario che ogni punto sulla mappa chimica del campione contenga uno spettro completo in energia dell'elemento acquisito almeno ad una area di analisi  $< 20$   $\mu$ m;

- La variazione dei parametri di acquisizione deve essere completamente automatica e gestita via software.
- E' necessario che lo strumento sia dotato di opportuna modalità di acquisizione che consenta l'analisi di campioni magnetici senza perdita di counts o con perdite di counts non superiori al 20%.
- L'analizzatore deve essere in grado di operare sia in modalità in scansione (scanned) che in modalità non in scansione (unscanned o modalità snapshot);
- L'analizzatore ed il sistema di acquisizione devono essere in grado di acquisire in maniera efficace fotoelettroni per aree di analisi piccole (<20 µm di diametro), medie o anche grandi (>300 µm di diametro);
- la sensibilità su aree grandi deve essere > 1000000 cps @ 1.0eV (Ag3d<sub>5/2</sub>); la sensibilità su aree piccole deve essere >40 000 cps @ 1.0 eV (Ag3d<sub>5/2</sub>) per aree <20 µm. La sensibilità dovrà essere dimostrata in sede di collaudo;
- la sensibilità su aree grandi deve essere ≥ 250000 cps @ 0.6 eV (Ag3d<sub>5/2</sub>); la sensibilità su aree piccole deve essere ≥ 15000 cps @ 0.6 eV (Ag3d<sub>5/2</sub>) per aree <20 µm. La sensibilità dovrà essere dimostrata in sede di collaudo;
- Al fine di ottenere risultati affidabili e riproducibili sulla stechiometria dei materiali, dovrà essere fornita una libreria completa di fattori di sensibilità dei più comuni materiali inorganici quali SiO<sub>2</sub>, TiO<sub>2</sub>, ZnO, Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e la correttezza della stechiometria dovrà essere dimostrata in sede di collaudo sui relativi substrati standard specificati forniti dalla ditta aggiudicataria;
- il sistema di raffreddamento della sorgente deve essere fornito con lo strumento.
- il sistema deve consentire l'analisi per immagini (modalità imaging) e consentire la registrazione di mappe chimiche;
- La risoluzione laterale ultima nelle immagini deve essere < 10 µm.

#### **4) Microarea di analisi tramite immagini digitali del campione**

- Il sistema deve contenere una modalità di visualizzazione del campione disponibile nella camera di analisi e deve permettere la facile navigazione sulla superficie del campione per l'identificazione e l'individuazione delle aree di analisi; questa modalità di visualizzazione deve prevedere un microscopio ottico, interfacciato con una videocamera CCD a colori, e un efficace sistema di illuminazione del portacampioni in camera di analisi.

- è richiesto che la dimensione dell'area di analisi sia variabile con continuità dalla dimensione minima alla dimensione massima
- è necessario un sistema ulteriore di visualizzazione del campione che permetta l'identificazione di aree di analisi di piccole dimensioni (<20  $\mu\text{m}$ ) tramite immagini e la non ambigua correlazione tra l'immagine ed i punti di analisi;
- E' necessario che il punto analizzato sia quello osservato;
- E' necessario che l'immagine digitale sia ottenuta tramite lo stesso analizzatore utilizzato per l'analisi XPS;

#### **5) Sorgente Twin Anode a raggi X di Al-K $\alpha$ e Mg- K $\alpha$**

- la sorgente ad anodo Mg/Al deve essere dotata di un adeguato sistema di movimentazione che permetta di ottimizzare la distanza sorgente-campione;
- la sorgente deve operare ad un voltaggio di 15 kV e una potenza di 400 W.
- il sistema di raffreddamento della sorgente deve essere fornito con lo strumento

#### **6) Sistema di compensazione di carica per l'analisi di materiali isolanti**

- Il sistema di compensazione di carica deve possedere elevata riproducibilità della compensazione di carica su materiali isolanti per tutti i tipi di analisi disponibili e indipendentemente dalle dimensioni dell'area di analisi;
- Adeguato sistema di compensazione di carica basato su l'emissione di un flusso di elettroni a bassa energia, con setting ottimale tra 1.0 e 1.5 V, eventualmente "dual beam", con un flusso di ioni Ar a bassa energia.
- Il sistema di compensazione di carica deve consentire la compensazione di campioni isolanti anche di natura complessa quali sistemi patternati, porosi, nano- e microstrutturati.
- In fase di installazione dovranno essere impostate differenti modalità operative del sistema di compensazione di carica; quest'ultimo dovrà essere inoltre ottimizzato per l'analisi di campioni isolanti porosi, nano- e micro strutturati. L'efficacia del sistema di compensazione dovrà essere provata in fase di collaudo sui suddetti campioni per aree di analisi < 20  $\mu\text{m}$ : (i) film sottile nanocomposito polimero idrocarburico/nanoparticelle di ZnO depositato su substrato di vetro borosilicato; (ii) gel di silice (dimensione delle particelle compresa tra 200 e 425 mesh). I suddetti sono a disposizione della ditta fornitrice presso di Dipartimento di

Chimica dell'Università degli Studi di Bari 'Aldo Moro'.

- La risoluzione in termini di larghezza a metà altezza (full width at half maximum, FWHM) della componente esterea, O-C=O, del picco del C1s del PET a circa 289 eV deve essere  $\leq 0.85$  eV con un numero di counts  $> 2000$  a  $100 \mu\text{m}$  di area analizzata e dovrà essere dimostrata in sede di collaudo;
- Il sistema di immissione del gas Ar unitamente alla riserva di gas compresso e al riduttore deve essere fornito con lo strumento.

### **7) Cannone di sputtering ad Ar per l'analisi dei profili di profondità**

- Il cannone ad Ar deve aver uno spot minimo  $< 500 \mu\text{m}$ ;
- Il cannone ad Ar deve operare con un voltaggio minimo  $< 250$  V e massimo  $> 4000$  V
- Tutti i parametri operativi del cannone di Ar, compresa la pressione del gas di ingresso, devono essere controllati automaticamente via software;
- E' necessario che il sistema sia in grado di ottenere un profilo di profondità alla minima area di analisi richiesta con uno spettro completo degli elementi sia in modalità scanned che in modalità unscanned (snapshot).
- Le prestazioni dello sputtering ionico in termini di velocità di sputtering e angolo di incidenza dovranno essere definite con l'analisi di un campione standard di  $\text{Ta}_2\text{O}_5/\text{Ta}$ ;
- Il sistema dovrà essere completo di sistema di pompaggio.

### **8) Analisi XPS risolte in angolo**

- lo strumento dovrà consentire analisi risolte in angolo (modalità Angle Resolved XPS);
- l'angolo minimo di acquisizione dovrà essere  $\leq 5^\circ$ ; l'angolo massimo dovrà essere di  $90^\circ$ .
- La tecnologia utilizzata per le analisi risolte in angolo deve essere specificata.

### **9) Portacampioni e manipolatore motorizzato e controllato via software**

- Il manipolatore deve essere controllato via software e deve essere in grado di posizionarsi su aree di analisi predefinite;
- Per le analisi di routine deve essere fornito un porta campioni di diametro minimo di  $50$  mm;

- Il manipolatore deve consentire il raffreddamento ed il riscaldamento del campione tra -120°C e 500°C; è necessario che l'elemento riscaldante sia incorporato nel portacampioni e che l'intero range di temperatura sia ottenibile con un solo portacampioni; il portacampioni in oggetto deve essere fornito con lo strumento.
- Qualora la modalità di analisi risolta in angolo richieda un portacampioni differente da quello di routine esso dovrà essere fornito con lo strumento.
- Il manipolatore deve permettere una rotazione azimutale del campione con un sistema automatico di correzione dell'eccentricità nel caso in cui il centro dell'area di analisi non sia al centro di rotazione del porta campioni; deve essere presente un sistema automatico di correzione dell'eccentricità' fino a 10 mm di diametro nel caso in cui il centro dell'area di analisi non sia al centro di rotazione del portacampioni; il portacampioni in oggetto deve essere fornito con lo strumento.
- E' necessario la presenza di un sistema di autofocus automatico sul portacampioni.
- Tutti gli accessori necessari per fissare opportunamente i campioni sui diversi dovranno essere inclusi nella fornitura.
- Qualora il portacampioni di routine non sia idoneo per l'analisi di campioni spessi la modalità di analisi risolta in angolo richieda un portacampioni differente da quello di routine esso dovrà essere fornito con lo strumento. La ditta fornitrice dovrà specificare lo spessore massimo dei campioni analizzabili.

#### **10) Software di controllo e acquisizione, e di elaborazione dati**

- Il software di acquisizione deve essere basato su sistema operativo Windows (XP, o superiori) con PC allo stato dell'arte, comprensivo di monitor LCD 24";
- Il software di controllo e acquisizione deve essere in grado di permettere le diverse modalità di analisi (depth profiling, Angle resolved XPS, imaging, multipoint analysis, multispecimen).
- Il software di controllo e acquisizione deve essere in grado di creare diverse configurazioni predefinite di analisi che possano essere automaticamente richiamate dall'utente;
- Il software di controllo e acquisizione deve consentire il richiamo di una o più configurazioni predefinite di analisi che possono essere attivate in sequenza automaticamente o con un minimo intervento dell'operatore;
- Il software di elaborazione dei dati deve essere fornito con lo strumento assieme a 10



licenze.

- Il software di elaborazione dei dati deve consentire le più frequenti operazioni, quali analisi qualitativa e quantitativa, procedura di best-fitting, normalizzazione, sottrazione del background, costruzione dei profili di concentrazione con la profondità di campionamento in analisi depth profiling.

## **11) Istallazione**

- L'istallazione deve essere condotta da ingegneri della casa madre.
- La fornitura dovrà prevedere un gruppo di continuità (UPS) per garantire allo strumento in oggetto una autonomia di 30 min al 60% del carico.
- L'installazione dovrà prevedere: (i) assemblaggio dello strumento secondo le specifiche del presente capitolato tecnico; (ii) Start-up del sistema e test delle funzioni di base; (iii) Accertamento del corretto funzionamento nelle diverse modalità operative; (iv) Test di verifica e documentazione completa delle specifiche tecniche dichiarate; (v) Training di 3-4 giorni per 2 operatori sul funzionamento dello strumento nelle diverse modalità operative, sulle procedure di manutenzione di base, sul software di controllo e acquisizione e sulle funzioni di base del software di elaborazione dati.

## **12) Garanzia, assistenza tecnica e manutenzione**

- Lo strumento dovrà essere coperto da un servizio di garanzia di "protezione totale" inclusivo di 3 anni di garanzia, assistenza e manutenzione compreso e compensato nel prezzo offerto, escluso il materiali di consumo ed i ricambi. I servizi prestati, così come le parti riparate e quelle eventualmente sostituite, saranno garantiti per il periodo residuo della garanzia.
- Nell'ambito dell'assistenza bisognerà indicare se esiste un centro di assistenza in Italia con personale certificato dalla casa madre;
- Il servizio di assistenza deve prevedere i seguenti punti: (i) aggiornamenti dei software; (ii) supporto telefonico e/o email con risposta immediata e garantita da parte del personale tecnico della casa madre; (iii) nel caso in cui il supporto telefonico e/o email non sia risolutivo la ditta fornitrice dovrà inviare Dipartimento di Chimica dell'Università di Bari 'Aldo Moro' presso il un idoneo tecnico specializzato entro e non oltre 7 giorni naturali e

consecutivi dalla prima richiesta di assistenza.

- Nell'ambito dell'assistenza tecnica in garanzia deve essere compresa assistenza da parte degli ingegneri della casa madre su problemi del cliente relativi all'analisi di campioni specifici.