

- 1 ABOU KHALIL Zahraa** : Investigation par couplage FIB-Auger des collecteurs de courant en magnésium et en molybdène dans des batteries sodium-ion bioresorbables
- 2 ARNOULD Antoine** : Caractérisation de couches minces d'AIBN
- 3 ASRAOUI Ryad** : Modèle géométrique pour la simulation de profils d'abrasion ionique sur des particules sphérique : application au vieillissement de poudres pour la fabrication additive
- 4 AVILA Jose** : Recent developments in electronic structure determination by nanoARPES at ANTARES synchrotron beamline
- 5 BEN DEBBA Ihab** : pAR-HAXPES investigations of the p-GaN interface on Ni-Au/p-GaN stacks
- 6 BOCHS CRUZ Angel** : Photoemission Characterization of Pt-Zn Nanoparticles Synthesized by Different Routes
- 7 BOURHIS Éric** : Étude en spectroscopie de photoélectrons du vieillissement sous gaz réactif de nanoalliages métalliques
- 8 CABARET Pierre** : Étude de l'interface enfouie $\text{Cu}(\text{In,Ga})\text{S}_2/\text{In}_2\text{O}_3$: Sn après érosion ionique et décollement
- 9 CHEYNIS Fabien** : Probing inversion symmetry breaking and related electronic properties in ultrathin tellurides using photoemission spectroscopy
- 10 CHRIS Blomfield** : Establishing Robust Cryo XPS Protocols for Enabling Broader Material and Biological Studies
- 11 DOMENICHINI Bruno** : Appel à Projet Plateformes FR CNRS 2050 SPE
- 12 ES-SAUDI Ikram** : Photocatalysis for Water Treatment and Hydrogen Production
- 13 FERNANDEZ Vincent** : X-Ray Photon Electron Spectroscopy Degradation Study on Insulating Samples
- 14 FLAHAUT Delphine** : Revealing the Role of Functional Binder PEDOT:PSSTFSI in Cathode-Electrolyte Interface Formation on $\text{LiFe}_{0.4}\text{Mn}_{0.6}\text{PO}_4$ Electrodes of Li-ion Battery
- 15 FOTIE NGOUFO Jaurès** : Structural and electronic properties of WTe_2 for spin-orbitronics applications
- 16 GEORGI Frederic** : Quantitative XPS peak decomposition approach for investigating tribochemical film formation
- 17 HAJJAR-GARREAU Samar** : Growth of phthalocyanine layers on Co/Cu/Co(001) multilayers
- 18 HALLAIS Géraldine** : Étude des paramètres CVD pour l'épitaxie du graphène sur germanium : caractérisation avancée par XPS couplé aux analyses RAMAN, MEB et AFM
- 19 KOROLEVA Aleksandra** : Effect of the crystallinity on the band structure of $\text{La}_2\text{NiO}_{4+\delta}$ thin films
- 20 LAZZARI Rémi** : Size-dependent final state effect in supported metallic nanoparticles: the test case of self-organized Pd clusters on $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}_3\text{Al}(111)$
- 21 LEGENS Christele** : Suivi de la réduction des émissions d'oxyde d'azote (DeNO_x) et de l'oxydation des métaux sur un catalyseur LDO à base de Fe, Mn et Co par NAP-XPS
- 22 LEVY Anna** : Depth-resolved intrinsic defect-induced band bending profile at the rutile TiO_2 surface
- 23 MARQUES Dylan** : Structural characteristics of alumina ultra-thin films: insights from photoemission and ab initio calculations
- 24 MARTINEZ Eugénie** : Analyses XPS/HAXPES angulaires pour la caractérisation de multicouches
- 25 MASTRIPPOLITO Dario** : INSIDE: Operando Platform Enabling Multimodal Spectromicroscopy from a Few meV to 5 keV
- 26 MATHIEU Silly** : Auto-organisation de molécules organiques sur surfaces métalliques étudiée par STM et photoémission
- 27 MINISSALE Marco** : Structural and Electronic Properties of Sb_xTey Thin Films: Role of Ge(110) and Ag(110) Substrates
- 28 MOUSSAOUI Roba** : Calibration de la HREELS et de la LEEM pour l'étude des modes de phonons mous dans les matériaux ferroélectriques
- 29 NJEL Christian** : Suivi XPS de l'érosion ultra-rapide d'électrodes diamant dopé au bore : Nouvelle voie de nettoyage des électrodes en diamant
- 30 NZOMO Hydrice Dylane** : Analyse combinée XPS-REELS et modélisation KMC : vers un contrôle de l'organisation et de la composition chimique de gouttelettes $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}$ sur GaN
- 31 POLEWCZYK Vincent** : Water Etching of Vanadium-based Transparent Conductive Oxides
- 32 PRIETO O'MULLONY Carmen** : A Combined XRF and XPS Approach for Advanced Characterization of 2D MoS_2 Films
- 33 RAJ Ravi** : Depth-Resolved XPS Investigation of Phase Evolution in Bismuth Oxyfluoride Thin Films
- 34 RENAULT Olivier** : Micro-analyse corrélative par XPS et HAXPES de la composition élémentaire des majeurs et des mineurs d'un monocristal de GeO_2
- 35 RICHARD-PLOUET Mireille** : Dépôt hybride par plasma de films nanocomposites ZnO/carbone : Caractérisations structurale et optique
- 36 SMAGGHE Thomas** : Étude de stabilité de polymères polydentates greffés sur surface d'or
- 37 SOULÉ Samantha** : Fonctionnalisation d'implants métalliques en Ti-6Al-4V : réactivité de surface et interactions biologiques
- 38 VALENTIN Émilie** : Advancing XPS Methodology for the Study of Electrochemical Interfaces
- 39 YOU Zi-Yu** : Electronic Structure of the Quasi-One-Dimensional Ferromagnet FePd_2Te_2
- 40 ZANDER Antoine** : Physico-chimie de films $\text{Co}_x\text{Fe}_{1-x}$ élaborés sous plasma azote

Investigation par couplage FIB-Auger des collecteurs de courant en magnésium et en molybdène dans des batteries sodium-ion bioresorbables

Zahraa ABOU KHALIL^{a*}, Jean-Bernard LEDEUIL^a, Hervé MARTINEZ^{ab}, Hussien HAMMOUD^c, Vedi Kuyil Azhagan MUNIRAJ^c, Thierry DJENIZIAN^c, Yann TISON^a

^a Université de Pau et des Pays de l'Adour, CNRS, IPREM, Pau, France, France

^b Centrale Casablanca, Research Center for Complex Systems and Interactions, Bouskoura Ville Verte, Maroc

^c Mines Saint-Etienne, Center of Microelectronics in Provence, Department of Flexible Electronics, F-13541, Gardanne, France

*Contact: zahraa.abou-khalil@univ-pau.fr

Résumé

La conception de microbatteries sodium-ion bioresorbables représente un défi majeur pour les applications d'implants médicaux transitoires, où le dispositif doit allier performance énergétique, biocompatibilité et dégradation contrôlée *in vivo*. Dans ce contexte, la technologie Na-ion est privilégiée¹ et les collecteurs de courant classiquement employés dans les batteries Li-ion, l'aluminium et le cuivre ne peuvent être utilisés et deux métaux biocompatibles, le magnésium et le molybdène sont testés.

Lors de mesures électrochimiques, une différence significative de performances a été mise en évidence: les cellules équipées d'un collecteur de courant en Mo délivrent une capacité environ deux fois supérieure à celles utilisant un CC en Mg. Cette différence de performances associée à l'emploi du Mg interroge quant à l'état de surface des collecteurs au sein des empilements d'électrodes, tant à l'état initial qu'après cyclage.²

Pour mieux appréhender cet écart de performance, nous avons adopté une stratégie multi-technique articulée autour de deux approches complémentaires. Des profils en profondeur par XPS (Depth Profile XPS) suggèrent que le magnésium est totalement oxydé dès l'élaboration du collecteur de courant tandis que le molybdène reste au moins partiellement à l'état métallique, aussi bien après élaboration que durant le cyclage.² Pour confirmer cette série d'observations, des cartographies chimiques par microscopie Auger couplées à des coupes FIB ont été réalisées. Dans l'exemple des collecteurs de courant de magnésium et de molybdène déposé sur le matériau d'anode $\text{NaTi}_2(\text{PO}_4)_3$ présenté sur la figure, la cartographie chimique obtenue pour le film de magnésium montre un fort recouvrement entre le magnésium et l'oxygène (figure 1-a et 1-b), ce qui n'est pas observé dans le cas du molybdène (figure 1-c et 1-d).

Ainsi, ces résultats montrent que la différence de performance entre les collecteurs Mg et Mo semblent provenir de l'état d'oxydation du métal: le magnésium est entièrement oxydé avant même le début du cyclage le début du cyclage alors que le molybdène est, au moins partiellement à l'état métallique tout au long du cyclage. Ainsi, l'approche couplée FIB-Auger se révèle ainsi précieuse pour le mieux appréhender le comportement des interfaces dans les batteries Na-ion bioresorbables et s'avère prometteuse pour sonder les propriétés en volume des empilements de matériaux, ainsi que les phénomènes se produisant au niveau des interfaces enfouis.

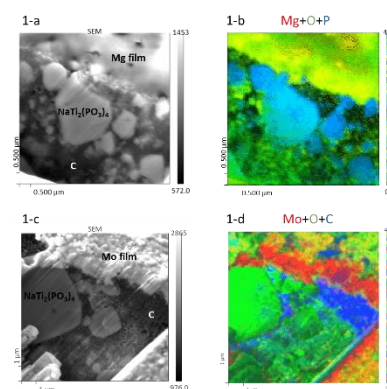


Figure 1 : a- Image MEB d'une coupe FIB d'un film de Magnésium sur une électrode de $\text{NaTi}_2(\text{PO}_4)_3$, b- cartographie d'une coupe FIB d'un film de Magnésium sur une électrode de $\text{NaTi}_2(\text{PO}_4)_3$, c- Image MEB d'une coupe FIB d'un film de Molybdène sur une électrode de $\text{NaTi}_2(\text{PO}_4)_3$, d- cartographie d'une coupe FIB d'un film de Molybdène sur une électrode de $\text{NaTi}_2(\text{PO}_4)_3$

Références

1. Djenizian, T., Bhatia A., Hadjean R.B., Perreira-Ramos J.P., Vijayan B.L. Micro-batterie électrochimique flexible et biorésorbable en ions na. EP4456234A1, 2024
2. Vijayan B.L. *et al.*, , submitted to *Advanced Science* 2026

Remerciements

Ce travail a été financé dans le cadre du PEPR Batteries : ANR-23-PEBA-0006 (SIMBA)

Caractérisation de couches minces d'AIBN

Antoine Arnould^{a*}, Christophe Lubin^a, Lucía Pérez Ramírez^a, Tyson Back^b, Mike Newburger^b, Jose Flores^b, Jim Speck^c, Ashley Wissel-Garcia^c, Amir M'Saad^c, Conan Weiland^d, Nick Barrett^a

^a SPEC, CEA, CNRS, Université Paris-Saclay, CEA Saclay, F-91191 Gif-sur-Yvette, France

^b AFRL, Wright Patterson AFB, Ohio 45433, USA

^c USCB, Santa Barbara, California 93106-5050, USA

^d National Institute of Standards and Technology, Gaithersburg, 20899 Maryland, USA

*Contact: antoine.arnould@cea.fr

Résumé

Le nitrure d'aluminium-bore (AIBN) est un matériau ferroélectrique de structure wurtzite qui se distingue par sa polarisation rémanente élevée, une large bande interdite, une bonne stabilité thermique et une compatibilité avec les procédés CMOS. Ces propriétés font de ce matériau un candidat prometteur pour des composants électroniques utilisant la ferroélectricité², notamment pour les transistors à haute mobilité d'électrons (HEMTs) dont on pourrait améliorer les performances en réduisant le temps de commutation et les pertes énergétiques.

Ainsi on cherche à caractériser le comportement ferroélectrique d'AIBN en couche mince afin de mieux comprendre ses mécanismes de polarisation et de fatigue. Dans ce contexte, deux types d'échantillons ont été étudiés : des couches d'AIBN déposées par sputtering, munies d'électrodes supérieure et inférieure en nitrure de titane (TiN), sans remise à l'air entre le dépôt des différentes couches, fournies par l'AFRL, et des couches

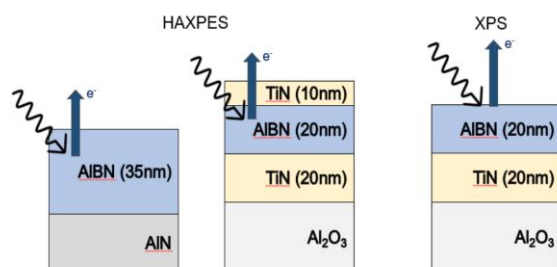


Figure 1. Schéma de l'HAXPES réalisé sur les échantillons épitaxiés (à gauche) et déposés par sputtering (au centre) et de l'XPS réalisé sur l'échantillon déposé par sputtering (à droite)

d'AIBN non recouvertes épitaxiées par MBE, fournies par l'USCB. Les échantillons déposés par sputtering ont été structurés sous forme de condensateurs en vue de leur caractérisation électrique, soit utilisés pour des analyses stœchiométriques par XPS avec abrasion aux ions argon permettant d'enlever l'électrode supérieure, et par HAXPES sans retirer l'électrode supérieure. Les échantillons obtenus par MBE ont, quant à eux, été analysés uniquement par HAXPES. L'HAXPES a été réalisé à NSLS-2, Brookhaven.

Les premières mesures ont mis en évidence une oxydation importante en volume du matériau, caractérisée par la présence d'oxygène après abrasion sous vide de l'électrode supérieure et l'élargissement des pics de photoémission du bore et de l'aluminium. Cette oxydation entraîne une suppression du comportement ferroélectrique, tant pour les échantillons créés par sputtering que pour ceux issus de la croissance par MBE. Ce résultat souligne la forte sensibilité de l'AIBN aux conditions environnementales lors du dépôt et met en évidence la nécessité d'optimiser les procédés de croissance afin de préserver ses propriétés ferroélectriques.

Références

- Hayden J, Hossain MD, Xiong Y, Ferri K, Zhu W, Imperatore MV, et al. *Phys. Rev. Mater.*, **2021**,
- Zhang, J., Pan, Z., Guo, Y., Chu, M., Khokhar, M.Q., Yi, J., *physica status solidi*, **2026**, 223, e20250056

Modèle géométrique pour la simulation de profils d'abrasion ionique sur des particules sphérique : application au vieillissement de poudres pour la fabrication additive

Ryad Asraoui^{a*}, Élodie Cabrol^a, Hocine Si-Mohand^a, Jules Galipaud^b

^a Ecole Centrale de Lyon, CNRS, UMR5513, ENISE, 42023 Saint Etienne, France

^b CNRS, Université de Rennes, ScanMAT, UAR2025, 35000, Rennes, France

*Contact : ryad.asraoui@enise.fr

Résumé

La détermination de l'épaisseur d'une couche d'oxyde sur des métaux en XPS repose sur l'analyse du rapport d'intensité entre les signaux issus de l'oxyde et ceux du substrat sous-jacent. Cette interprétation utilise un modèle d'atténuation exponentielle des électrons caractérisé par le libre parcours moyen inélastique¹ et est dépendant de l'angle d'échappement des électrons et donc de la géométrie² de l'échantillon. Pour la fabrication additive, les matériaux sont généralement utilisés sous forme de poudres d'alliages micrométriques. En conséquence de ce fort ratio d'aspect, la réactivité de ces poudres en surface est d'une grande importance dans leur synthèse, leur stockage et les propriétés des pièces de fabrication additive qui en sont issues. Pour étudier correctement la chimie de surface de ces poudres, il est nécessaire de tenir compte de leur géométrie pour caractériser de façon fiable la nature et l'épaisseur des oxydes se formant à leur surface.

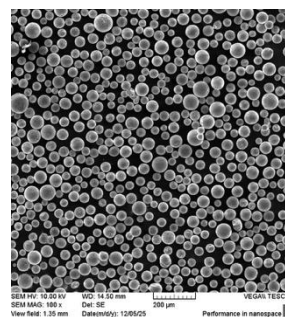


Figure 1 : Image MEB de la poudre étudiée, illustrant la géométrie sphérique

Pour tenir compte de ces effets, Oikonomou et al.³ ont proposé un modèle théorique basé sur une intégration des contributions élémentaires sur l'ensemble de la surface, permettant de déterminer l'épaisseur d'oxyde sur une surface sphérique. Dans ce travail, ce modèle est implémenté dans un algorithme prenant en compte le flux de rayons X incident, le flux d'électrons sortant appartenant au métal et à l'oxyde ainsi que le taux d'abrasion en chaque point de la sphère. En intégrant ces flux sur la surface sphérique, nous obtenons une simulation de l'évolution du signal du métal lors d'un profil d'abrasion ionique. La comparaison avec les données expérimentales permet de revenir à une épaisseur d'oxyde.

Dans cette étude, nous proposons de généraliser ce modèle à n'importe quelle géométrie instrumentale, notamment dans des configurations où les différents flux ne sont pas coplanaires. Nous discutons le cas assez courant où le faisceau d'ions est dans un plan perpendiculaire au plan source-échantillon-analyseur et ses conséquences sur le profil d'abrasion.

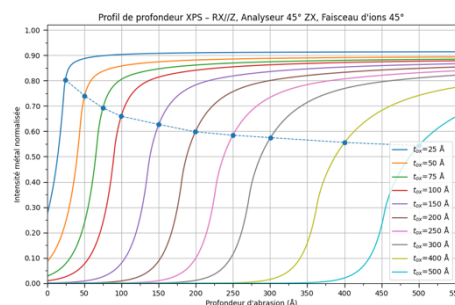


Figure 2 : Simulation des profils d'intensité relative du métal en fonction de la profondeur d'abrasion

Ces résultats illustrent l'influence majeure de la géométrie de l'échantillon analysé sur l'interprétation des profils d'abrasion XPS. Ils montrent qu'il est tout de même possible d'estimer l'épaisseur d'une couche d'oxyde avec une précision acceptable en tenant compte de sa géométrie. Ce travail constitue une base pour des améliorations futures incluant la rotation de l'échantillon lors de l'abrasion, ainsi que la prise en compte de géométries d'échantillons plus complexes (distributions granulométriques, rugosité de surface, formes géométriques variées).

Références

1. Watts, J.F., Wolstenholme, J., 2008. An introduction to surface analysis by XPS and AES, Repr. ed. Wiley, New York Weinheim
2. Shard, A.G., Wang, J. and Spencer, S.J. (2009), XPS topofactors: determining overlayer thickness on particles and fibres. Surf. Interface Anal., 41: 541-548.
3. Oikonomou, C., Nikas, D., Hryha, E., Nyborg, L., 2014. Evaluation of the thickness and roughness of homogeneous surface layers on spherical and irregular powder particles. Surface & Interface Analysis 46, 1028–1032.



Recent developments in electronic structure determination by nanoARPES at ANTARES synchrotron beamline

P. Dudin, D. Pei, S. Lorcy, J. Avila*

Synchrotron Soleil, L'Orme des Merisiers, Sain-Aubin, 91190, France

**Contact: jose.avila@synchrotron-soleil.fr*

The angle-resolved photoemission with spatial resolution (nanoARPES) is an advanced version of the conventional ARPES, which allows for spatially resolved electronic characterization by focusing light onto a submicron-sized spot. This technique enables the study of electronic properties from tiny surface regions and samples, even down to the sub-micrometer scale, making it highly valuable for low-dimensional materials, their heterostructures and twisted bilayers, topological states, quantum materials, and superconductors, all of which are sensitive to surface effects.

The ANTARES beamline at SOLEIL has been offering the nanoARPES technique to the scientific community since 2010, providing high-resolution measurements of surface electronic structure. The system, which focuses down to about 600 nm, has undergone significant upgrades, including an in-operando setup that enables real-time measurements of electronic properties under varying external conditions, for example:

- Electrostatic gating – mapping band structure under reversible control of chemical potential,
- Electric field – investigating field-driven band bending and charge carrier accumulation at interfaces,
- Electric current – resolving current-induced transitions in strongly correlated materials,
- Pressure-dependent studies – exploring the modification of electronic bands under mechanical strain,
- Magneto-ARPES – electronic structure modification in the presence of a magnetic field.

Recent studies using nanoARPES have revealed surface-related phenomena in materials like moiré superlattices, where the electronic structure changes both with gate voltage [1] and with twist angle [2]. Moreover, in-operando techniques have been successfully applied to surface characterization, such as in the mapping of electric fields on the devices [3], and the study of transitions from metal to insulator triggered by electric current [4].

In conclusion, ARPES and photoemission techniques remain indispensable tools for 2D materials and surface characterization, offering invaluable insights into the electronic properties of materials and providing a deeper understanding of how surface effects influence the behavior of various systems

[1] Zhang, H., Li, Q., Park, Y. et al. Nature Communications, 15, 3737 (2024)

[2] Li, Q., Zhang, H., Wang, Y. et al. ., et al., Nature Materials (2024) <https://doi.org/10.1038/s41563-024-01858-4> and Zhang, H., Lu, J., Liu, K. et al. Nat. Mater. (2025). <https://doi.org/10.1038/s41563-025-02416-2>

[3] Mastrippolito, D., Cavallo et al Nano Letters.,25(29):11340-11346. (2025), and Cavallo, M., Mastrippolito, et al. Nanoscale.17(21):13410-13418. (2025).

[4] D.Curcio, et al., Phys. Rev. B 108, L161105 (2023))

pAR-HAXPES investigations of the p-GaN interface on Ni-Au/p-GaN stacks

Ihab Ben Debba^a, Laurent Xu^{a,b}, Paul M. Dietrich^c, Vanessa Huth^c, Sophie Guillemain^b, Bernard Pelissier^a

^a University Grenoble Alpes CNRS, LTM, MINATEC Campus, F-38054 Grenoble, France

^b University Grenoble Alpes CEA, LETI, MINATEC Campus, F-38054 Grenoble, France

^c SPECS Surface Nano Analysis GmbH

*Contact: bernard.pelissier@cea.fr

Abstract

Obtaining high-performance ohmic contacts that connect the front-end and back-end sections of devices is essential to many technologies in microelectronics. In the case of gallium nitride (GaN)-based devices, this issue remains a major technological challenge today. For power application, the most commonly used contact for p-doped layer is the Ni/Au bilayer. Under the effect of annealing in an oxidizing atmosphere—known as contact activation annealing—this bilayer reverses, resulting in an Au/NiO-type structure [1]. Although the associated performance characteristics are well known, the underlying mechanisms remain poorly understood. In particular, the potential deoxidizing effect of the process on the metal/p-GaN interface remains hypothetical today, largely due to experimental difficulties in characterizing this buried interface.

In this context, the study presented here aims to identify the residual oxidation state of the p-GaN surface after the Ni/Au inversion process required to form the metal contact. The stack analyzed is derived from a process flow intended for electrical measurements and therefore includes the upper Ti/Al recharge layers (see Fig. 1). The challenge here is therefore to access the buried GaN interface.

To this end, Ar ion etching will first be used to thin the stack, just enough to enable XPS analysis of this interface while preserving its quality, i.e., without completely eroding the NiO/Au layer.

HAXPES analysis using an Ag source will then be used, providing greater analytical depth than classical XPS while maintaining a high signal level, thereby minimizing interface degradation induced by the ion etching process (chemical reduction and/or induced charge effects). Furthermore, the use of parallel angular resolved (pAR)-HAXPES analysis (see Fig. 2), which allows systematic access to angular information for each measurement without any wafer tilting, will provide valuable depth-resolved information on the interface. A comparison with an XPS analysis performed using a conventional Al source will also be presented.

The equipment used is a new pAR-HAXPES system from SPECS, equipped with an Ag source and a wide angular acceptance angle of 60°. This is the very first 300 mm pAR-HAXPES system installed in Europe.

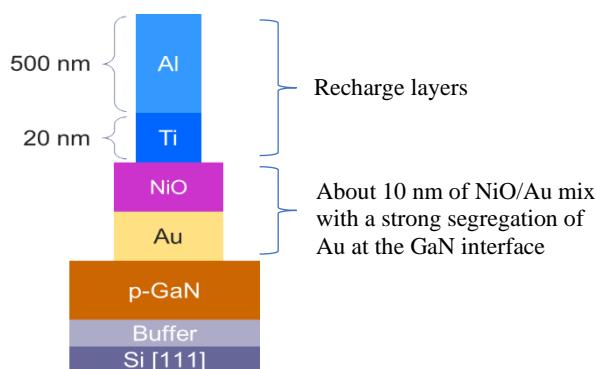


Figure 1 : Schematic view of the stack used

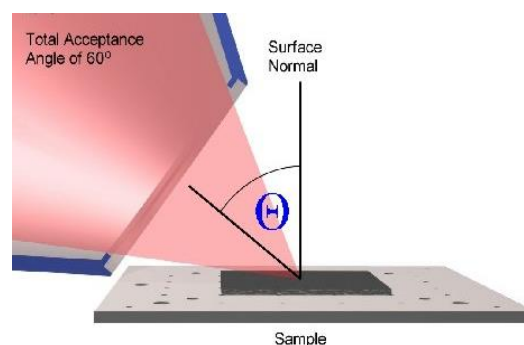


Figure 2 : parallel Angle resolved principle (pAR-HAXPES).

References

[1] G. Greco & al. Ohmic contacts to Gallium Nitride materials, Applied Surface Science, Vol. 383, 2016, Pages 324-345
<https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2016.04.016>.

Acknowledgements

This work has partially been supported by the CNRS French RENATECH network.



Photoemission Characterization of Pt–Zn Nanoparticles Synthesized by Different Routes

Ángel Bochs Cruz ^{1a*}, **Andrea Zitolo** ^b, **Caroline Salzemann** ^c, **Amandine Brige** ^d, **Christophe Petit** ^c, **Fabrice Bournel** ^{a,b}, **Jean-Jacques Gallet** ^{a,b}

^a Sorbonne Université, CNRS, Laboratoire de Chimie Physique – Matière et Rayonnement, UMR 7614, 4 Place Jussieu, 75005, Paris, France

^b Synchrotron SOLEIL, L'Orme des Merisiers, Départementale 128, 91190, Saint-Aubin, France

*Contact: angel.bochs_cruz@sorbonne-universite.fr

^c Sorbonne Université, CNRS, MONARIS, UMR 8233, 4 Place Jussieu, 75005, Paris, France

^d Institut de Chimie et Procédés pour l'Energie, l'Environnement et la Santé, 67087 Strasbourg, France

Résumé

Fuel cell technology is a clean alternative to fossil fuels for automotive and stationary energy applications. Proton exchange membrane fuel cells (PEMFCs) are particularly promising, but their performance depends on Pt-based catalysts for the oxygen reduction reaction (ORR), limited by Pt scarcity and cost. As a result, Pt-based alloy catalysts are being developed, with Pt–Zn nanoparticles attracting interest due to their tunable electronic structure and potential catalytic improvement.¹

Pt–Zn nanoparticles with controlled Pt:Zn ratios were synthesized via two thermal decomposition routes: heat-up and hot-injection. Both methods use oleylamine as a solvent, reducing agent, and ligand, along with benzyl ether and phenyl ether as co-solvents, but differ in their injection and temperature protocols, leading to distinct nucleation and growth behaviors. This enables a comparison of how the synthesis method influences the structural and electronic properties. The electrochemical evolution was assessed in 0.5 M H₂SO₄ under N₂ by cyclic voltammetry with within fixed potential windows to evaluate stability and activation.

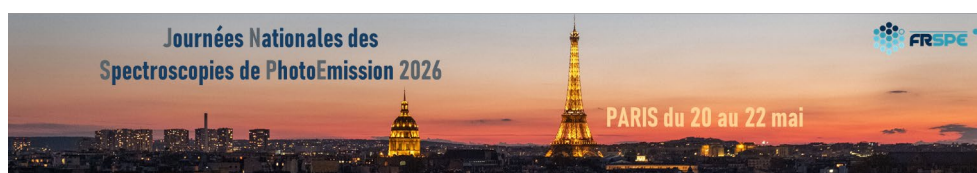
The electronic structure and surface composition were investigated using X-ray photoelectron spectroscopy (XPS) at the TEMPO beamline and X-ray absorption spectroscopy (XAS) at the SAMBA beamline of the SOLEIL synchrotron. XPS measurements focused on the Pt 4f and Zn 2p core levels, as well as the Zn LMM Auger region and depth profiling experiments, while XAS analysis probed the Pt L₃-edge and Zn K-edge to access both electronic and local structural information.

Electrochemical activation leads to a progressive evolution of the cyclic voltammetry response, eventually approaching that of polycrystalline Pt, suggesting increased accessibility of Pt at the surface.² This behavior is consistent across both synthesis routes, although differences in activation trends are observed depending on composition and preparation method. XPS reveals that the Pt electronic state remains largely unchanged upon cycling, while the Zn signal diminishes significantly, indicating dissolution of Zn under acidic conditions. This is further supported by XAS, which detects a reduced Zn contribution after electrochemical treatment.

Structural analysis from XAS shows that Pt maintains its overall metallic character, whereas Zn undergoes pronounced changes, including shifts in edge position and variations in white-line intensity, consistent with oxidation and structural rearrangement. Comparing heat-up and hot-injection samples highlights differences in initial structure and evolution under electrochemical conditions, emphasizing the role of synthesis method in defining the stability and electronic properties of Pt–Zn nanoparticles.

Références

1. Wang, Y. et al. *Energy Rev.*, **2024**, 3, 100054
2. Stamenkovic, V. R. et al. *Nature Mater.*, **2007**, 6(3), 241-247



Etude en spectroscopie de photoélectrons du vieillissement sous gaz réactif de nanoalliages métalliques

Eric Bourhis^{a,*}, Roméo Kenghali Zanguim^{a,b}, Pascal Andreazza^{a,b}

^a Université d'Orléans, CNRS, ICMN, UMR 7374, Orléans, France

^b Université d'Orléans, Graduate Program of Excellence Minerve, Orléans, France

*Contact: eric.bourhis@cnrs-orleans.fr

Résumé

Les nanoparticules métalliques, surtout celles dont les dimensions varient typiquement entre 1 et 10 nm, se distinguent des matériaux massifs par des propriétés physico-chimiques singulières, issues de leur rapport surface/volume élevé, du confinement électronique et de leur structure atomique locale [1]. Ces effets deviennent dominants à une échelle proche du nanomètre, conférant à ces objets des comportements électroniques, optiques ou catalytiques inédits, aujourd'hui largement exploités en nanosciences et en catalyse hétérogène [2]. Dans ce contexte, les nanoalliages, notamment bimétalliques, nanoparticules composées de deux types d'atomes métalliques, apparaissent comme des matériaux particulièrement attractifs pour ajuster les propriétés nouvelles ou exaltées issues de l'association de deux éléments métalliques actifs. Dans le domaine de l'énergie, les systèmes à base de platine (Pt), associé à des métaux comme le cuivre (Cu), le nickel (Ni) ou l'argent (Ag), sont intensivement étudiés dans le but de réduire la quantité de Pt utilisée, d'en améliorer la durabilité, ou de moduler sa réactivité en fonction de l'environnement local.

Ce travail s'inscrit dans une démarche expérimentale visant à mieux comprendre l'évolution chimique et structurale de nanoparticules mono- et bimétalliques soumises en température à des gaz réactifs et notamment tels que l'oxygène, le CO ou le C₂H₂.

La première étape consiste à décorréler les effets thermiques des effets issues de l'exposition au gaz sur les nanoalliages. L'utilisation de l'oxygène atomique, produit par dissociation activée d'O₂ dans une cellule plasma, très réactif à température ambiante, a permis de déclencher rapidement des processus d'oxydation sans effets thermiques secondaires comme la coalescence ou la fusion partielle des particules [2]. Cette étude s'intéresse à six systèmes modèles : nanométaux purs (Pt, Cu, Ni) et nanoalliages équiatomiques (PtAg, PtCu, PtNi) qui ont été synthétisés préliminairement par condensation en phase vapeur sous ultravide (UHV) [3], puis oxydés in situ par exposition à basse pression (10⁻⁸-10⁻⁶ mbar) d'oxygène atomique. L'utilisation in situ de la spectroscopie de photoélectrons XPS a permis ainsi d'analyser l'évolution chimique des différents éléments métalliques présents dans ces systèmes [4]. Les 3 étapes : synthèse, exposition et analyse XPS ont été réalisés dans un ensemble de chambres sous UHV sans remise à l'atmosphère des échantillons. L'analyse chimique combine plusieurs approches complémentaires :

- une lecture qualitative des spectres XPS bruts, permettant de suivre l'apparition ou la disparition de certaines contributions (pics métalliques et oxydes) ;
- une analyse par ajustement (fit) de spectres représentatifs, pour confirmer l'apparition d'états oxydés et estimer leur proportion relative ;
- une quantification globale de la composition chimique (métal/oxyde) en fonction du nombre de couches d'oxygène déposées, afin d'étudier la cinétique d'oxydation.

Références

1. R. Ferrando, J. Jellinek, and R. L. Johnston, *Chemical reviews*, **2008** 108, 845
2. P. Andreazza, V. Pierron-Bohnes, F. Tournus, C. Andreazza-Vignolle, V. Dupuis, *Surf. Scien. Report*, **2015** 70, 188
3. J. Pirart, A. Front, D. Rapetti, C. Andreazza, P. Andreazza, C. Mottet, R. Ferrando, *Nature Comm.*, **2019** 10, 1982
4. A. Fahes, L. Balan, C. Andreazza-Vignolle, C. de Melo, D. Zanghi, P. Andreazza, *Nanoscale Adv.*, **2025** 7, 4087

Etude de l'interface enfouie $\text{Cu(In,Ga)S}_2/\text{In}_2\text{O}_3$: Sn après érosion ionique et décolllement

Pierre Cabaret^a, Fabien Pineau^a, Nicolas Barreau^a, Jonathan Hamon^a, Negar Naghavi^b, Sylvie Harel^a

^a Institut des Matériaux Jean Rouxel (IMN)-UMR 6502, Université de Nantes, CNRS, 2 rue de la Houssinière, BP 32229, 44322, Nantes Cedex 3, France

^b CNRS, UMR 9006, Institut Photovoltaïque d'Ile-de-France (IPVF), Palaiseau 91120, France

*Contact: pierre.cabaret@cnrs-immn.fr

Résumé

Les cellules photovoltaïques semi-transparentes à base de Cu(In,Ga)S_2 (CIGS) utilisent comme contact arrière transparent une couche d'oxyde d'indium dopé à l'étain (ITO) en raison de ses propriétés optiques et électriques [1]. Des études montrent qu'il se forme très certainement une couche d'oxyde du gallium à l'interface CIGS/ITO lors de la co-évaporation à 580°C du CIGS sur l'ITO, oxyde qui affecte les performances de la cellule solaire [2]. L'étude de cette interface complexe est donc essentielle pour comprendre les phénomènes limitant la conversion photovoltaïque. Des mesures XPS ont été effectuées sur l'appareil Supra-KRATOS avec une source Al $K\alpha$ (1486,6 eV) afin de déterminer l'environnement chimique des éléments présents à l'interface CIGS/ITO et ainsi la composition d'une éventuelle couche interfaciale.

L'étude de l'interface enterrée CIGS/ITO par XPS s'est faite suivant deux approches. Une première approche a consisté à décoller la couche de CIGS de l'ITO. Une deuxième approche, plus classique, consiste à graver par érosion ionique séquentielle la couche de CIGS de 700 nm jusqu'au franchissement de l'interface CIGS/ITO.

L'érosion est effectuée dans un premier temps, à l'aide d'un faisceau d'ions Ar^+ monoatomiques de forte énergie (5 keV) avec une vitesse d'érosion élevée (0,2 nm/s) permettant d'atteindre la zone interfaciale. Ensuite un cluster d'ions Ar^+ (1000 ions) à 10 keV est utilisé à proximité de l'interface afin de limiter les dommages induits par le bombardement ionique. L'enregistrement systématique des spectres XPS après chaque érosion de 20 minutes ; spectres larges pour l'érosion par ion Ar^+ monoatomique et spectres de zones pour l'érosion par GCIS (Gas Cluster Ion Sputtering); permet d'établir un profil de composition en fonction de l'épaisseur de l'échantillon. Le calcul du paramètre Auger α' (Ga) à partir des pics de photoémission Ga $2p^{3/2}$ et du pic Auger Ga LMM a permis de déterminer l'évolution de l'environnement chimique du Ga au cours des érosions et en particulier au voisinage de l'interface CIGS/ITO. Ainsi les spectres enregistrés lors de l'érosion par GCIS ont permis de révéler la transition entre l'environnement chimique du Ga dans le CIGS et celui du Ga dans l'oxyde de gallium Ga_2O_3 (Figure 1).

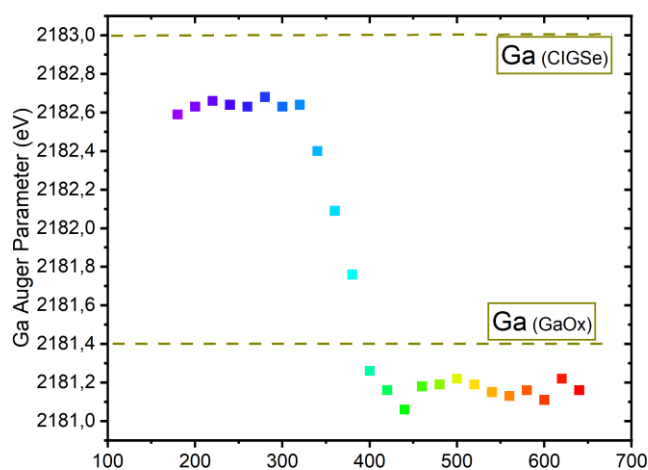


Figure 1 - Evolution du paramètre Auger du Ga α' (Ga) en fonction du temps d'érosion. Seule l'érosion à partir de 180 min est représentée.

Les difficultés relatives à la technique d'érosion du matériau et son impact sur les mesures sont également mises en évidence : des mécanismes de diffusion atomique (Cu notamment), pulvérisation préférentielle... rendent difficile l'interprétation des mesures XPS.

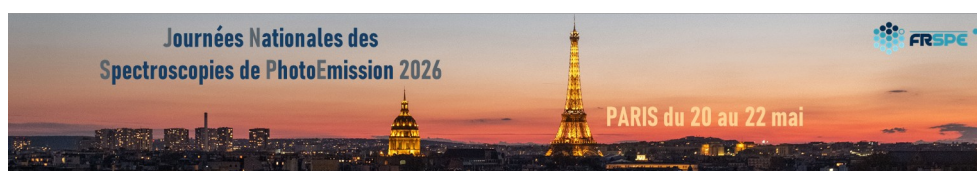
Le décolllement de la couche de CIGS de l'ITO a permis d'analyser la surface de l'ITO après croissance du CIGS. Une accumulation de Na et de Ga à la surface de l'ITO a été mise en évidence, montrant la formation d'une couche interfaciale conforme d'environ 2-3 nm. Dans ce cas, en se basant sur la valeur du paramètre Auger α' (Ga), un composé Na-Ga-O semble se former à l'interface entre le CIGS et l'ITO.



Cette étude permet de comparer deux méthodes d'analyse par photoémission d'une interface enfouie complexe et met en évidence la difficulté de cette étude par érosion

Références

- [1] A.H. Sofi, M.A. Shah, K. Asokan, J. Electron. Mater. 47 (2018) 1344–1352.
- [2] T. Nakada, Thin Solid Films 480–481 (2005) 419–425.



Probing inversion symmetry breaking and related electronic properties in ultrathin tellurides using photoemission spectroscopy

B. Croes^{1,2}, A. Llopez¹, C. Tagne-Kaegom³, B. Tegomo-Chiogo³, B. Kierren³, P. Müller¹, S. Curiotto¹, P. Le Fèvre^{4,5}, F. Bertran⁴, A. Saúl¹, Y. Fagot-Revurat³, F. Leroy¹, F. Cheynis^{1*}

¹ Aix Marseille Univ, CNRS, CINAM, AMUtech, Marseille, France

² Université de Strasbourg, CNRS, IPCMS, UMR 7504, Strasbourg 67000, France

³ Institut Jean Lamour, UMR 7198, CNRS-Université de Lorraine,

⁴ Synchrotron SOLEIL, L'Orme des Merisiers, Départementale 128, 91190 Saint-Aubin, France

⁵ Univ Rennes, IPR - UMR 6251, CNRS, Rennes F-35000, France

*Contact: fabien.cheynis@univ-amu.fr

Abstract

Crystalline tellurides characterized by an atomic arrangement with an inversion symmetry breaking such as α -SnTe, α -GeTe or Td-WTe₂ show multi-functional properties including ferroelectricity, a Rashba spin-split band structure, topological electronic states, ... [1–4]. This is of significant importance in the perspective of all-electrically controlled and low-power spin-orbitronic applications [5–7]. In this context, device downscaling raises fundamental questions about the persistence of the targeted properties in ultrathin films. For instance, X. Yang *et al.* evidenced a reduction of the Rashba effect in α -GeTe(111) films below 5nm and extrapolated a critical thickness of 2nm, below which the Rashba spin splitting of the electronic band structure vanishes [8].

By appropriately analyzing and optimizing the growth conditions, we will show that Rashba spin-splitting and related electronic properties can be preserved in the ultrathin regime in α -GeTe and Td-WTe₂ films [9,10,11]. Our results based on photoemission spectroscopy techniques (ARPES, SR-ARPES, ...), microscopies (TEM, STM) and a strong theoretical support from DFT calculations suggest to further investigate the limit of physical properties in the ultrathin film regime.

The project leading to this publication has received funding from Excellence Initiative of Aix-Marseille University A*MIDEX, a French Investissements d'Avenir program (AMX-22-RE-AB-043), and through the AMUtech Institute. This work has also been supported by the ANR grant FETH (Grant No. ANR-22-CE08-0023).

References

- [1] K. Chang *et al.*, Discovery of robust in-plane ferroelectricity in atomic-thick SnTe, *Science* **353**, 274 (2016).
- [2] S. Tang *et al.*, Quantum spin Hall state in monolayer 1T'-WTe₂, *Nat. Phys.* **13**, 683 (2017).
- [3] Z. Fei *et al.*, Ferroelectric switching of a two-dimensional metal, *Nature* **560**, 336 (2018).
- [4] J. Krempaský *et al.*, Operando Imaging of All-Electric Spin Texture Manipulation in Ferroelectric and Multiferroic Rashba Semiconductors, *Phys. Rev. X* **8**, 021067 (2018).
- [5] A. Manchon *et al.*, New perspectives for Rashba spin-orbit coupling, *Nat. Mater.* **14**, 871 (2015).
- [6] S. Manipatruni *et al.*, Scalable energy-efficient magnetoelectric spin-orbit logic, *Nature* **565**, 7737 (2019).
- [7] S. Varotto *et al.*, Room-temperature ferroelectric switching of spin-to-charge conversion in germanium telluride, *Nat. Electron.* **4**, 10 (2021).
- [8] X. Yang *et al.*, Three-Dimensional Limit of Bulk Rashba Effect in Ferroelectric Semiconductor GeTe, *Nano Lett.* **21**, 77 (2021).
- [9] A. Llopez *et al.*, Van der Waals epitaxy of Weyl-semimetal Td-WTe₂, *ACS Appl. Mater. Interfaces* **16**, 20878 (2024).
- [10] B. Croes *et al.*, Pushing the thickness limit of the giant Rashba effect in ferroelectric semiconductor GeTe, *Nano Lett* **24**, 13224 (2024).
- [11] C. Tagne-Kaegom *et al.* Spin Texture of α -GeTe in the Ultrathin Regime. *Phys. Rev. B*, **113** (2026)

Establishing Robust Cryo-XPS Protocols for Enabling Broader Material and Biological Studies

C. Blomfield¹, J. Counsell¹, L. Soomary¹

^a Kratos Analytical Ltd, Manchester, UK

*Contact: chris.blomfield@kratos.co.uk

Résumé

Conventional X-ray photoelectron spectroscopy (XPS) has historically been restricted to solids, powders, and thin films because of the ultra-high-vacuum (UHV) environment required for analysis. This limitation has hindered the broader adoption of XPS in sectors such as biological and medical research and battery manufacturing. Preparing samples to be vacuum-compatible often forces analysis under non-native conditions, leading to compromised results. Recent advances in near-ambient-pressure XPS (NAP-XPS) and cryo-XPS are beginning to overcome these constraints. NAP-XPS instruments are increasingly accessible at synchrotron facilities, and commercial systems are emerging, though competition for beamtime remains high and instrument costs substantial. Literature indicate that both approaches can yield comparable datasets [1].

Cryo-XPS, however, offers key advantages by preserving UHV conditions, reducing surface contamination, and delivering higher signal intensities that support shorter acquisition times. Because cryo-XPS can be implemented as an accessory on standard XPS platforms, it also represents a more cost-effective route to expanded capability. A critical parameter in cryogenic sample preparation is the cooling rate. For biologically relevant samples, slow freezing produces fewer nucleation sites and therefore larger ice crystals, which can damage cellular structures. Rapid flash-freezing is required to generate vitreous, amorphous ice that prevents crystallization. For biological and medical samples, this process preserves cellular architecture, maintains a near-native chemical environment, prevents surface restructuring, and minimizes degradation. Once vitrified, samples must remain below $-137\text{ }^{\circ}\text{C}$ to avoid devitrification [2]. We highlight the development of flash-freezing protocols and demonstrate rapid and reliable transfer between the load-lock and analysis chamber which is essential for maintaining sample integrity.

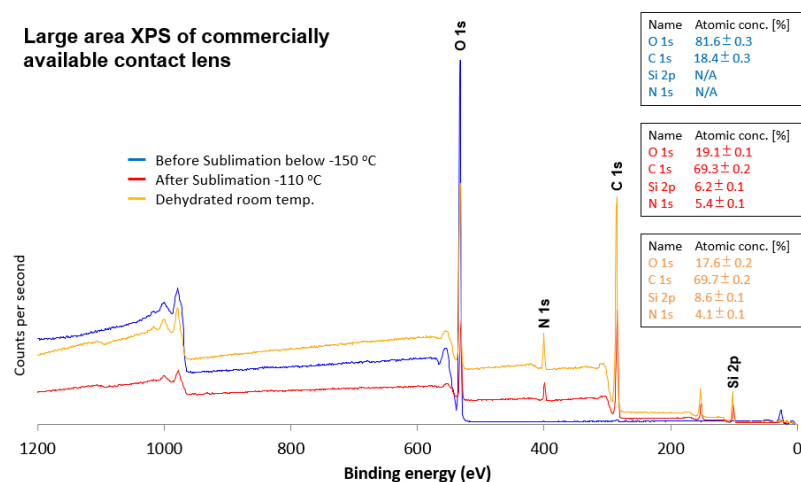


Figure 1. Large area XPS survey spectra from a commercially available contact lens analysed using cryo-XPS.

Références

- [1] M. Kjaervik et al., Comparative Study of NAP-XPS and Cryo-XPS for the Investigation of Surface Chemistry of the Bacterial Cell-Envelope, *Front. Chem.*, (2021) 9:666161. DOI: 10.3389/fchem.2021.666161
- [2] G. Weissenberger et al., Understanding the invisible hands of sample preparation for cryo-EM, *Nat. Methods*, (2021) 18:5. DOI: 10.1038/s41592-021-01130-6



Photocatalysis for Water Treatment and Hydrogen Production

I. Es-saoudi 1^{a*}, H. Ez-zahraouy 1^a

^aLaboratory of Condensed Matter and Interdisciplinary Sciences (LaMCScl) Faculty of Sciences Mohammed V University, Rabat, Morocco

**Contact: essaoudiikram@gmail.com*

Résumé

Human activities in domestic and industrial sectors generate large amounts of wastewater containing harmful pollutants, posing serious risks to water resources. Developing sustainable and efficient methods for water purification is therefore essential. Photocatalysis offers a promising solution by using semiconductor materials to harness solar energy for pollutant degradation and hydrogen (H₂) production simultaneously.

In this work, we investigate the photocatalytic performance of semiconductor materials for water treatment and hydrogen generation using first-principles calculations based on Density Functional Theory (DFT). All calculations are performed using the Quantum ESPRESSO package. Structural optimization, electronic band structures, density of states, and optical properties are analyzed to evaluate the suitability of candidate materials as photocatalysts. Special attention is given to band gap values, band edge positions, and light absorption properties, which are key factors for efficient photocatalytic activity.

During the photocatalytic process, the material absorbs sunlight and generates electron–hole pairs that drive redox reactions, leading to the decomposition of organic pollutants and the splitting of water molecules to produce hydrogen gas. This dual-function approach provides an environmentally friendly pathway for both clean water treatment and renewable energy production.

The results highlight the potential of first-principles simulations as a powerful tool for designing and understanding advanced photocatalytic materials, contributing to sustainable solutions for water purification and green hydrogen generation.

Références

1. F. Temerov, Y. Baghdadi, E. Rattner, and S. Eslava, *ACS Applied Energy Materials* 5, **2022**, 14605–14637.
2. G. Iervolino, V. Vaiano, D. Sannino, L. Rizzo, and P. Ciambelli, *International Journal of Hydrogen Energy* 41, **2016**, 959–966.
3. Z. Dong, Z. Wang, T. Yang, H. Feng, L. Li, I. Ullah, and S. Xue, *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects* 683, **2024**, 133096.

X-Ray Photon Electron Spectroscopy Degradation Study on Insulating Samples

Auteur Vincent Fernandez^{a*}, Sarah Hekking^{ab}, Jonathan Counsell^c, Clément Maheu^a, Agnès Granier^a, Antoine Goulet^a, Luc Stafford^c Mireille Richard-Plouet^a, Neal Fairley^d

^a Nantes Université, CNRS, Institut des Matériaux de Nantes Jean Rouxel, IMN, F-44000 Nantes,

^b Département de physique, Université de Montréal, Montréal, Québec, H2V 0B3, Canada

^c Kratos Analytical Ltd, Wharfside, Trafford Wharf Road, Manchester M17 1GP, United Kingdom

^d Casa Software Ltd, Bay House, 5 Grosvenor Terrace, Teignmouth, Devon TQ14 8NE, United Kingdom

*Contact: Vincent.Fernandez@cnrs-immn.fr

Résumé

XPS measurement can cause chemical degradation of samples [1]. This degradation makes it difficult to directly access at surface characterisation, but slow degradation allows original data to be extracted from both the initial and degraded states.

This is particular relevant when dealing with insulating samples since neutralization using an electron source is often mandatory to get proper measurement. However, this flow gun may also induce damage and deciphering its impact from the X-ray beam damage is crucial in order to finally optimize measurement conditions.

In this work, we first performed measurements on cellulose using monochromatic Al K α and monochromatic Ag L α . As a first approximation, we showed that the degradation is mainly due to the photon flux and not to the neutralizer. Then we also characterize the variation of the degradation rate with the Ag source compare to Al source with the same resolution and spectrum intensity.

In a second step, based on the previous step, the surface chemistry of heterogeneous thin films of iron oxalate complexed by propylene glycol was characterized. We performed the measurement of the iron sample at room temperature and at 163 K. Using the PCA projection [2], and linear least square fit. [3,4] we achieved to extract the non-degraded component and the degraded one Fig. [1]. .. Two iron chemical environments and 3 carbon chemical states were identified after data treatment. Cooling these iron samples reduces X-ray degradation by a factor of about 5 meaning that information on the pristine sample could be extracted.

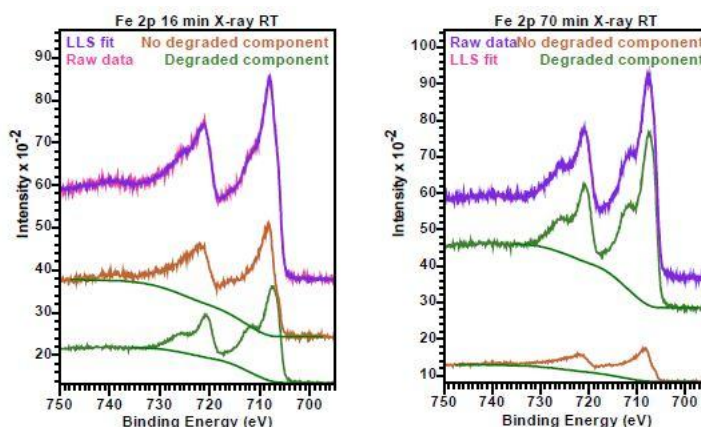


Fig 1: Iron Fe 2p peak modeling after exposure to X-ray (300W) and neutralizer for 16 (left hand side), 70 minutes (right hand side)

Références

1. V. Fernandez, et al, Applied Surface Science, vol. 614, p. 156182, Mar. 2023,
- 2 J. Baltrusaitis et al., Applied Surface Science, vol. 326, pp. 151–161, Jan. 2015,
- 3 G. H. Major, et al, Journal of Vacuum Science & Technology A, vol. 40, no. 6, p. 063201, Sep. 2022,
- 4 V. Fernandez, et al Applied Surface Science, vol. 538, p. 148031, Feb. 2021

Remerciements

Measurements were performed using the IMN's characterisation platform, PLASSMAT, Nantes, France



Revealing the Role of Functional Binder PEDOT:PSSTFSI in Cathode-Electrolyte Interface Formation on $\text{LiFe}_{0.4}\text{Mn}_{0.6}\text{PO}_4$ Electrodes of Li-ion Battery

Ivone Marselina NUGRAHA^{1,2,4,5}, Delphine FLAHAUT^{3,4,5}, Jacob OLCHOWKA^{1,4,5}, Cyril BROCHON², Rafael BIANCHINI NUERNBERG^{1,4,5}, Éric CLOUTET², Laurence CROGUENNEC^{1,4}

¹ Univ. Bordeaux, CNRS, Bordeaux INP, ICMCB, UMR 5026, F-33600 Pessac, France

² Univ. Bordeaux, CNRS, Bordeaux INP, LCPO, UMR5629, Allée Geoffroy Saint Hilaire, Bâtiment B8, F- 33607 Pessac, France

³ IPREM - UMR 5254 UPPA/CNRS – ECP Technopole Helioparc - 2, av. Pdt P. Angot - 64 053 PAU Cedex 09

⁴ RS2E, Réseau Français sur le Stockage Electrochimique de l'Energie, CNRS FR 3459, 80039 Amiens Cedex 1, France

⁵ ALISTORE-ERI, FR CNRS 3104 33 Rue Saint-Leu, 80039 Amiens Cedex 1, France

Résumé

The stability of the cathode–electrolyte interface (CEI) plays a critical role in determining the long-term performance of Li-ion batteries, particularly under high-voltage operation. This work investigates CEI formation and evolution in $\text{LiFe}_{0.4}\text{Mn}_{0.6}\text{PO}_4$ (LFMP) composite cathodes using PEDOT:PSSTFSI, a conductive polymer that replaces both carbon black and polyvinylidene fluoride (PVDF) binder in the electrode formulation. Electrochemical tests, XRD, and XPS confirm PEDOT:PSSTFSI's electrochemical stability up to 4.5 V vs Li⁺/Li and non-reactivity towards the active material. Reversible redox activity is observed in XPS, but it does not affect long-term structural or electrochemical stability. XPS analysis of C 1s, O 1s, P 2p, and F 1s spectra across different charge states reveals that PEDOT:PSSTFSI promotes a thinner, more stable CEI without altering its composition compared to carbon-containing references. This reduced interfacial degradation corresponds with improved performance at higher voltages during extended cycling. The results underscore PEDOT:PSSTFSI's promise as a multifunctional binder offering conductivity, stability, and interfacial control for advanced Li-ion cathodes.

Structural and electronic properties of WTe₂ for spin-orbitronics applications

J. Ngoufo^{1,*}, A. Llopez¹, G. Kremer², Y. F. Revurat², F. Bertran³, F. Leroy¹, Stefano Curiotto¹, P. Müller¹, F. Cheynis^{*1}

¹ CINaM, Aix Marseille Université & CNRS, Marseille, France ;

² Université de Lorraine, CNRS, IJL, F-54000 Nancy, France ;

³ Synchrotron SOLEIL, URI-CNRS, L'Orme des Merisiers, 91190 Saint aubin, France.

*jaures.fotie-ngoufo@univ-amu.fr

Abstract

2D Transition metal dichalcogenides (TMDs) have created huge research interest due to their unique properties and potential for various applications in energy, electronics, photonics, and spintronics. TMDs are mainly obtained through mechanical or chemical exfoliation of bulk crystals into thin atomic layers. Despite challenging, epitaxial growth of these materials offers significant advantages, including the production of high-quality films, possible long range in-plane ordering and precise control over layer thicknesses, making it more suitable for applications¹. TMDs share MX₂ chemical formula (M=W, Mo and X=Te, Se, S) and exist in different atomic structures. Among TMDs, WTe₂ is the only one for which the Td structural arrangement is the most energetically favored². It has been predicted to be a quantum spin Hall insulator in the monolayer regime with bandgap opening due to spin-orbit coupling³ and ferroelectric down to 2 ML⁴. On the other hand, bulk WTe₂ has been predicted and still arguably evidenced to show type-II Weyl semimetal properties⁵. This calls for a precise investigation of thickness-dependent electronic properties and the development of the growth on insulating substrates of this highly promising material for all-electrically controlled spin-orbitronic applications.

In this study, several samples (different thicknesses, from 1-ML to 6-ML) of WTe₂/ML-Graphene/SiC were elaborated by MBE⁶ for Angle-Resolved Photoemission Electron Spectroscopy (ARPES) and X-ray Photoelectron Spectroscopy (XPS) measurements. ARPES measurements of ML-WTe₂ shows a band structure characterized by a Fermi gap opening ($E_{\text{gap}} \approx 60$ meV) due to spin-orbit coupling, and six electron pockets are observed at the Fermi surface, in agreement with DFT calculations performed on free-standing Td-WTe₂ and previous reports⁷. Thicker samples (2, 3, 4, and 6 ML) show a band structure similar to that obtained in the ML-WTe₂ case, with additional electronic states located between 0.2 and 0.6 eV in binding energy. In XPS, we have observed the 4d orbitals of Te at 43.40 eV in binding energy ($4d_{5/2}$ and $4d_{3/2}$) and the 4f orbitals of W ($4f_{5/2}$ and $4f_{7/2}$) at 31.57 eV in binding energy. Preliminary results of the MBE growth of WTe₂ on insulating substrate will be presented.

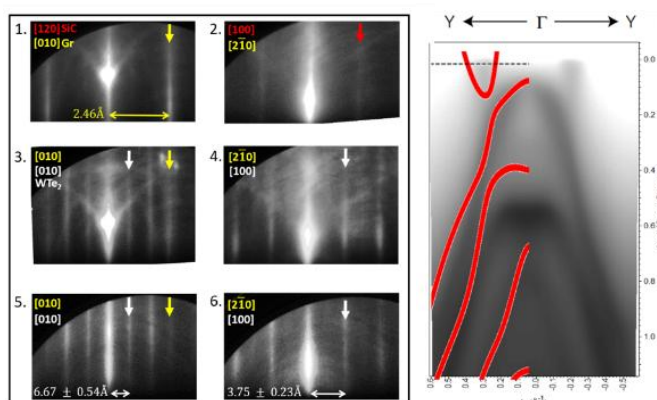


Figure: In-situ RHEED pattern during the growth of WTe₂ on monolayer graphene/SiC along WTe₂ and band structure determined by ARPES and DFT calculations of a 1ML-thick WTe₂ sample.

Bibliography

1. Zhuang, W. et al. *Advances in Physics: X*, 7(1) (2022).
2. Duerloo, KA. Et al. *Nat Commun* **5**, 4214 (2014)
3. Qian, X. et al. *Science* **346**, 1344–1347 (2014).
4. Fei, Z. et al. *Nature* **560**, 336–339 (2018).
5. Bruno, F. et al. *Physical Review B* **94**, (2016): 121112
6. A. Llopez et al. *ACS Appl. Mater. Interfaces* **16**, 20878–20885 (2024).

Quantitative XPS peak decomposition approach for investigating tribochemical film formation

Frédéric Georgi*, Zhengyuan Peng, Adam Nassif, Imène Lahouij, Pierre Montmitonnet

MINES Paris, PSL Research University, Centre de mise en forme des matériaux (CEMEF), CNRS, UMR 7635,
1 rue Claude Daunesse, 06904 Sophia Antipolis Cedex, France.

*Contact: frederic.georgi@minesparis.psl.eu

Résumé

Electric vehicles (EVs) operate under harsher electrical environments where stray currents can pass through lubricated contacts such as bearings and splined interfaces. These currents may significantly affect tribochemical reactions [1].

Among commonly used friction modifiers, molybdenum dialkyldithiocarbamate (MoDTC) is widely applied to reduce friction through the formation of MoS₂ layers during sliding [2]. To investigate how electrical current influences the tribochemical evolution of MoDTC tribofilms, friction experiments were carried out using an electrically modified ball-on-disc tribometer. Tribofilms formed under different current intensities were analyzed by X-ray photoelectron spectroscopy (XPS). In this study, a detailed peak decomposition method was performed, with particular attention paid to ensuring that the atomic percentages of the different contributions for each element were consistent with the atomic percentages of neighbouring elements, while respecting stoichiometry. For example, the proportion of oxygen bonded to carbon in the O1s spectrum must correspond to the proportion of carbon bonded to oxygen in the C1s spectrum. Similarly, the proportion of oxygen bound to molybdenum in the O1s spectrum is derived from the decomposition of the Mo 3d peak. As the positions of the Mo-O and C-O contributions are close in the O1s spectrum, this cross-correlation between the elements improves the accuracy of atomic quantification and thus helps to clarify the influence of electrification on the tribofilm composition.

The XPS analysis shows that, under non-electrified conditions, the tribofilm is mainly composed of MoS₂ and partially oxidized Mo-S-O species associated with low friction. When electrical current is applied, the proportion of oxidized molybdenum species increases greatly (figure 1), indicating current-induced oxidation of MoS₂. Such a peak decomposition approach enables a clearer identification and quantification of the tribofilm components, providing new insights for interpreting the relationship between tribofilm chemistry and friction behavior.

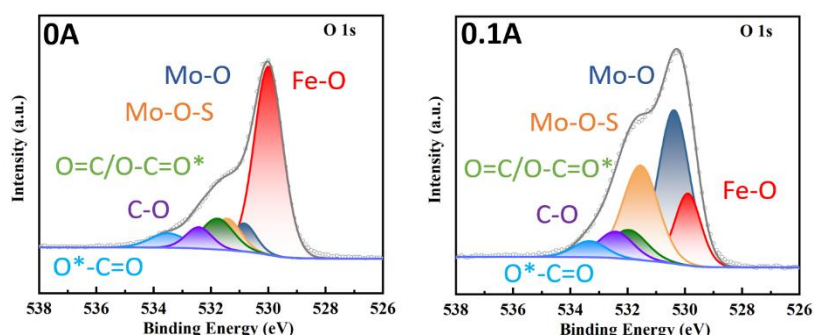


Figure 1. O 1s XPS spectra of tribofilm without / with electrical current

A second example of the application of XPS in tribology concerns the synergistic interaction between the well-known anti-wear and antioxidant additive zinc dialkyldithiophosphate (ZDDP) and novel TiO₂-grafted nanoparticles. This combination leads to improved friction and wear performance. Interrupted tribological tests were performed to monitor the evolution of the tribofilm chemistry by XPS during its growth, and the results were correlated with TEM analyses [3].

Références

1. Peng, Z., Nassif, A., Georgi, F., Montmitonnet, P., Lahouij, I.: Electric polarity: A key factor in lubricated wear of bearing steel. *Tribology International*, **2025**, 209, 110748
2. Peng, Z., Georgi, F., Montmitonnet, P., Lahouij, I.: Effect of Electric Current on the Tribochemical Behavior of Friction Modifier Additives, *Tribology Letters*, (revised and under review)
3. Nassif, A., Georgi, F., Montmitonnet, P., Meyer, F., Lahouij, I.: Synergistic anti-wear performance of TiO₂ nanoparticles and ZDDP: Influence of dispersion methods. *Tribology International*, **2025**, 210, 110791



Growth of phthalocyanine layers on Co/Cu/Co(001) multilayers.

Samar Hajjar-Garreau^{a,b*}, P. Wetzel^{a,b}, and G. Garreau^{a,b}

^a*Université de Haute-Alsace, Institut de Science des Matériaux de Mulhouse (IS2M), CNRS UMR 7361,*

F-68100 Mulhouse, France

^b*Université de Strasbourg, F67081 Strasbourg, France*

*Contact: samar.hajjar@uha.fr

In this work, we investigated the growth of hybrid organic/metal heterostructures with the aim of gaining a deeper understanding of their structural, chemical, and electronic properties, particularly at the interfaces. The overarching objective is to engineer an optimized Co/molecular spacer/ferromagnetic stack capable of exhibiting promising spintronic functionalities.

To achieve this, we systematically examined the different stages of molecular layer growth—using either metal-free or Mn-phthalocyanine—focusing on morphology, chemical interactions, crystallographic arrangement, and electronic structure. All experiments were performed within a single ultra-high vacuum (UHV) system, equipped with deposition capabilities and a broad set of complementary surface-sensitive techniques, including STM-STS, XPS, UPS, LEIS, and LEED. A key advantage of this setup lies in its ability to probe spectroscopic properties simultaneously at both the atomic and macroscopic scales.

Our study initially focused on the Co/H₂Pc system, in which robust spinterface states were previously observed at room temperature using spin-polarized photoemission about a decade ago². We provide a comprehensive analysis of the interfacial molecular monolayer, addressing both its physico-chemical characteristics (such as hybridization and interfacial reactions) and its electronic properties (including charge transfer and dipole formation), as determined by XPS, UPS, and STS.

We demonstrate that, unlike atomically flat Co or Fe single-crystal surfaces, technologically relevant Co films exhibit notable surface roughness. This roughness can induce self-metallation of the first metal-free phthalocyanine monolayer, even at room temperature. The strong interaction between the Co surface and the molecules significantly alters the electronic band structure at the interface and also affects molecular orientation within the growing film.

While the first two molecular layers adopt a flat-lying configuration, a gradual reorientation occurs as the thickness increases. Additionally, an order–disorder transition is observed beyond 4 monolayers. Thicker films are composed of crystalline grains and display semiconducting behavior, with an energy gap of approximately 2 eV. Despite this relatively large gap, STM measurements allow us to resolve the relative molecular orientation even in films several nanometers thick.

Finally, XPS results suggest that the lack of magnetotransport observed in Co/H₂Pc/Co junctions¹ likely originates from the deposition of the top ferromagnetic electrode, which alters or disrupts the integrity of the molecular layer.

Références

1. Boukari S., et al, Phys. Rev. B **76**, 033302 (2007).
2. Djeghloul F., et al, Sci. Rep. **3**, 1272 (2013).



Etude des paramètres CVD pour l'épitaxie du graphène sur germanium : caractérisation avancée par XPS couplé aux analyses RAMAN, MEB et AFM

Géraldine HALLAIS^a, Ali MADOURI^a, Lina AMMAR^a, Christophe DAVID^a, Frédéric MAHUT^a, Christophe DUPUIS^a, Antonella CAVANNA^a

^a Université Paris-Saclay, CNRS, Centre de Nanosciences et de Nanotechnologies, 91120, Palaiseau, France

*Contact: geraldine.hallais@c2n.upsaclay.fr

Résumé

Le graphène est un matériau bidimensionnel composé d'une seule couche d'atomes de carbone organisés en un réseau hexagonal, semblable à un nid d'abeille. Ses propriétés remarquables (conductivité électrique et thermique élevée, transparence optique, résistance mécanique exceptionnelle), en font un matériau de prédilection pour des applications en électronique, photonique et science des matériaux. Il est principalement synthétisé par Dépôt Chimique en Phase Vapeur (CVD). La méthode classique utilise le cuivre (Cu) comme substrat, à haute température (900–1000°C), mais nécessite un transfert ultérieur vers le substrat cible [1]. Cette méthode présente alors, des risques de contamination, d'introduction de défauts qui ont pour effet de dégrader ses propriétés. Une alternative prometteuse est la synthèse directe sur germanium (Ge) un semi-conducteur compatible avec les procédés industriels de la technologie CMOS. Cette approche permet une croissance à plus basse température (600–900°C) et une intégration directe dans les dispositifs électroniques et photoniques, sans étape de transfert. La structure cristalline et le paramètre de maille du Ge, proches de ceux du graphène, favorisent une croissance épitaxiale de haute qualité, améliorant les propriétés électroniques (mobilité des porteurs de charge, conductivité).

La caractérisation du graphène présente des défis en raison de sa structure atomique unique. La spectroscopie Raman est couramment utilisée pour évaluer la qualité du graphène en analysant le rapport entre les pics G et D, qui sont des signatures spécifiques de ce matériau. Cependant, la largeur à mi-hauteur du pic 2 (FWHM<0.5) ne fournit qu'une estimation approximative du nombre de monocouches de carbone. Il est donc essentiel de combiner la spectroscopie Raman avec d'autres techniques complémentaires. La microscopie électronique à balayage (MEB) et la microscopie à force atomique (AFM) renseignent sur la morphologie mais restent limitées pour distinguer une monocouche de graphène d'une contamination carbone et pour déterminer précisément son épaisseur. Cette étude propose donc d'associer aux caractérisations précédentes, la spectrométrie de photoémission X (XPS). L'analyse le pic C1s permet de confirmer la formation du graphène (pic asymétrique caractéristique des liaisons sp²), détecter les défauts (liaisons sp³) ou la fonctionnalisation (groupes oxygénés). Malgré les défis que sont l'oxydation du substrat, la contamination du graphène à l'air, la superposition du pic O1s avec les pics Augers GeL₂M₂₃M₂₃ et GeL₃ M₂₃M₂₃ et l'absence de données précises sur le libre parcours moyen inélastique des électrons (IMFP) dans le graphène, une méthode de calibration et de quantification du pic C1s sp² par rapport au pic du Ge métallique est proposée pour estimer l'épaisseur du graphène. Cette étude explore l'influence de plusieurs paramètres de croissance (débits des gaz précurseurs, durée des dépôts) afin d'étudier la nucléation et d'estimer la vitesse de croissance selon 3 orientations cristallines du substrat de Ge (110, 100 et 111), ouvrant la voie à une intégration plus efficace du graphène dans les dispositifs électroniques et photoniques.

Références

1. C. Barbier,..Crystal Growth & Design vol 20, n° 6 (2020)
2. M. Pisareka, M. Holdynskia,... Applied Surface Science 388 (2016) 696–703

Remerciements (Times New Roman, 11 pts, gras)

Ces travaux ont été réalisés au sein des plates-formes de micro nanotechnologies C2N et soutenus en partie par le réseau RENATECH et le Conseil général de l'Essonne. Le projet de recherche est financé par l'ANR ANTARES.

Effect of the crystallinity on the band structure of $\text{La}_2\text{NiO}_{4+\delta}$ thin films

Aleksandra Koroleva^{a*}, Clément Maheu^b, Carmen Jiménez^a, Mónica Burriel^a

^a Université Grenoble Alpes, CNRS, Grenoble INP, LMGP, Grenoble, France

^b Institut des Matériaux de Nantes Jean Rouxel, Université de Nantes, Nantes, France

*Contact: koroleva@univ-grenoble-alpes.fr

Résumé

Among complex oxide materials, $\text{La}_2\text{NiO}_{4+\delta}$ (LNO) is a particularly relevant system, as it serves as a technologically important oxide for a wide range of nanoionics applications. Particularly, the development of thin-film deposition techniques has enabled the integration of this material into devices such as memristors¹, electrocatalysis² and micro solid oxide fuel cells (u-SOFC)³. In this regard, understanding the electronic properties of this material is essential for informed device engineering, especially in a system like LNO, where defects, oxygen non-stoichiometry, and structural disorder can strongly influence performance. Despite this sensitivity, experimental studies addressing the complete band structure of LNO remain limited. While several reports have focused on the optical band gap, both experimentally and through density functional theory calculations, information on the work function and Fermi level position is comparatively scarce.

In this work, we investigate the electronic structure of LNO thin films grown by pulsed-injection metal-organic chemical vapor deposition. By combining X-ray photoelectron spectroscopy (XPS), ultraviolet photoelectron spectroscopy (UPS), and UV-vis spectroscopy, we determine the band gap, valence band maximum, and work function. This allows us to reconstruct the electronic band structure of two structural configurations: polycrystalline and amorphous films (Figure 1). The use of spectroscopic techniques with different probing depths also enables a direct comparison between the electronic properties of the extreme surface and the deeper near-surface regions.

We observe a significant widening of the band gap upon amorphization, accompanied by a reduction in electrical conductivity by approximately four orders of magnitude, which is consistent with increased carrier localization. We also reveal a systematic increase in the valence band offset in the amorphous films. Importantly, the comparison of techniques with different probing depths uncovers a surface band bending: while the film's electronic properties remain p-type in the bulk, the extreme surface region exhibits n-type-like behavior. This highlights the dominant role of surface states and disorder in shaping the band alignment. These findings provide a comprehensive picture of how crystallinity governs both the bulk and surface electronic structure in LNO thin films, with direct implications for oxide-based electronic, memristive, and electrochemical devices.

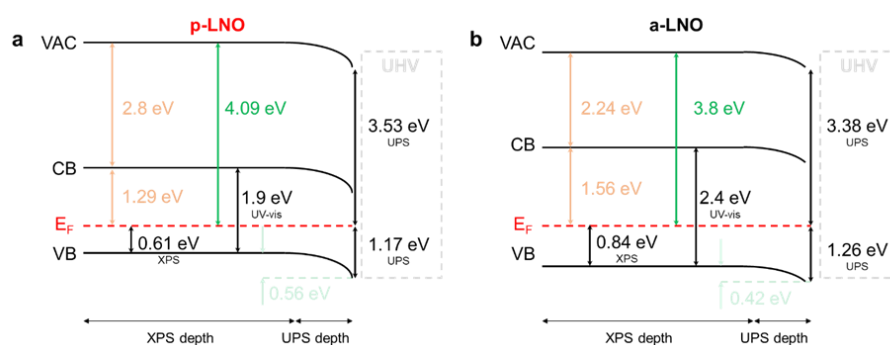


Figure 1. The estimated band structure of (a) polycrystalline and (b) amorphous $\text{La}_2\text{NiO}_{4+\delta}$ thin films.

Références

- Koroleva, A., Khuu, T., Magén, C., Roussel, H., Jiménez, C., Ternon, C., Vatajelu, E. et Burriel, M. . *Adv. Electron. Mater.*, **2024**, 10 (10), 2400096.
- Wu, Y.-H., Janák, M., Abdala, P. M., Borca, C. N., Wach, A., Kierzkowska, A., Donat, F., Huthwelker, T., Kuznetsov, D. A. et Müller, C. R. . *J. Am. Chem. Soc.*, **2024**, 146 (17), 11887.
- Riaz, A., Sirvent, J., Zueco-Vincelle, J., Buzi, F., Panisset, S., Stangl, A., Rapenne, L., Baiutti, F., Mermoux, M., Laguna-Bercero, M. A., Tarancón, A. et Burriel, M. . *J. Mater. Chem. A Mater.*, **2025**, 13 (26), 18628.

Size-dependent final state effect in supported metallic nanoparticles: the test case of self-organized Pd clusters on Al₂O₃/Ni₃Al(111)

R. Lazzari^{*,a}, S. Guilet^a, N. Alyabyeva^b, A. Ouvrard^c

^a Institut des NanoSciences de Paris, CNRS/Sorbonne Université, 4 Place Jussieu, 75005 Paris, France

^b Service de Physique de l'État Condensé, SPEC, CEA, CNRS, Université Paris-Saclay, 91191 Gif sur Yvette, France

^c Institut des Sciences Moléculaires d'Orsay (ISMO), CNRS, Université Paris-Saclay, 91405 Orsay, France

*Contact: remi.lazzari@insp.jussieu.fr

Résumé

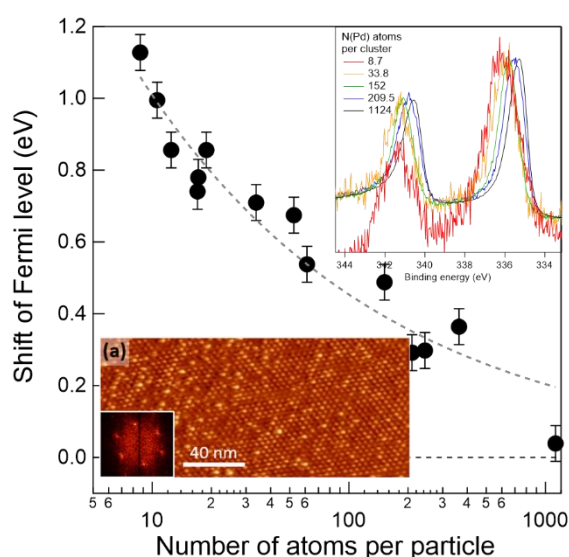


Figure 1: Apparent shift of the Fermi level as a function of the number of atoms in self-organized Pd clusters on Al₂O₃/Ni₃Al(111). In insets, overlapped Pd 3d core levels and scanning tunneling image of a 0.05 monolayer Pd deposit.

Photoemission plays a key role in the chemical characterisation of heterogenous catalysts made-out of oxide-supported metallic nanoparticles. Core-level components which are shifted in binding energy from the metallic state are usually assigned to a charge transfer towards either the support or the adsorbed species. They are discussed in terms of active intermediate moieties in the chemical reaction. But, beyond charge effects inherent to insulating supports, such an interpretation may be also hampered by final-state effects [1-3]. Indeed, compared to a bulk metal, the decrease of the average metal coordination with cluster size due to the increasing fraction of atoms at the surface/interface gives rise to a reduction of the available electronic density for the screening of the created photo-hole. The photo-electron is therefore decelerated along its travel. The resulting size-dependent upward shift of its binding energy depends on the dynamics of electron transfer from the substrate.

for evidencing such a final state effect. The existence of regularly-spaced nucleation centres on the alumina film allows to control perfectly the cluster size via the deposited amount down to a few atoms (STM in inset Fig. 1). This avoids the inherent broadening observed on regular substrate [1-2] or the complex deposition of size-selected clusters [3]. The observed core level shift (Fig. 1) and asymmetry will be discussed in terms of time scale of charge transfer towards the Ni₃Al substrate through the alumina and the appearance of metallicity.

This poster will revisit the phenomenon in the case of self-organized Pd clusters supported on Al₂O₃/Ni₃Al(111) [4-5]. This system is perfectly suited

Références

1. Wertheim, G. K., DiCenzo, S. B., Youngquist, S. E., *Phys. Rev. Lett.*, **1983**, 51, 2310-2313
2. Hövel, H, Grimm, B., Pollmann, M., Reihl, B., *Phys. Rev. Lett.*, **1998**, 81, 4608-4611
3. Peters, K. F., Walker, C. J., Steadman, P., Robach, O., Isern, H., Ferrer, S., *Phys. Rev. Lett.*, **2001**, 86, 5325-5328
4. Schmid, M., Kresse, G., Buchsbaum, A., Napetschnig, E., Gritschneider, S., Reichling, M., Varga, P., *Phys. Rev. Lett.*, **2007**, 99, 196104
5. Alyabyeva, N., Ouvrard, A., Zakaria, A.-M., Charra, F., Bourguignon, B., *Appl. Surf. Sci.*, **2018**, 444, 423-429

Suivi de la réduction des émissions d'oxyde d'azote (DeNOx) et de l'oxydation des métaux sur un catalyseur LDO à base de Fe, Mn et Co par NAP-XPS

Christèle Legens^{a*}, Mickaël Rivallan^a, Katia Barbera-Italiano^a, Saloua Sahal El Ahrache^a, Pardis Simon^b

^a IFP Energies Nouvelles, Rond-Point de l'échangeur, 69360 Solaize, France

^b UCCS - UMR CNRS 8181, Université de Lille, Cité Scientifique, Bâtiment Chevreul, 59655 Villeneuve d'Ascq, France

*Contact: christele.legens@ifpen.fr

Le respect des émissions de NOx impose l'utilisation de solutions de traitement de type SCR (Selective Catalyst Reduction) avec l'ammoniac (NH₃) comme agent réducteur. Les technologies SCR actuelles sont efficaces au-dessus de 200°C, ce qui impose de préchauffer les fumées en amont et impacte les coûts d'exploitation (OPEX). Le nouveau contexte réglementaire implique le déploiement à plus grande échelle des solutions de DeNOx à basse température (< 150°C). Des alternatives à la solution actuelle basée sur des catalyseurs vanadium/tungstène, ont été reportées dans la littérature. **En particulier les LDO (Layer Double Oxides) à base de Mn-Fe-Co ont été identifiés comme très prometteurs et performants dès 100°C avec une conversion complète du NO¹.** Cette solution permettrait la réduction voire la suppression du réchauffement des fumées en amont des technologies SCR. Cependant les mécanismes réactionnels mis en jeu lors de la réaction de réduction ne sont pas à l'heure actuelle élucidés. Un catalyseur **Mn-Fe-Co** a été synthétisé et testé en réacteur DeNOx (figure 1a). On observe que son optimum de fonctionnement est situé vers 110°C, avec une conversion quasi totale du NO. L'augmentation de la température de réaction à 200°C conduit à une augmentation de la production de N₂O non souhaitée, alors qu'une température de fonctionnement <100°C limite la conversion du NO.

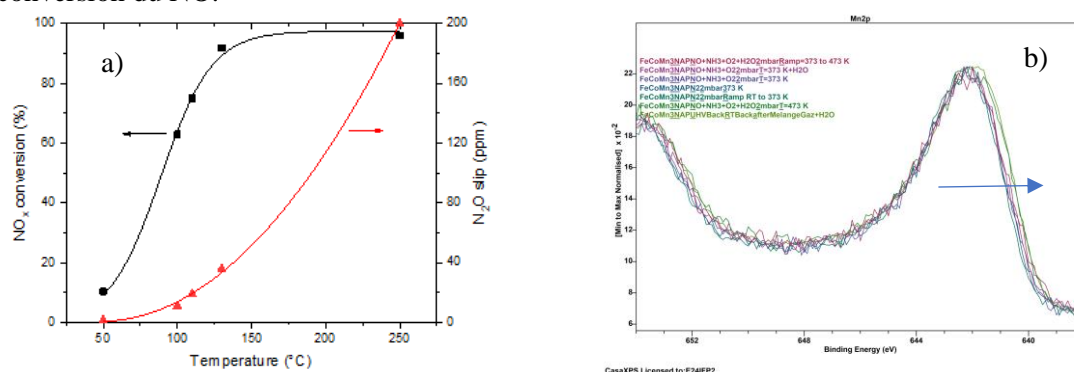


Figure 1 : a)Activité et sélectivité du catalyseur LDO-FeMnCo sous mélange : 500 ppm NO, 500 ppm NH₃, 5%O₂, 5% H₂O, gaz vecteur N₂ , b) Evolution spectres Mn 2p_{3/2} sous mélange réactionnel

L'étude de ce catalyseur en conditions réactionnelles par XPS environnemental nous paraît donc primordiale pour identifier les facteurs-clefs qui gouvernent la réaction et la perte d'efficacité (changement d'état d'oxydation des métaux, empoisonnement, compétition d'adsorption... ?). Nous avons donc suivi *in-situ* les seuils 2p du Fe, Co, Mn et N 1s sous mélange gazeux NO+NH₃+O₂ puis H₂O de température ambiante à 200°C, et enregistré les produits et réactifs par spectrométrie de masse couplée à la chambre expérimentale. Les objectifs étaient d'observer un éventuel changement de degré d'oxydation des métaux lors de la réaction, ainsi que l'adsorption de composés azotés à la surface (discrimination NO phase gaz et adsorbé).

Quelques tendances timides ont pu être observées, comme une légère réduction du Mn lors du passage de 100 °C à 200 °C en présence du mélange gazeux, avec ou sans ajout d'H₂O ((figure 1b). Cet effet pourrait être corrélé à une diminution des performances catalytiques à haute température, observée lors de tests en réacteur DeNOx. Cette étude a permis de progresser sur divers aspects tels que la préparation de l'échantillon et sur les perspectives d'optimisation du système pour amplifier les phénomènes que l'on souhaite mettre en évidence.

Références

¹ Zhou et al., Applied Catalysis A, General 592 (2020) 117432

Remerciements

This work has been supported by the FR CNRS 2050 SPE. We would also like to thank S. Youssef and B. Harbuzaru for their financial contributions to this study through their respective projects.

Depth-resolved intrinsic defect-induced band bending profile at the rutile TiO₂ surface

Anna Lévy^{a*}, Gregory Cabailh^a, Stéphane Chenot^a, Stéphane Guilet^a, Jacques Jupille^a, and Rémi Lazzari^a

Deepnarayan Biswas^b and Tien-Lin Lee^b

^a Institut des Nanosciences de Paris, Sorbonne Université, Campus Pierre et Marie Curie, CNRS UMR7588, 75005 Paris, France

^b Diamond Light Source, Harwell Science and Innovation Campus, Didcot OX11 0DE, United Kingdom

*Contact: levy@insp.jussieu.fr

Résumé

The surface electronic structure of TiO₂ is strongly influenced by intrinsic defects, which can generate band bending and thereby affect charge separation, carrier transport, and interfacial reactivity. On rutile TiO₂(110), although defect-related states and reduction mechanisms have been extensively studied, the depth profile of the associated electrostatic potential remains difficult to determine experimentally on well-defined pristine surfaces.

Here, we present a depth-resolved hard X-ray photoemission spectroscopy (HAXPES) study of intrinsic-defect-induced band bending at rutile TiO₂(110) surfaces, performed at the I09 beamline of Diamond Light Source synchrotron facility. The objective is to determine both the amplitude and the spatial extension of the near-surface potential induced by donor-like intrinsic defects, and to relate these quantities to controlled modifications of the surface reduction state. A reduced TiO₂(110)-(1×1) surface was prepared under UHV by sputter-anneal cycles and subsequently modified during beamtime through alternating O₂ dosing and soft W-filament annealing treatments, designed to reversibly tune the defect population while preserving a well-defined surface. HAXPES measurements were recorded after each preparation step at photon energies of 1, 4 and 8 keV, taking advantage of the different probing depths to separately access the near-surface reduction state and the deeper band-bending profile. Ti 2p spectra were analyzed using two complementary approaches: conventional component fitting at 1 keV to quantify the Ti³⁺ contribution, and a dedicated line-shape analysis at 4 keV including signal attenuation and a Poisson-based depth-dependent binding-energy shift to reconstruct the electrostatic profile. Valence-band spectra acquired for the same surface states were used to monitor the evolution and depth sensitivity of defect-related band-gap states.

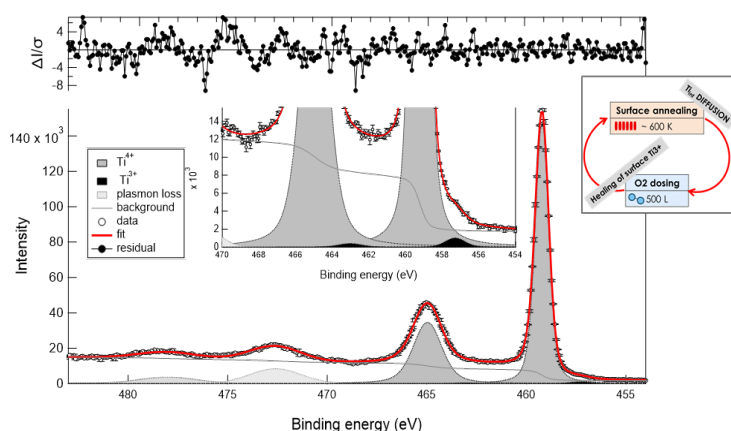


Figure 1. Typical Ti2p spectra recorded surface heating with the W filament fitted with I_{SBB} function including Ti⁴⁺ and Ti³⁺ components as well as plasmon loss peaks. The fit converges towards band bending amplitude and width values of $V_{bb} = -0.48$ eV and $W = 5.8$ nm.

This experimental procedure provides a controlled framework for correlating defect engineering, probing depth, and photoemission response, and for quantitatively investigating intrinsic-defect-induced electrostatics at oxide surfaces.

Références

1. Kurtz R. L., et al., *Surf. Sci.*, **1989**, 218, 178-200.
2. Li J., Lazzari R., Chenot S., and Jupille J., *Phys. Rev. B* **2018** 97, 041403.

Structural characteristics of alumina ultra-thin films: insights from photoemission and *ab initio* calculations

D. Marques^a, S. Guilet^a, S. Chenot^a, G. Cabailh^a, J. Goniakowski^a, R. Lazzari^a

^a Institut des NanoSciences de Paris, CNRS/Sorbonne Université, 4 Place Jussieu, 75005 Paris, France

*Contact: dylan.marques@insp.jussieu.fr

Résumé

Understanding the atomic structure of alumina films formed on aluminum-based metallic alloys is essential for applications ranging from corrosion resistance to heterogeneous catalysis. By combining *ab initio* calculations with X-ray photoelectron spectroscopy (XPS), we investigate the surface and interface terminations, stoichiometry, and stabilization mechanisms of alumina films formed on Fe_{0.85}Al_{0.15}(100) and NiAl(100) substrates by high temperature oxidation under vacuum. A global structural optimization strategy coupling a genetic algorithm with tight-binding density functional theory (DFT) reveals that θ -Al₂O₃(100)-like films represent the most stable structures [1-4]. This polymorph is likely stabilized by a minimal lattice mismatch with the substrate following the classical Bain epitaxy relationship. Analysis of experimental Al 2p and O 1s core level line shapes are used to conclude on the actual oxide film atomic structure [5]. To do so, theoretical profiles are reconstructed using the atom-by-atom calculated core level shifts (CLS) within the supported-oxide and accounting for the depth-dependent exponential signal damping.

This spectroscopic approach combining photoemission and first-principles calculations resolves structural and compositional ambiguities inherent to ultra-thin oxide films, and establishes CLS simulation as a powerful tool for atomistic model validation.

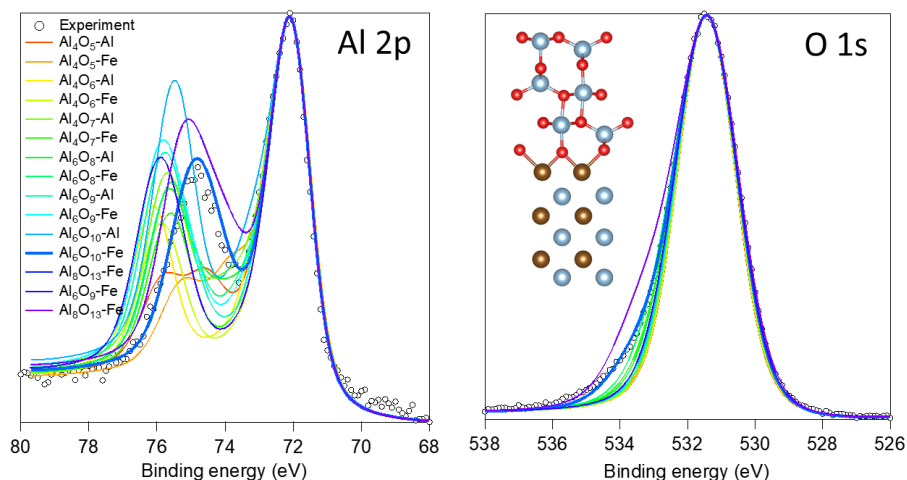


Figure 1: Comparison between calculated (lines) and experimental (symbols) Al 2p and O 1s core level profiles for various terminations and thickness of θ -Al₂O₃ (100) on Fe_{0.85}Al_{0.15}(100). The best atomic model (thick blue line) is shown in inset. Regarding the metallic Al 2p component, the experimentally determined profile of Al segregation underneath the oxide has been accounted for [4].

Références

1. Van Den Bossche, M., Goniakowski, J., Noguera, C., *Nanoscale.*, **2021**, 13 (46), 19500–19510.
2. Stierle, A., Formoso, V., Comin, F., Franchy, R., *Surf. Sci.*, **2000**, 467 (1–3), 85–97.
3. Wang, C. T., Lin, C. W., Hsia, C. L., Chang, B. W., Luo, M. F., *Thin Solid Films* **2012**, 520 (11), 3952–3959.
4. Z. Dai, P. Borghetti, S. Chenot, P. David, J. Jupille, G. Cabailh, J. Goniakowski, J. / Lazzari, R., *Appl. Surf. Sci.*, **2019**, 492, 886-895
5. Cai, N., Qin, H., Tong, X., Zhou, G., *Surface Science* **2013**, 618, 20–26.

Analyses XPS/HAXPES angulaires pour la caractérisation de multicouches

E. Martinez^{a*}, G. Tsamo Tagougue^{a,b}, M. Veillerot^a, V. Thoréton^a, M. Martin^b, T. Baron^b,
F. Bassani^b

^a Univ. Grenoble Alpes, CEA, Leti, F-38000 Grenoble, France

^b Univ. Grenoble Alpes, CNRS, CEA/LETI Minatec, Grenoble INP, LTM, 38000 Grenoble, France

*Contact: eugenie.martinez@cea.fr

Résumé

La spectroscopie de photoélectrons à rayons X de haute énergie (HAXPES) permet d'augmenter la profondeur sondée pour une analyse non destructive de la chimie des interfaces enterrées¹. Cette technique a été récemment introduite en laboratoire grâce à des instruments équipés de sources Cr K α ($h\nu=5415$ eV)^{2,3} ou Ga K α ($h\nu=9251$ eV)⁴, facilitant ainsi l'accessibilité à cette technique. Les instruments de laboratoire offrent de plus la possibilité de combiner XPS et HAXPES afin d'étendre la gamme des épaisseurs sondées (de 2 à 45 nm).

Nous illustrons la complémentarité de ces deux techniques à travers l'étude des hétérostructures InP/GaAsSb/InP développées pour les futurs dispositifs radiofréquence des systèmes de communication sans fil. Les performances de ces composants sont étroitement liées au contrôle de leur composition chimique et à la qualité des interfaces.

L'accès à ces informations, notamment à la localisation des espèces majoritaires, est obtenue via des mesures à angle variable par XPS (Al K α) et HAXPES (Cr K α). L'XPS aux angles rasants met en évidence la ségrégation d'antimoine dans la couche supérieure d'InP. L'HAXPES permet une analyse complémentaire de l'interface supérieure InP/GaAsSb. La modélisation des ratios d'intensité obtenus en HAXPES confirme cette présence d'antimoine en surface⁵.

Les profils de composition obtenus par spectrométrie de masse des ions secondaires à temps de vol (ToF-SIMS) confirment la ségrégation d'antimoine dans l'InP et l'absence de diffusion d'arsenic. Les résultats obtenus permettent aussi d'identifier une fine couche de GaAs à l'interface inférieure GaAsSb/InP.

Ce travail illustre l'intérêt d'une méthodologie d'analyses combinées par XPS, HAXPES et ToF-SIMS pour une caractérisation chimique complète de ces hétérostructures afin de permettre l'optimisation des procédés de croissance et de garantir le bon fonctionnement des dispositifs.

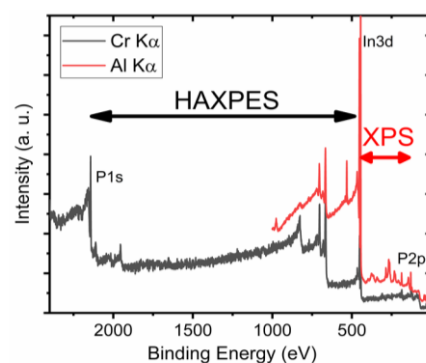


Figure 1. Spectres de survol mesurés par XPS (AlK α) et HAXPES (CrK α) sur InP.

Références

1. Kalha, C. *et al.*, *J. Phys. Condens. Matter*, **2021**, 33, 233001.
2. Renault O. *et al.*, *Faraday Discuss.*, **2022**, 236, 288-310.
3. Artyushkova, K. *et al.*, *J. Vac. Sci. Technol. A*, **2024**, 42, 052801.
4. Regoutz A. *et al.*, *Rev. Sci. Instrum.*, **2018**, 89, 073105.
5. Tsamo Tagougue G. *et al.*, *J. Appl. Phys.* **2026**, 139 (en production).

Remerciements

Ce travail, réalisé en partie sur la Plate-Forme de Nano-Characterisation (PFNC), a bénéficié d'un financement gouvernemental géré par l'Agence Nationale de la Recherche dans le cadre des programmes « Recherche Technologique de Base » et France 2030 (ANR-22-PEEL-0014) et du LabEx μ Electronics (ANR-15-IDEX-0002).

INSIDE: Operando Platform Enabling Multimodal Spectromicroscopy from a Few meV to 5 keV

Dario Mastripolito^a, Mariarosa Cavallo^a, Debora Pierucci^a, Emmanuel Lhuillier^a

a) Sorbonne Université, CNRS, Institut des NanoSciences de Paris, INSP, F-75005 Paris, France

*Contact: mastripolito@insp.upmc.fr

Résumé

The INSIDE platform at the Institut des NanoSciences de Paris (INSP) is a new experimental infrastructure designed for advanced materials characterization. By integrating *operando* X-ray photoemission spectroscopy (XPS) with complementary Fourier Transform Infrared (FTIR) spectroscopy and Raman/Photoluminescence (PL) spectroscopy, the platform enables multimodal investigations across an exceptionally broad energy range—from a few meV to 5 keV—within a single laboratory environment. This unique capability allows for the seamless exploration of electronic, optical, and vibrational properties of materials. At the core of the platform is a state-of-the-art PHI GENESIS system from Physical Electronics, featuring He I (21.2 eV), He II (40.8 eV), Al K α (1486.6 eV), and Cr K α (5414.8 eV) sources. These sources facilitate surface and buried interface characterization, with focused beam sizes of 5 μm (Al) and 7.5 μm (Cr), enabling laboratory-based XPS and hard X-ray XPS (HAXPES) spectromicroscopy and imaging. The system supports cryo-XPS with *in situ* temperature control ($-100\text{ }^{\circ}\text{C}$ to $+500\text{ }^{\circ}\text{C}$), *operando* measurements (with 4 electrical contacts at the sample level), and the direct measurement of 4-inch-wide samples. It also includes a charge neutralization compensator for analyzing insulating materials and an Ar⁺ ion gun for sputtering and depth profiling. A glove-box-compatible vacuum transfer vessel and a customizable preparation chamber further enhance its capabilities, allowing for annealing up to $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$, metal evaporation, and thickness monitoring via a quartz crystal microbalance. The complementary μ -FTIR and μ -Raman/PL facilities are designed for *in situ* and *operando* measurements, including temperature control and electrical polarization, enabling correlative multimodal characterization across the full spectral range. INSIDE serves academic and industrial users as a research and service hub for advanced materials research.

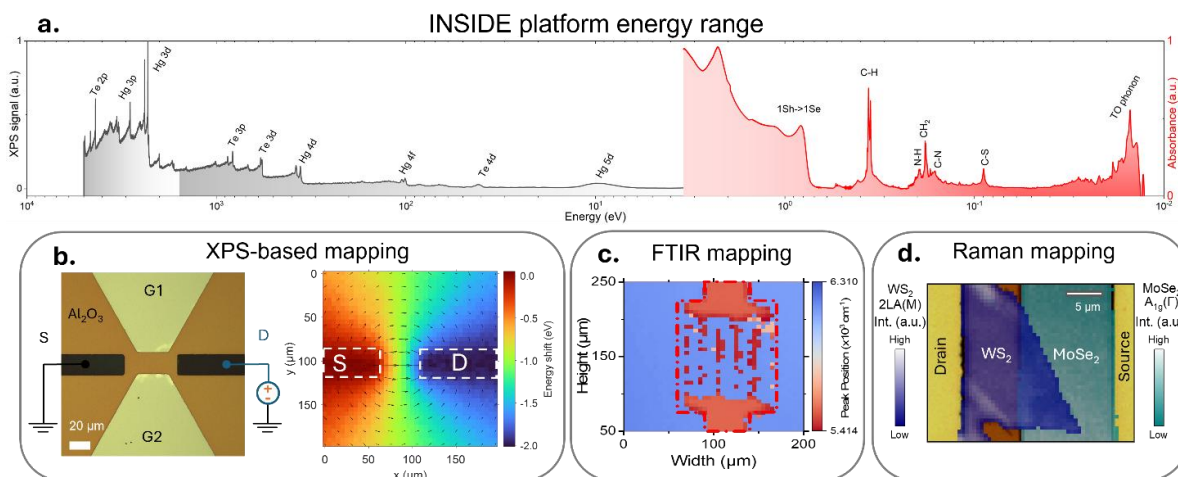


Figure 1. a. Example of full range energy characterization of a new HgTe wurtzite phase stabilized at the nanoscale (from 10 meV to 5 keV) achieved within the INSIDE platform [1]. Energy shift imaging based on XPS mapping of the Hg 4f core level (Al K α source) of a colloidal-based HgTe planar dual gate transistor, while a drain-source voltage is applied ($V_{\text{DS}} = -2\text{ V}$). c. FTIR mapping of a colloidal HgTe-based interdigitated electrode [2]. d. Raman mapping of a two-dimensional van der Waals heterojunction integrated into a planar field effect transistor [3].

Références

1. Sergeeva et al., ACS Nano, in press (2026)
2. Bossavit et al., Nano Letters 25, 23, 9485–9491 (2025)
3. Mastripolito et al., Nano Letters 25, 29, 11340–11346 (2025)



Auto-organisation de molécules organiques sur surfaces métalliques étudiée par STM et photoémission

Peyrot T.^a, Silly M.^{b,*}, Silly F.^a

^a LEPO, CEA Paris-Saclay 91190 Gif-sur-Yvette, France

^b Synchrotron SOLEIL, L'Orme des Merisiers Départementale 128, 91190 Saint-Aubin, France

*Contact: mathieu.silly@synchrotron-soleil.fr

Résumé

L'auto-organisation contrôlée de molécules organiques π -conjuguées sur surfaces métalliques constitue une voie prometteuse pour la réalisation de nano-architectures fonctionnelles. En s'appuyant sur nos travaux récents¹⁻², nous étudions la manière dont le dépôt maîtrisé de précurseurs organiques halogénés, suivi d'activation thermique séquentielle, permet l'obtention soit de réseaux covalents étendus, soit d'assemblages supramoléculaires stabilisés par liaisons halogène.

L'équilibre entre interactions intermoléculaires (liaisons halogène, hydrogène) et interactions molécule-substrat (Pauli, van der Waals) gouverne la géométrie d'adsorption, la densité locale d'assemblage et les transitions structurales induites thermiquement. La microscopie STM permet d'imager à l'échelle atomique la formation des réseaux ainsi que l'évolution des motifs lors des étapes de déshalogénéation et de couplage covalent. En parallèle, les spectroscopies de photoémission révèlent la nature des états chimiques associés aux différentes phases de l'assemblage.

Nos résultats montrent que de légères modifications dans la structure électronique ou dans la configuration d'adsorption entraînent des réorganisations profondes des motifs 2D et influencent fortement les propriétés électroniques des réseaux. Cette approche combinée STM-photoémission ouvre ainsi la voie à la conception rationnelle de nano-architectures organiques fonctionnelles.

Références

1. Peyrot, D., M.G. Silly, and F. Silly. *Journal of Physical Chemistry C*, **2017**. 121(48): p. 26815-26821.
2. Peyrot, D., M.G. Silly, and F. Silly. *Physical Chemistry Chemical Physics*, **2018**. 20(6): p. 3918-3924.



Structural and Electronic Properties of Sb_xTe_y Thin Films: Role of Ge(110) and Ag(110) Substrates

F. Azrour¹, T. Angot¹, E. Salomon¹, JM. Layet¹, M. Minissale¹

¹Aix Marseille Univ, CNRS, PIIM, Marseille, France

Résumé

X_2Y_3 ($X = Sb$; $Y = Te$) are chalcogenide compounds with a narrow gap and a rhombohedral crystalline structure. Their structure consists of atoms covalently bonded within layers that are stacked through van der Waals interactions, forming 5 atom thick layers (Y-X-Y-X-Y), commonly referred to as quintuple layers (QLs) [1]. Owing to these structural and electronic properties, these materials are well known for their thermoelectric performance and for being topological insulators, making them promising candidates for a variety of applications such as quantum computing, mode-locking in laser systems, and cooling technologies.

To exploit these properties in practical devices, it is essential to grow high-quality thin films. The properties of chalcogenide thin films are highly sensitive to the underlying substrate, yet the precise mechanisms governing this dependence remain poorly understood. In this work, we investigate a simplified growth method for Sb_2Te_3 thin film on Ge(110) and Ag(110) surfaces using a single evaporator cell [2]. The structural and electronic properties of the film are characterized using standard surface science techniques, including LEED, HREELS, and PES. Our results reveal how substrate-induced strain, interfacial chemistry, and crystallographic orientation influence their functional performance.

Furthermore, the effect of hydrogen exposure is investigated. Hydrogen is known to influence the electronic and chemical properties of many materials by modifying surface states, passivating defects, or acting as a reducing agent, which can affect the band structure and electrical conductivity. Studies on chalcogenide materials such as MoS_2 [3] have shown that hydrogen adsorption can modify their electronic properties, motivating the investigation of hydrogen treatment as a possible way to tune the properties of chalcogenide films.

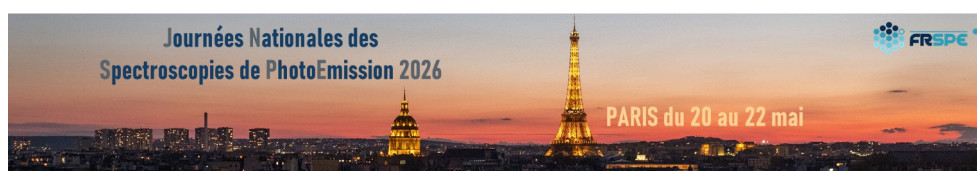
Overall, the proposed growth method simplifies the deposition process and appears to reduce the number of defects induced during growth, which could be advantageous for future applications. This study provides insights into substrate engineering for tailored $SbTe$ -based devices in thermoelectrics and spintronics.

Références

[1] H. Zhang & al., Nature Physics (2009) 1270

[2] M. Minissale & al., Physica E 160 (2024) 115952

[3] E.W. Keong Koh & al., International Journal of Hydrogen Energy 37 (2012) 14323-14328



Calibration de la HREELS et de la LEEM pour l'étude des modes de phonons mous dans les matériaux ferroélectriques

R.Moussaoui^{a,b,*}, L. Perez Ramirez^a, C. Lubin^a, D. Comparat^b, L.Amiaud^c, L.Douillard^a, N.Barrett^a

^a Université Paris-Saclay, CEA, CNRS, IRAMIS, SPEC, 91191 Gif-sur-Yvette, France

^b CNRS, Laboratoire Aimé Cotton (LAC), Université Paris-Saclay, Orsay, France

^c CNRS, Institut des Sciences Moléculaires d'Orsay (ISMO), Université Paris-Saclay, F-91405 Orsay, France

*Contact: roba.moussaoui@outlook.fr

Abstract

Le microscope à perte d'énergie électronique à haute résolution (HREELM) répond à un défi de longue date en science des surfaces. Il combine les atouts complémentaires de la spectroscopie à perte d'énergie électronique à haute résolution (HREELS) et de la microscopie électronique à basse énergie (LEEM) [1]. La HREELS permet d'étudier les excitations vibrationnelles de surface avec une résolution énergétique de l'ordre du meV, mais elle manque de résolution spatiale. La LEEM, en revanche, permet une imagerie à l'échelle nanométrique, mais sans sensibilité spectroscopique. Le HREELM comble cette lacune en offrant une imagerie en champ complet des pertes d'énergie vibrationnelle à l'aide d'électrons de faible énergie. Cette capacité en fait un outil puissant pour l'étude des matériaux ferroélectriques. Elle permet la cartographie simultanée des structures de domaines, de la dynamique du réseau et des modes vibrationnels locaux [2,5,6].

Dans ce travail, nous validons les capacités de la technique HREELM pour l'étude des modes de phonons mous dans les matériaux ferroélectriques. Ces modes jouent un rôle central dans les transitions de phase ferroélectriques. Ils reflètent des instabilités du réseau cristallin, conduisant à l'émergence d'une polarisation spontanée. Ces phénomènes ont été largement étudiés dans des matériaux tels que BiFeO₃ et BaTiO₃ [2,5]. Une attention particulière est portée aux excitations de faible énergie, étudiées en mesurant les spectres de perte d'énergie électronique (EELS) avec une très haute résolution. Cette approche permet de détecter les modes de phonons mous en analysant les pertes d'énergie situées près de la queue du pic élastique dans les spectres EELS.

Une calibration fiable de la HREELS et de la LEEM pour l'étude des modes de phonons mous est assurée. On réalise des mesures EELS directement dans le dispositif LEEM et en les compare avec des spectres HREELS haute résolution acquis sur les mêmes échantillons. Les matériaux étudiés comprennent le diamant microcristallin (MCD) comme référence, ainsi que les matériaux ferroélectriques Hf_{0.5}Zr_{0.5}O₂ et BaTiO₃. Des études antérieures sur les films minces ferroélectriques, les interfaces et les systèmes à base de HfO₂ fournissent un cadre solide pour l'interprétation de ces mesures [3,4,7].

Parallèlement, la spectroscopie photoélectronique X (XPS) et la diffraction électronique à basse énergie (LEED) sont utilisées pour confirmer la composition et la structure de surface des échantillons. Ces techniques complémentaires garantissent la fiabilité des mesures, vérifient la qualité des surfaces et permettent une caractérisation détaillée nécessaire à une analyse précise des modes vibrationnelles.

Références

1. Hahn, R. Development of a High-Resolution Electron Energy Loss Microscope (HREELM). PhD Thesis, Université Paris-Saclay, 2023.
2. Rault, J. E., et al. Thickness-Dependent Polarization of Strained BiFeO₃ Films with Constant Tetragonality. *Phys. Rev. Lett.*, 2012, 109, 267601.
3. Rault, J. E., et al. Interface electronic structure in a metal/ferroelectric heterostructure under applied bias. *Phys. Rev. B*, 2013, 87, 155146.
4. Rault, J. E., et al. Time-resolved photoemission spectroscopy on a metal/ferroelectric heterostructure. *Phys. Rev. B*, 2013, 88, 155107.
5. Lachheb, M., et al. Surface and bulk ferroelectric phase transition in super-tetragonal BiFeO₃ thin films. *Phys. Rev. Materials*, 2021, 5, 024410.
6. Barrett, N., et al. Full-field electron spectromicroscopy applied to ferroelectric materials. 2018.
7. De, S., et al. Perspective roadmap of advanced HfO₂-based ferroelectric field-effect transistors. *IEEE*, 2024.



Suivi XPS de l'érosion ultra-rapide d'électrodes diamant dopé au bore : Nouvelle voie de nettoyage des électrodes en diamant

Sirine Ben Khemis¹, Christian Njel^{1*}, Mathieu Frégnaux², Arnaud Etcheberry², Emmanuel Scorsone¹

¹ Université Paris-Saclay, CEA, LIST, F-9112, Palaiseau, France.

² Institut Lavoisier de Versailles, Université Paris-Saclay, UVSQ, CNRS, UMR 8180, 78035 Versailles Cedex, France

*Contact: christian.njel@cea.fr

Les électrodes diamant dopé au bore (BDD) sont largement reconnues pour leurs propriétés électrochimiques exceptionnelles. En effet, en plus d'être inertes chimiquement, elles offrent la possibilité de travailler sur une large fenêtre de potentiel en milieux aqueux, ce qui en fait d'excellentes candidates pour la détection chimique avancée et l'électroanalyse. En général, pour maintenir une réactivité optimale de la surface, des procédés de polarisation anodique et ou cathodique sont utilisés pour éliminer la surface de BDD des contaminants adsorbés. Toutefois, ces méthodes ont tendance à modifier la composition chimique de surface [1], ce qui engendre des pertes de performances de l'électrode au cours des analyses. Au sein de notre laboratoire, nous avons développé une méthode de nettoyage de nos électrodes axée sur l'alternance de polarisation anodique et cathodique [2]. Cette méthode s'est avérée prometteuse car en plus d'augmenter la réactivité de surface de nos électrodes, elle permet de conserver ces propriétés sur plus d'un millier de mesure pour une même électrode. Cela nous a permis d'intégrer nos électrodes dans divers domaines d'applications telles que la santé, l'environnement, et la sécurité [3].

Cependant, l'impact à long terme de l'activation pulsée sur l'intégrité de la surface du BDD reste peu étudié. Bien que des études antérieures aient fait état d'une corrosion du BDD notamment dans des conditions de polarisation anodiques extrêmes (ex : courants/potentiels élevés, températures élevées et électrolytes concentrés) [4,5], l'impact de conditions pulsées soft (courant/potentiel faibles, température ambiante, et électrolytes très peu concentrés) est largement méconnu.

Dans ce travail, nous avons étudié la corrosion d'électrodes en BDD soumises à une bipolarisation pulsée dans des conditions modérées. Nos résultats révèlent pour la première fois une usure étonnamment rapide du BDD lors de l'application d'une bipolarisation pulsée, même dans des conditions modérées (Na_2SO_4 0,1 M, densités de courant $\leq \pm 20 \text{ mA}\cdot\text{cm}^{-2}$). L'usure a été systématiquement suivi à l'aide d'une analyse gravimétrique, de la microscopie électronique à balayage (MEB), de la cartographie Raman et par XPS. Une érosion structurelle importante, suivi d'une légère oxydation de surface et d'une graphitisation partielle de la surface du BDD ont également été observées. Pour expliquer ces résultats, nous avons proposé une interprétation mécanistique, qui suggère que la bipolarisation pulsée favorise probablement l'accumulation de radicaux à la surface des électrodes, des réactions croisées, et des attaques chimiques localisées de la surface.

Dans le cadre de ce travail, nous fournissons des recommandations pratiques pour optimiser les protocoles d'activation par impulsions, dans le but d'obtenir un nettoyage efficace des électrodes tout en préservant leur sensibilité et leur reproductibilité, et en prolongeant leur durée de vie dans les applications électrochimiques.

[1] : H. B. Suffredini, V. A. Pedrosa, L. Codognoto, S. A. S. Machado, R. C. Rocha-Filho, et L. A. Avaca, « Enhanced electrochemical response of boron-doped diamond electrodes brought on by a cathodic surface pre treatment », *Electrochimica Acta*, vol. 49, no 22-23, p. 4021-4026, sept. 2004, doi: 10.1016/j.electacta.2004.01.082.

[2] R. Kiran, E. Scorsone, J. De Sanoit, J.-C. Arnault, P. Mailley, et P. Bergonzo, « Boron Doped Diamond Electrodes for Direct Measurement in Biological Fluids: An In Situ Regeneration Approach », *J. Electrochem. Soc.*, vol. 160, no 1, p. H67-H73, 2013, doi: 10.1149/2.014302jes.

[3] R. Guillemet et al., « Multifunctional CVD diamond window for Infrared imaging », *MRS Adv.*, vol. 10, no 10, p. 1251-1258, juill. 2025, doi: 10.1557/s43580-025-01233-8.

[4] T. Kashiwada, T. Watanabe, Y. Ootani, Y. Tateyama, et Y. Einaga, « A Study on Electrolytic Corrosion of Boron-Doped Diamond Electrodes when Decomposing Organic Compounds », *ACS Appl. Mater. Interfaces*, vol. 8, no 42, p. 28299-28305, oct. 2016, doi: 10.1021/acsami.5b11638.

[5] D. Miao et al., « Study on degradation performance and stability of high temperature etching borondoped diamond electrode », *Appl. Surf. Sci.*, vol. 514, p. 146091, juin 2020, doi: 10.1016/j.apsusc.2020.146091.



Analyse combinée XPS–REELS et modélisation KMC : vers un contrôle de l’organisation et de la composition chimique de gouttelettes $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}$ sur GaN

Hydrice Dylane NZOMO 1^{a*}, Guillaume MONIER^a, Luc BIDEUX^a, Alberto PIMPINELLI^a, Simon FALVARD^b, Christine ROBERT-GOUMET^a

^a Université Clermont Auvergne, Clermont Auvergne INP, CNRS, Institut Pascal, F-63000 Clermont-Ferrand, France

^b Université Clermont Auvergne, CNRS, IRD, OPGC, Laboratoire Magmas et Volcans, F- 63000 Clermont-Ferrand, France

*Contact: hydrice_dylane.nzomo@uca.fr

Résumé

Les boîtes quantiques à base de nitrure d'indium gallium ($\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$) présentent un fort intérêt pour l'optoélectronique en raison de leur accordabilité spectrale, exploitée dans les LED, lasers, photodétecteurs et cellules photovoltaïques. Le contrôle précis de la composition en indium, qui détermine la longueur d'onde d'émission, constitue un défi majeur, nécessitant une haute qualité structurale et une homogénéité chimique des couches.

L'épitaxie de gouttelettes ou droplet epitaxy émerge comme une alternative prometteuse aux modes de croissance conventionnels (Stranski-Krastanov). Cette technique repose sur la formation préalable de gouttelettes métalliques $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}$, suivie d'une nitruration sous flux d'azote. La compréhension de l'auto-organisation et de l'homogénéité chimique de ces gouttelettes avant nitruration est donc cruciale pour optimiser les propriétés des boîtes quantiques finales.

Dans ce travail, nous combinons la spectroscopie de photoélectrons X (XPS) et la spectroscopie de perte d'énergie des électrons rétrodiffusés (REELS) pour sonder la composition et la distribution chimique des gouttelettes d' $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}$ lors des premiers stades de croissance. L'XPS, à travers l'analyse des niveaux de cœur Ga 3d, In 4d et N 1s, fournit une composition moyenne sur la profondeur d'analyse. La REELS, plus sensible à la surface, révèle à partir de décompositions de matériaux de référence (Ga, In, GaN) une composition significativement différente pour certains teneurs en indium, suggérant une ségrégation préférentielle de l'indium en surface. En parallèle, des simulations de type Monte Carlo cinétique (KMC) ont été réalisées. Le modèle est basé sur la déformation du substrat induite par la présence des gouttes (contraintes élastiques intégrant les tensions de surface du gallium et de l'indium $\gamma_L(\text{Ga})$ et $\gamma_L(\text{In})$) et permet d'apporter des informations complémentaires sur la répartition spatiale et l'homogénéité chimique des gouttelettes. En confrontant le modèle théorique aux résultats expérimentaux (XPS, REELS et SEM), cela nous permet de comprendre les différents phénomènes impliqués dans la croissance de gouttes nanométriques et de contrôler leur densité et leur répartition spatiale.

Ainsi, cette étude apporte un éclairage nouveau sur l'auto-organisation des gouttelettes métallique et ouvre des perspectives pour le contrôle avancé de la croissance de boîtes quantiques $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ par épitaxie de gouttelettes sur substrat GaN.

Références

1. Jouanneaud R., Monier G., Bideux L., Pauly N., Robert-Goumet C., *Appl. Surf. Sci.* **2025**, 679, 161218.
2. Gaffar K., et al., *J. Vac. Sci. Technol. A*, **2025**, 43(4)
3. Jouanneaud R et al *Appl. Surf. Sci.* **2026**. XX, submitted

Remerciements

Projet NEPTUNE financée par l'I-Site Clermont et le projet ECLOSION financé par l'Institut des Science de l'UCA

Water Etching of Vanadium-based Transparent Conductive Oxides

V. Polewczyk^{a*}, M. Mezhoud^b, A. Cheikh^b, O. El-Khaloufi^b, M. Rath^b, D. Dagur^c, M. Merbaki^a, F. Bassato^c, L. Braglia^c, B. Bérini^a, Y. Dumont^a, S. Hurand^d, W. Prellier^b, M. Frégnaux^e, D. Aureau^e, A. David^b, A. Fouchet^b, P. Torelli^c, G. Vinai^c, U. Lüders^a

^a Université Paris-Saclay, UVSQ, CNRS, GEMaC, 78000 Versailles, France

^b Université de Caen Normandie, ENSICAEN, CNRS UMR 6508, CRISMAT, Normandie Univ. 14000 Caen, France

^c CNR - Istituto Officina dei Materiali (IOM), Area Science Park, S.S.14, km 163.5, I-34149 Trieste, Italy

^d Institut Pprime, CNRS – Université de Poitiers, 11 Bd Marie et Pierre Curie, 86360 Chasseneuil-du-Poitou, France

^e Université Paris-Saclay, UVSQ, CNRS, ILV, 78000 Versailles, France

*Contact: vincent.polewczyk@cnrs.fr

Resume

Transparent conductive oxides (TCOs) are widely used in electronic and optoelectronic devices thanks to their combination of electrical conductivity and optical transparency at the same time. Among these materials, transition metal oxide perovskites such as SrVO₃ (SVO)¹ has emerged as an appealing alternative to indium tin oxide, notably due to its comparable optoelectronic properties and compatibility with oxide-based devices. However, its practical implementation is hindered by pronounced surface aging effects, leading to the formation of a topmost insulating phase that deteriorate its functional properties⁴.

In this work, we investigate the surface chemistry, stability, and water-mediated cleaning of vanadium-based perovskite thin films. Using a combination of X-ray photoemission spectroscopy (XPS) and *operando* X-ray absorption spectroscopy (XAS) under ambient conditions, we demonstrate that SVO develops a thin Sr-rich V⁵⁺ surface layer upon exposure to oxidizing environments such as in air (see Figure). We show that this degraded top layer can be removed through controlled exposure to water, in both liquid and vapor phases, via an etching process monitored *in operando*. The surface can subsequently re-oxidize, highlighting a reversible degradation–recovery mechanism governed by environmental conditions³. However, a careful control of water exposure is required, as the entire film exhibits a finite solubility. While this represents a limitation for TCO applications, it also opens opportunities for water-assisted processing, in particular for the use of SVO as a sacrificial layer in the fabrication of freestanding oxide thin films. In this context, we further explore A-site cation substitution in Sr_{1-x}Ca_xVO₃ or Sr_{1-x}La_xVO₃ thin films to improve surface stability while broadening the family of water-soluble oxides⁴.

These results provide key insights into the interplay between surface chemistry, stability, and solubility in vanadium-based perovskites, and establish strategies to control or exploit surface transformations.

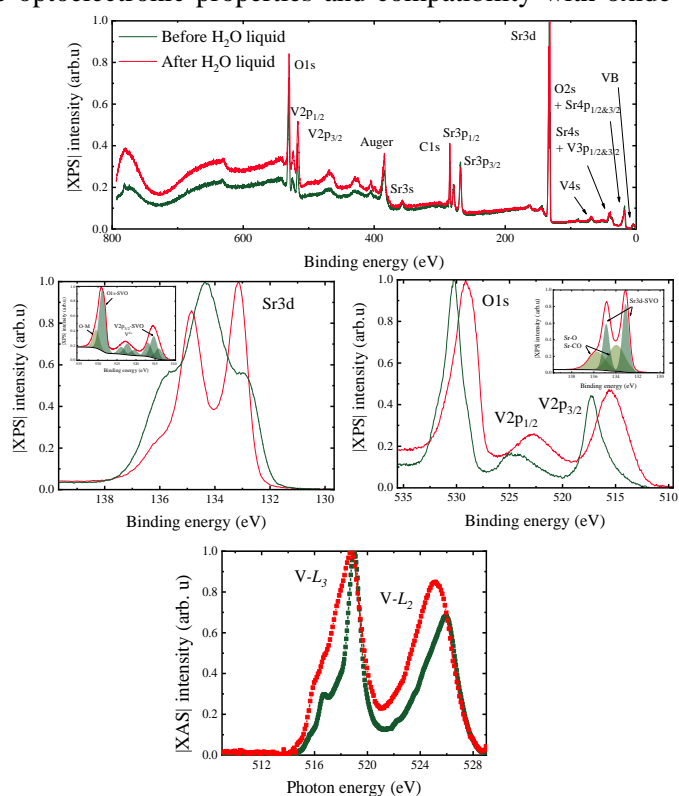


Figure. XPS (survey, O1s plus V2p and Sr3d) as well as XAS spectra recorded before (green) and after liquid water etching procedure of 1 min (red).

References

1. Zhang, et al., *Nature Mater.* **2016**, 15, 204–210.
2. Y. Bourlier, et al., *Applied Surface Science.* **2021**, 553, 149536.
3. V. Polewczyk, et al., *Advanced Functional Materials.* **2023**, 33, 2301056.
4. V Polewczyk, et al., *Advanced Materials Interfaces.* **2025**, 1-9, 2500094.

A Combined XRF and XPS Approach for Advanced Characterization of 2D MoS₂ Films

C. Prieto O'Mullony^{a*}, E. Nolot^a, N. Gauthier^a, Y. Mazel^a, C. Robert-Goumet^b

^a Univ. Grenoble Alpes, CEA, Leti, F-38000 Grenoble, France

^b Univ. Clermont Auvergne, CNRS, Institut Pascal, F-63000 Clermont-Ferrand, France

*Contact : carmen.prietoomullony@cea.fr

Résumé

Two-dimensional (2D) materials consist of crystalline solids reduced to a single or few atomic layers, leading to remarkable electronic and optical properties compared with their bulk counterparts. Among them, transition metal dichalcogenides, such as MoS₂, have attracted strong interest for microelectronics applications, including CMOS technologies, memories, photonics and photovoltaics. In its 2D form, MoS₂ exhibits a thickness-dependent band gap, making precise control and characterization of both composition and thickness essential for device fabrication. However, the integration of these materials into standard microelectronics processes remains challenging, and their properties can vary at the nanometric scale depending on growth and integration conditions.

In this context, multi-technique characterization approaches are required. In this work, we performed Energy-Dispersive X-Ray Fluorescence (EDXRF) and X-Ray Photoelectron Spectroscopy (XPS) analyses for the characterization of MoS₂ layers growing by ALD on 200 mm wafers, using 100 nm of SiO₂ on top of Si as substrate. XRF measurements carried out at grazing incidence with two monochromatic excitation sources, Ag-K_α (22.163 keV) and Cu-K_α (8.048 keV), could offer non-destructive, wafer-scale (suitable for in-line metrology) quantitative determination of elemental composition through spectral deconvolution to separate the Mo and S contributions. In parallel, angle-resolved XPS using a monochromatic Al-K_α (1.486 keV) source provides accurate information on the surface chemical state, which is not possible through EDXRF, elemental distribution and thickness of the atomically-thin MoS₂ films.

The combination of these two techniques provides a powerful strategy for the physico-chemical characterization of MoS₂ thin films and supports the optimization of their integration into microelectronics devices.

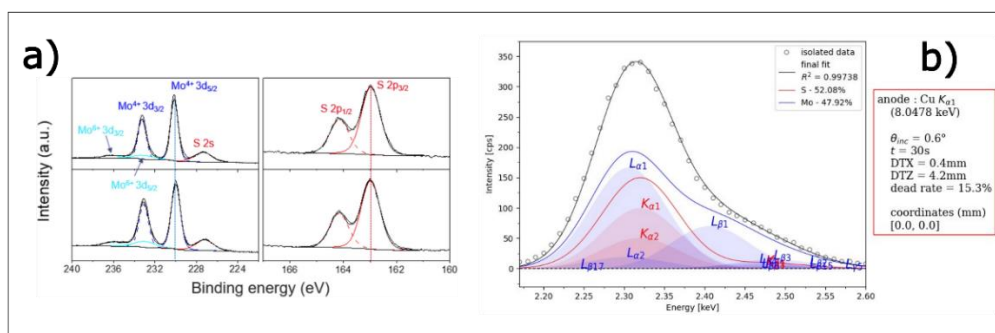


Figure 1. a) XPS Mo and S spectra from [1]. b) Elemental decomposition of XRF data.

Références

1. Meyer, T. et al. (2026). A wafer-scale method for 2D MoS₂ characterization. Appl. Surf. Sci., 717, 164785. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2025.164785>.



Depth-Resolved XPS Investigation of Phase Evolution in Bismuth Oxyfluoride Thin Films

Ravi Raj^{a*}, Amir Eddine Kabouia^b, Maryline Le Granvalet^a, Vincent Fernandez^a, Jonathan Hamon^a, Sara Ibrahim^b, Emmanuel Centeno^c, Sébastien Roth^d, Audrey Bonduelle-Skrzypczak^d, Angélique Bousquet^b, Mireille Richard-Plouet^a

^a Nantes Université, CNRS, Institut des Matériaux de Nantes Jean Rouxel, IMN, F-44000 Nantes, France

^b Institut de Chimie de Clermont-Ferrand

^c Institut Pascal

^d IFP Energies nouvelles

*Contact: ravi.raj@cnrs-immn.fr

Abstract

Bismuth oxyfluoride thin films are emerging as promising materials for photocatalytic applications, for example, through CO₂ photoconversion, where surface chemistry and phase stability play a critical role in determining reactivity¹⁻³. However, the complex multiphase nature of Bi–O–F systems, combined with their sensitivity to ion and electron irradiation, makes their characterization challenging when using surface-sensitive analytical techniques⁴⁻⁵. In this work, we examine the depth-dependent chemical structure and irradiation stability of Bi–O–F thin films grown by reactive plasma sputtering under different O₂/CF₄ flux conditions.

Two films were deposited on Si substrates using an Ar plasma while carefully controlling the reactive gas flow. **Sample a** was synthesized using 0.3 sccm O₂ and 0.7 sccm CF₄ (29 sccm Ar), producing a ~430 nm thick film dominated by a BiO_{0.5}F₂-like phase together with metallic Bi domains and possible amorphous Bi₂O₃ contributions. X-ray photoelectron spectroscopy (XPS) analysis indicates that metallic Bi accounts for roughly 10–20% of the Bi chemical environment. In contrast, **sample b** was deposited with 0.9 sccm O₂ and 0.1 sccm CF₄ (29 sccm Ar), resulting in a ~380 nm film composed of a crystalline BiF₃-type phase mixed with amorphous Bi₂O₃.

Depth-resolved analysis was carried out using a 5 keV monoatomic Ar⁺ ion beam on a Kratos AXIS Supra+ XPS system. Two-dimensional intensity maps of the Bi 4f, F 1s, O 1s, and Si 2p signals (using KherveFitting) reveal clear differences in the sputtering behaviour of the two films. **Sample a** required 38 sputtering cycles (1 minute each) to expose the Si substrate, whereas **sample b** was etched after only 12 cycles. Beyond this difference in sputtering time, the spectral maps show largely stable peak positions throughout the depth profile, indicating no significant chemical-state evolution during sputtering. However, differences are observed in signal attenuation and interface (with substrate) behaviour: in **sample a**, the Bi and F signals persist over a broader sputtering range, indicating enhanced resistance to ion etching and a more gradual film–substrate transition, whereas **sample b** exhibits faster attenuation of film-related signals and a sharper emergence of substrate features, consistent with lower sputtering resistance.

Transmission electron microscopy also reveals notable differences in irradiation stability. Both films exhibit sensitivity to electron-beam exposure at 300 kV, but severe structural degradation was observed for **sample b** even at 80 kV, while **sample a** remained comparatively more resistant. In contrast, under cryogenic conditions (T < –172 °C), beam-induced structural degradation was not observed at either 80 kV or 300 kV. Such behaviour is consistent with known irradiation damage mechanisms in electron microscopy and the higher stability often reported for mixed oxyfluoride environments compared with fluoride-rich phases⁶⁻⁷.

Overall, these results demonstrate that the O₂/CF₄ flux ratio during deposition plays a key role in controlling phase formation, irradiation stability, and the sputtering response of Bi–O–F thin films. The findings highlight how deposition chemistry governs not only the phase composition but also the resistance of the material to ion and electron beam-induced modification, which is critical for reliable photoemission and transmission electron microscopy analysis.

Références

1. Erbland, Thomas, et al. *Molecules*, **2025**, 30(18), 3784.
2. Chen, Chiing-Chang, et al. *Journal of colloid and interface science*, **2018**, 532, 375-386.
3. Qiang, Zhuomin, et al., **2020**, *M.T. Comm*, 23, 100980.
4. Ibrahim, Sara, et al., **2023**, HAL
5. Vinoth, S., and A. Pandikumar., **2024**, *M.T. Chem*, 36, 101924.
6. Wu, Xiaomei, Xiaoxing Ke, and Manling Sui., **2022**, *Journal of Semiconductors*, 43(4), 041106.
7. Xu, Yeming, et al., **2011**, *Micron*, 42(3), 290-298.

Micro-analyse corrélative par XPS et HAXPES de la composition élémentaire des majeurs et des mineurs d'un monocristal de GeO₂

O. Renault^{a*}, A. Peña^b, B. Menaert^b et A. Bailly^b

^a Univ. Grenoble Alpes, CEA, Leti, F-38000 Grenoble, France

^b Univ. Grenoble Alpes, CNRS, Grenoble INP, Institut Néel, 38000 Grenoble, France

*Contact : olivier.renault@cea.fr

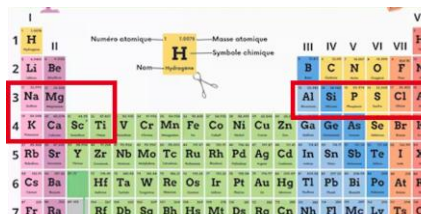
Résumé

La spectroscopie de photoélectrons à rayons X de haute énergie (HAXPES), depuis son avènement sur des lignes de lumières synchrotron¹, et jusqu'à plus récemment en laboratoire,²⁻⁴ offre de nombreux avantages en permettant de s'affranchir des limitations rencontrées en spectroscopie de photoélectron conventionnelle par XPS. L'augmentation de la profondeur sondée d'un facteur 2 à 5 selon l'énergie d'excitation utilisée est l'avantage le plus connu. Dans cette contribution, nous mettons l'accent sur la fiabilisation de l'analyse quantitative en sub-surface de composés binaires, en prenant comme exemple le dioxyde de germanium (α -GeO₂) monocristallin élaboré par croissance en solution à haute température⁵ et qui présente souvent des mâcles optiques créées pendant la croissance. Contrairement au quartz (α -SiO₂), ce matériau maintient ses propriétés piézoélectriques jusqu'à sa fusion vers 1000 °C et il est prometteur pour des applications notamment comme capteurs à onde élastique de surface (SAW) résistant à très haute température.

L'avantage en HAXPES d'une excitation à une énergie modérée comme le Cr K α (hv=5414.7 eV), en comparaison par exemple du Ga K α (hv=9251 eV)⁴, réside dans la diminution à des niveaux raisonnables des sections efficaces d'ionisation pour les transitions depuis les niveaux de cœur 1s à symétrie sphérique, qui facilitent la quantification du fait de l'isotropie de l'émission de photoélectrons.

Nous présenterons les résultats de la quantification élémentaire des éléments majeurs (Ge, O) et mineurs (Si, K, Al, C ...) présents à des concentrations relatives différentes suivant que l'analyse est réalisée en surface du cristal ou bien en surface des joints de mâcle. L'exemple du GeO₂ permettra de pointer deux avantages-clés de l'HAXPES : d'une part, l'absence de recouvrement entre les raies O1s et les raies Auger photo-induites du Ge, permettant la détermination très fiable de l'écart à la stoechiométrie dans l'oxyde et le joint de mâcle ; d'autre part, l'exaltation d'intensité des transitions 1s à haute énergie de liaison pour certains éléments léger d'intérêt (Fig. 1), et accessible de façon unique avec l'excitation Cr K α .

Figure 1. Eléments du tableau périodique dont la transition photoélectrique 1s est exaltée lors d'une expérience de photoémission haute-énergie avec excitation Cr K α (5414.7 eV).



Références

1. Kalha, C. *et al.*, *J. Phys. Condens. Matter*, **2021**, 33, 233001.
2. Renault O. *et al.*, *Faraday Discuss.*, **2022**, 236, 288-310.
3. Artyushkova, K. *et al.*, *J. Vac. Sci. Technol. A*, **2024**, 42, 052801.
4. Regoutz A. *et al.*, *Rev. Sci. Instrum.*, **2018**, 89, 073105.
5. Peña A. *et al.*, *Opt. Mater.*, **2025**, 164, 117042.

Remerciements

Ce travail, réalisé en partie sur la Plate-Forme de Nano-Characterisation (PFNC), a bénéficié d'un financement gouvernemental géré par l'Agence Nationale de la Recherche dans le cadre des programmes « Recherche Technologique de Base » et France 2030 (ANR-22-PEEL-0014). La croissance des cristaux a bénéficié d'un financement gouvernemental géré par l'Agence Nationale de la Recherche dans le cadre du projet OVERHEAT (21-CE08-0017).



Dépôt hybride par plasma Ar de films nanocomposites ZnO/carbone : Caractérisations structurale et optique

Michel Feron,^{1,2} Julien Chevet,³ Vincent Collière,¹ Patrice Raynaud,² Antoine Goulet,³ Agnès Granier,³ Nicolas Gautier,³ Nadjiib Remmouche,³ Richard Clergereaux,² Mireille Richard-Plouet,³ and Myrtil L. Kahn,²

¹- Laboratoire de Chimie de Coordination (LCC), CNRS UPR 8241, 31077 Toulouse, France

²- Laboratoire Plasma et Conversion d'Energie (LAPLACE), Université de Toulouse, 31062 Toulouse, France

³- Nantes Université, CNRS, Institut des Matériaux de Nantes Jean Rouxel (IMN), F-44000 Nantes, France

*Contact: mireille.richard@cnrs-imn.fr

Résumé

Les nanocomposites (NC) suscitent un grand intérêt, en raison de la gamme croissante de nouvelles propriétés qui sont découvertes. Comme ces matériaux composites présentent des interfaces améliorées par rapport à leurs constituants d'origine, le rapport surface/volume est un facteur clé pour contrôler leurs propriétés. Une motivation supplémentaire provient du fait que les propriétés physiques des matériaux sont également contrôlées par des phénomènes dont les dimensions critiques correspondent à l'échelle nanométrique. Cependant, l'un des principaux défis consiste à développer des procédés adaptés pour déposer des films de NC polyvalents capables de répondre aux exigences des applications. Ainsi, un procédé offrant la liberté de choisir la nature des nanoparticules (NP) et de contrôler séparément le dépôt de la matrice présente un grand intérêt.

Pour garantir la stabilité, la protection de ces nanoparticules (NP) tout en préservant leur photoluminescence, elles doivent être intégrées dans une matrice adaptée offrant une stabilité chimique. Dans ces revêtements nanocomposites, les objectifs principaux incluent le contrôle de la dispersion des NP, l'optimisation du procédé de dépôt, ainsi que l'étude de l'impact des conditions de traitement sur les défauts des NP.

Des films minces de NC sont ainsi préparés par un procédé hybride combinant l'injection, à basse pression, d'une solution colloïdale formant un aérosol, tandis que le solvant contribue à former une matrice carbonée lorsque le gaz utilisé pour le plasma est l'argon. Ce procédé repose donc sur l'utilisation d'un plasma brumeux.

Dans ce travail, le revêtement résultant présente une structure multicouche ZnO/carbone qui a été caractérisée par XPS et S/TEM. L'étude met en évidence une photoluminescence des NP incorporées dans le visible qui est fortement impactée lorsque la photoluminescence est mesurée sous vide (décalage du signal et diminution de son intensité). Après remise à l'air, le signal de photoluminescence retrouve sensiblement son allure initiale (intensité moindre). Comme il est possible de cycler entre la pression ambiante et sous vide, ces films peuvent permettre d'envisager des applications dans les dispositifs d'éclairage, les technologies d'affichage ou les capteurs.

Remerciements

Remerciements au CNRS, à l'Université de Montréal et à Nantes Université pour leur soutien financier grâce à leurs contributions au Réseau International de Recherche sur les Nanomatériaux Multifonctionnels Contrôlés, ainsi qu'à l'Agence Nationale de la Recherche (ANR) pour son financement dans le cadre du projet LuMINA (ANR-21-CE08-0011), et à la Région Pays de la Loire pour son soutien via le dispositif « Trajectoire Nationale », TN_2022_AAPG_LUMINA_CNRS_154948. Les mesures XPS et S/TEM ont été réalisées sur la plateforme de caractérisation de l'IMN, PLASSMAT, à Nantes, France



Etude de stabilité de polymères polydentates greffés sur surface d'or

Thomas SMAGGHE^{*a}, Stéphanie DEVILLE-FOILLARD^b et Anouk GALTAYRIES^a

^a Institut de Recherche de Chimie Paris, UMR CNRS 8247 - Chimie ParisTech-PSL, Université PSL, Paris

^b Institut de Chimie des Substances Naturelles, UPR CNRS 2301, Gif-sur-Yvette

*Contact : thomas.smagghe@chimieparistech.psl.eu

Résumé

Les nanoparticules d'or montrent un fort potentiel pour des applications biomédicales, en particulier dans les domaines de l'imagerie et de la thérapie¹. Cependant leurs utilisations impliquent de les fonctionnaliser pour les rendre stables en solution et anti-adhésives aux composants du milieu biologique comme la cystéine, et le glutathion, présentant des fonctions thiols qui entrent en compétition pour se lier à la surface de l'or.

Dans ce contexte, nous travaillons sur des polymères polydentates (cycliques et linéaires), alternatives à la fonctionnalisation de surface de référence, le thiol-polyéthylène glycol (HS-PEG). Les polymères polydentates développés sont conçus avec quatre fonctions d'accroche et six ou sept fonctions anti-adhésives, afin d'améliorer leur stabilité face aux composés thiolés des milieux biologiques ainsi que leur effet anti-adhésif. La fonction d'accroche à la surface d'or est le dithiolane (TA) et la fonction anti-adhésive est la polysarcosine (pSar). Les polymères utilisés dans ce travail ont la particularité d'être monodisperses, avec une structure parfaitement contrôlée.

Nous avons étudié l'adsorption et la stabilité de nos polymères en compétition avec le dithiothréitol (DTT) par QCM-D, XPS et ToF-SIMS.

Le suivi du greffage par QCM-D et les analyses XPS ont mis en évidence la formation systématique d'une couche de polymère sur l'or dont la quantité déposée varie en fonction des conditions. Cette couche est composée de polymères liés à l'or de manière covalente et d'un édifice multicouche plus ou moins développé. En solubilisant nos polymères dans 0,1 % de TFA, nous observons une limitation à la formation de multicouches, contrairement à l'eau ultra pure, où ces édifices multicouches ne sont pas contrôlés. Le niveau de cœur S 2p des mesures XPS nous permet d'identifier et de quantifier les liaisons thiolate (S-Au) ainsi que le soufre non lié à l'or, attribué à l'adsorption moléculaire. La spectrométrie ToF-SIMS vient renforcer la caractérisation chimique des différentes liaisons impliquant les atomes de soufre des polymères, grâce à l'analyse des fragments SH⁻ et SS⁻. Par ailleurs, la détection systématique de l'or dans les analyses XPS (Au 4f) et ToF-SIMS (ions Au₂⁻, Au₃⁻ par exemple), alors que les épaisseurs équivalentes des couches de polymères (estimées par QCM-D dans un modèle en couche continue) dépassent les profondeurs d'analyse de ces techniques, suggère que le mode de dépôt n'est pas totalement couvrant. Une étude cinétique des données QCM-D permet de corroborer le mécanisme de greffage et de comparer la vitesse d'adsorption des polymères.

La stabilité des polymères déposés sur l'or dans 0,1 % de TFA a été évaluée à différentes concentrations de DTT (0,01 M, 0,1 M et 1 M) et comparée au comportement du HS-PEG. Dans le cas des polymères linéaires, à 0,01 M de DTT, nous n'observons pas ou peu de désorption par QCM-D en comparaison à la référence HS-PEG. En revanche à 0,1 M de DTT, seul le polymère cyclique Cyc (6pSar14;4TA) présente une désorption comparable au HS-PEG, suggérant qu'il est le moins robuste. Les analyses XPS et ToF-SIMS montrent la présence de polymères polydentates résiduels sur la surface, quelle que soit la concentration de DTT, alors que le HS-PEG monodentate n'est plus détecté après 0,1 M de DTT.

Les polymères polydentates linéaires sont donc plus stables que le HS-PEG de référence et constituent une approche prometteuse pour la fonctionnalisation de surface des nanoparticules d'or pour des applications biomédicales.

Références

- (1) De Crozals, G.; Bonnet, R.; Farre, C.; Chaix, C. Nanoparticles with Multiple Properties for Biomedical Applications: A Strategic Guide. *Nano Today* **2016**, *11* (4), 435–463. <https://doi.org/10.1016/j.nantod.2016.07.002>.



Fonctionnalisation d'implants métalliques en Ti-6Al-4V : réactivité de surface et interactions biologiques

Samantha Soulé^{a*}, Malobi Seth^a, Flora Lemaire^b, Halima Kerdjoudj^b, Marius Colin^b, Laurent Weiss^c

^a LCPME UMR 7564, CNRS, Université de Lorraine, 54600, Villers-lès-Nancy, France

^b UR BIOS, Université de Reims Champagne-Ardenne, Reims 51100 France

^c LEM3 UMR 7239, CNRS, Université de Lorraine, 57073, Metz, France

*Contact : samantha.soule@univ-lorraine.fr

Résumé

Le vieillissement de la population et la croissance du nombre de maladies chroniques sont des enjeux majeurs pour la santé publique qui contribuent à la croissance et au développement de l'industrie des biomatériaux. Dans ce domaine, le développement de matériaux innovants exige une meilleure compréhension des interactions cellule-surface notamment à l'échelle nanométrique.

Les infections associées aux biomatériaux constituent un problème clinique majeur. Les micro-organismes sont souvent introduits sur la surface d'un implant au cours d'une intervention chirurgicale et commencent alors la course à la surface (the « race for the surface »¹) avant que l'intégration des tissus ne puisse avoir lieu. La biocompatibilité, les propriétés antibactériennes et la résistance à la corrosion sont des caractéristiques indispensables pour un biomatériau. Néanmoins, chacune de ces propriétés n'est pas intrinsèque à un biomatériau mais à un système : surface/ milieu/ cellule.

Dans ce travail, nous étudions la réactivité en milieu biologique de revêtements nanostructurés (nanoparticules et nanofils) à base d'oxyde de zinc (ZnO) élaborés sur des substrats 2D et 3D en alliage de titane Ti-6Al-4V. Le couplage de techniques d'analyse de surface des revêtements (MEB, XPS, Raman) avec une quantification par ICP-MS des concentrations en zinc, calcium et phosphore en solution permet de caractériser ex situ la réactivité des revêtements élaborés, après différents temps d'immersion dans un milieu de culture cellulaire.

Les revêtements de ZnO élaborés sont bioactifs avec la formation rapide (observée dès les premières heures) d'une couche de phosphate de calcium en milieu biologique. Néanmoins, la formation de cette couche diminue sensiblement l'activité antibactérienne des revêtements. Les revêtements élaborés ne sont pas cytotoxiques dans les conditions testées ; cependant, la structuration de surface sous forme de nanofils empêche l'adhésion cellulaire.

Les travaux en cours se concentrent à présent sur l'adsorption de protéines (première étape d'interaction avec la surface lors de l'implantation) ainsi que sur l'influence de cette couche sur la réactivité chimique et les interactions avec les micro-organismes et cellules eucaryotes.

Références

1. Gristina, A. G., *Science*, **1987**, 237, 1588-1595.

Advancing XPS Methodology for the Study of Electrochemical Interfaces

VALENTIN Emilie^{a*}, DOMENICHINI Bruno^a, KRYSTIANIAK Anna^a, LÓPEZ Isidoro^a

^a Laboratoire Interdisciplinaire Carnot de Bourgogne, UMR CNRS 6303, Université de Bourgogne Europe, 21000 Dijon, France

*Contact: emilie.valentin@ube.fr

Abstract

Large-scale production of clean electricity and the electrification of the transport, heating and chemical sectors are essential for decarbonizing our society. In this context, new energy conversion and storage devices like aqueous batteries and electrolyzers for H₂ production and CO₂ reduction are receiving an increasing attention.¹ In order to improve these devices, the processes taking place at the electrode/ aqueous electrolyte interface must be elucidated. To this aim, post-mortem XPS analysis of these interfaces have been traditionally carried out, however this approach does not allow for detecting reaction intermediates or surface species unstable in the absence of an electrochemical stimulus. In contrast, *operando* XPS enables to follow in real time chemical changes at the interface between the electrode and the aqueous electrolyte. Those analyses have previously been conducted but only under Near Ambient Pressure conditions (NAP-XPS). However, this technique has significant problems like the large-scale infrastructure generally needed (synchrotron) which is less accessible or a number of unresolved technical challenges.²

The instability of aqueous electrolytes under UHV conditions prevents the *operando* study of these electrode/electrolyte interfaces in conventional laboratory XPS instruments. In contrast, ionic liquids (ILs) are electrolytes with very low vapor pressures known to be stable under UHV. Indeed, they have already been used in *operando* XPS studies related to metal electrodeposition.³

In this communication, we present our efforts to exploit the stability of ILs under UHV conditions in the *operando* analysis of the electrode/water interface. Our approach consists in choosing an ionic liquid fully or partially soluble with water which also lacks oxygen atoms in its chemical structure. Therefore, we have concentrated the research on two specific IL: 1-Butyl-3-methylimidazolium tetrafluoroborate (BMIM) (Figure 1) and 1-Ethyl-3-methylimidazolium tetrafluoroborate (EMIM) (Figure 2) known to be soluble in water.

Firstly, we analyzed the surface of the two ILs by XPS and HAXPES (Hard X-ray PhotoElectron Spectroscopy) spectra using an Al K α (\approx 1486.6 eV) and a Cr K α (\approx 5417.4 eV) source, respectively.

Subsequently, we designed and built an electrochemical cell which is compatible with the main chamber of our UHV instrument (Figure 3). In order to validate the electrochemical performance of the cell, we carry out cyclic voltammetry experiments of the two ILs using both the newly developed cell and a conventional laboratory cell. The agreement between the resulting voltammograms indicates a good level of performance and reliability of the XPS electrochemical cell.

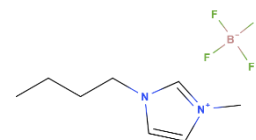


Figure 1 - Structure of BMIM

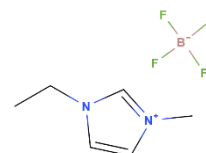


Figure 2 - Structure of EMIM

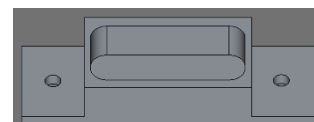


Figure 3 – New electrochemical cell

References

1. Chatenet M., Pollet B. G., Dekel D. R., Dionigi F., Deseure J, Millet P., Braatz R. D., i Martin Z. Bazant, Eikerling M., Staffell I., Balcombe P., Shao-Horn Y. and Schäfer H. . *Chem. Soc. Rev.*, **2022**, 51, 4583
2. Rotonelli B., Brige A., Oshchepkow A. G., Gallet J.J., Bournel F., Bonnefont A., Yaroslavtsev A., Shavorskiy A., Temperton R., Savinova E. R. and Asset T. . *Journal of synchrotron radiation*, **2026**, 33, 130.
3. Liu Z., Cheng J., Höfft O., Endres F. . *Metals*, **2022**, 12, 59

Electronic Structure of the Quasi-One-Dimensional Ferromagnet FePd₂Te₂

**Z. You^{a*}, M. Rosmus^a, S. Thirupathaiah^b, A. Ptok^c, F. Fortuna^a, E. Frantzeskakis^a,
 and A. F. Santander-Syro^a**

^a Université Paris-Saclay, CNRS, Institut des Sciences Moléculaires d'Orsay, Orsay 91405, France

^b Department of Condensed Matter and Materials Physics, S. N. Bose National Centre for Basic Science, Kolkata, India

^c Institute of Nuclear Physics, Polish Academy of Sciences, Kraków, Poland

*Contact: zi-yu.you@universite-paris-saclay.fr

Résumé

FePd₂Te₂ is a layered metallic ferromagnet composed of quasi-one-dimensional zigzag Fe chains and characterized by strong in-plane magnetic anisotropy¹⁻⁴. Transport measurements have revealed a large anomalous Hall effect (AHE) and a significant anomalous Nernst effect (ANE), suggesting large Berry curvature in the electronic structure². The material also exhibits a large Sommerfeld coefficient, indicative of substantial electronic correlations.

The first experimental measurement of the electronic structure of FePd₂Te₂ has only appeared very recently⁵. Our group has so far obtained an extensive and high-quality dataset on the energy-momentum dispersion of FePd₂Te₂ using ARPES (angle-resolved photoemission spectroscopy). According to the first principles calculations performed by our collaborator, the electronic structure exhibits spin-polarized features dominated by the 1D Fe chains. Our preliminary experimental results also show dispersions consistent with these predictions. Altogether, our work will contribute to a deeper understanding of the singular properties of FePd₂Te₂ and pave the way for its future thermoelectric and spintronic applications.

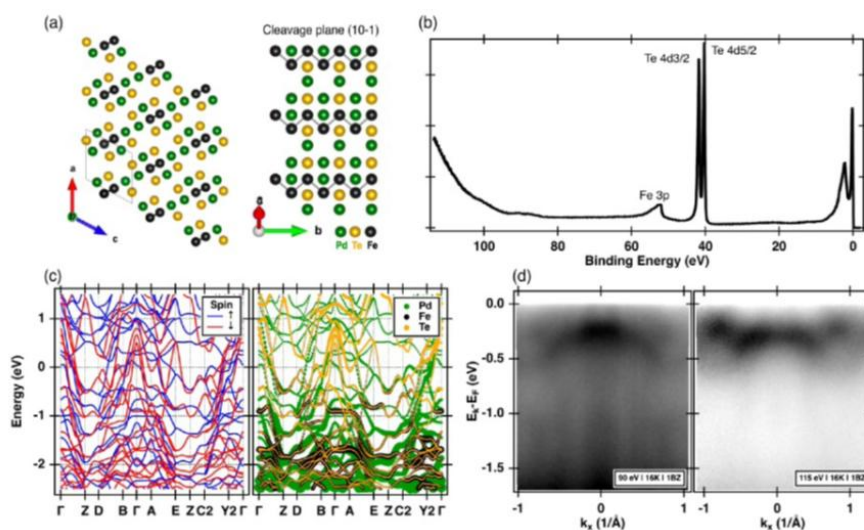


Figure 1. (a) Crystal structure of FePd₂Te₂ with quasi-1D Fe chains and cleavage plane. (b) XPS spectrum confirming the composition. (c) Spin-polarized and orbital-projected band structure from calculations. (d) Preliminary ARPES dispersions at 90 eV and 115 eV.

References

1. B. Shi *et al.*, J. Am. Chem. Soc. **146**, 21546 (2024).
2. Y. Z. Li *et al.*, Solid State Sci. **168**, 108044 (2025).
3. H. Wang *et al.*, APL Mater. **13**, 111117 (2025).
4. H. Yang *et al.*, Phys. Rev. Materials **9**, 124406 (2025).
5. P. Ding *et al.*, Phys. Rev. B **113**, 075151 (2026).

Acknowledgements:

We thank F. Bertran and C. Bigi for their support during our experiments at the CASSIOPEE beamline of SOLEIL synchrotron.

Physico-chimie de films $\text{Co}_x\text{Fe}_{1-x}$ élaborés sous plasma azote

Antoine Zander^{a*}, Philippe Ohresser^b, Pâmella Vasconcelos^c, Antoine Barbier^a

^a Université Paris-Saclay, CEA, CNRS, SPEC, 91191 Gif-sur-Yvette, France

^b Synchrotron SOLEIL, BP 48, L'Orme des Merisiers, 91192 Gif-sur-Yvette Cedex, France

^c Université Paris-Saclay, CEA, Service de recherche en Corrosion et Comportement des Matériaux, 91191 Gif-Sur-Yvette, France

*Contact : antoine.zander@cea.fr

Résumé

La recherche de matériaux multifonctionnels, innovants et à impact environnemental faible trouve tout sa place dans une démarche d'un monde plus durable. C'est dans ce contexte que les matériaux multiferroïques trouvent leur pertinence. Un matériau multiferroïque est un matériau qui possède au moins deux ordres ferroïques tels que la ferroélectricité, le ferromagnétisme ou la ferroélasticité. Ces matériaux trouvent leur place dans des domaines tels que la spintronique ou encore les mémoires à faible consommation électrique. Toutefois, ces matériaux sont rares, c'est pourquoi la réalisation de matériaux multiferroïques hybrides est envisagée.

Dans le cadre de cette étude, nous élaborons des oxynitrides hybrides multiferroïques en films minces par épitaxie par jets moléculaires assistée par plasma atomique (PA-MBE). Si les oxydes multiferroïques hybrides ont déjà été étudiés par le passé [1], nous cherchons ici à améliorer les propriétés physiques en insérant de l'azote dans les films minces. Après avoir dopé en azote la couche ferroélectrique [2], nous nous intéressons ici à la modification de la couche de ferromagnétique. L'objectif est donc de faire l'étude complète de l'oxyde jusqu'au nitride et ainsi développer des nouveaux matériaux innovants.

Les dépôts de tels films sont réalisés par PA-MBE dans un bâti sous ultraviolet connecté à une chambre équipée d'un analyseur de photoémission (XPS). Cela permet de procéder à une caractérisation chimique *in situ* pour déterminer la stœchiométrie de nos films minces après dépôt.

Nous avons examiné la croissance des couches de mélange cobalt-fer en fonction de la température d'élaboration et sous plasma d'azote atomique. Le substrat est un oxyde de $\text{SrTiO}_3(001)$. La caractérisation par XPS (Figure 1) montre une non inclusion de l'azote pour les films déposés à haute température, l'incorporation préférentielle d'oxygène provenant du substrat à température intermédiaire et enfin une nitruration pour les températures les plus basses. Des mesures de dichroïsme magnétique circulaire (XMCD) ont été également réalisées sur ces films minces (ligne DEIMOS à synchrotron SOLEIL). Ces mesures nous renseignent sur l'état d'oxydation de nos films, mais également sur les propriétés magnétiques de chaque cation.

La caractérisation par XPS joue donc un rôle crucial dans le suivi des croissances successives. Cela permet d'ajuster les paramètres afin de tendre vers l'épitaxie d'un film mince d'oxynitride ferromagnétique.

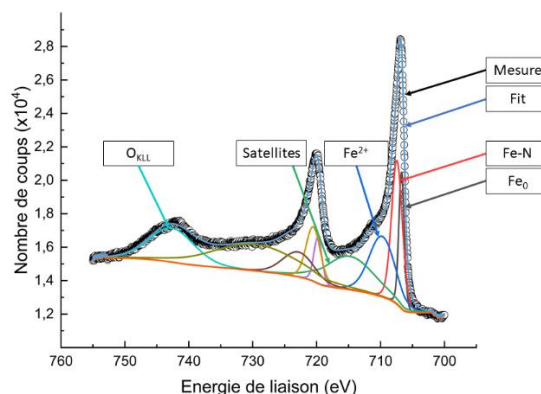


Figure 1 : Spectre XPS de la région du Fe 2p pour un oxynitride réalisé avec une source Mg Ka.

Références

[1] Thomas Aghavnian. Couplages magnéto-électriques dans le système multiferroïque artificiel : $\text{BaTiO}_3 / \text{CoFe}_2\text{O}_4$. Science des matériaux [cond-mat.mtrl-sci]. Université Paris Saclay (COMUE), 2016. Français. NNT : 2016SACLS310.

[2] Céline Blaess. Films minces d'oxynitrides multiferroïques pour une opto-spintronique intégrée. Science des matériaux [cond-mat.mtrl-sci]. Université Paris-Saclay, 2024. Français. NNT : 2024UPASP047.