

ESPECTROMETRO PARA LA DETECCION DE ESTRUCTURA FINA EN ESPECTROSCOPIA DE UMBRAL DE IONIZACION

J.L. del Barco y R.H. Buitrago
INTEC, Güemes 3450, 3000 Santa Fe

Se describe el diseño y construcción de un espectrómetro para la detección de la estructura fina en AEAPS (Auger Electron Appearance Potential Spectroscopy). Se dan los detalles correspondientes al diseño del cañón de electrones, su fuente de alimentación y al conversor corriente-tensión utilizado para detectar la señal. Se realiza una descripción de la configuración del espectrómetro y mediante la medición de espectros de hierro policristalino se analiza su desempeño.

1. INTRODUCCION

La Espectroscopía de Umbral de Ionización por Emisión de Electrones Secundarios, conocida como AEAPS (Augere Electron Appearance Potential Spectroscopy)¹ es una técnica capaz de suministrar información cualitativa y cuantitativa sobre los elementos presentes en la superficie de un sólido, su estado de valencia, la densidad de estados electrónicos desocupados y sobre la estructura geométrica.

Se basa en la medida del súbito cambio en la emisión de electrones secundarios originados por electrones Auger, que aparece cuando la energía de un haz de electrones incidente sobre la muestra alcanza el valor necesario para la excitación de un cierto nivel atómico interno.

Desde hace unos años, esta técnica ha vuelto a ser tomada en consideración, a partir que se mostró¹ que AEAPS podía suministrar información estructural relativa a la superficie a través de un fenómeno análogo al de EXAFS (Extended X-ray Absorption Fine Structure)², midiendo la derivada de la corriente de electrones secundarios en función de la energía incidente que se extiende hacia las mayores energías de un umbral de ionización, denominada estructura fina.

AEAPS es, entre las espectroscopías de umbral de ionización, la de mayor sencillez instrumental, a pesar de ello, hasta el momento no existe oferta de equipos comerciales.

Ha sido olvidada durante mucho tiempo, tal vez por su dispar sensibilidad a los distintos elementos de la tabla periódica y a la interferencia que en sus espectros origina la difracción electrónica. Pero su sencillez instrumental y el bajo costo del equipamiento requerido son motivos suficientes para tratar de salvar dichas dificultades.

2. ESPECTROMETRO

El dispositivo propuesto es de muy bajo costo relativo, un orden de magnitud cuando se lo compara con los equipos comerciales de análisis de superficies y de gran sencillez constructiva. Puede construirse con los elementos disponibles en un laboratorio de física. Constituye una muy buena alternativa para el estudio de problemas superficiales cuando no se dispone de recursos como para acceder a equipos comerciales de análisis de superficies.

En el diseño del espectrómetro se tuvo en cuenta que éste debía ser capaz de brindar espectros de una buena relación señal-ruido y, a la vez, permitir la medición en el menor tiempo posible, lo suficiente como para hacer factible la realización de estudios donde la muestra evolucionara en el tiempo. Como otra aplicación importante del espectrómetro la constituye su incorporación a un equipo comercial de análisis con el objeto de complementar la información brindada por distintas técnicas, se seleccionó como cámara de vacío para su instalación, la cámara de UHV (Ultra High Vacuum) de un equipo de AES (Auger Electron Spectroscopy)², lo que además de brindar las condiciones de UHV permite aprovechar sus facilidades instaladas, por ejemplo: manipulador, portamuestras y cañón de iones destinado a la limpieza de muestras.

AEAPS, como fuente de excitación primaria requiere de un haz de electrones que varíe su energía, de manera que se diseñó y construyó un cañón de electrones que pudiera suministrar una corriente de 100 μ A sin mayores variaciones en el rango de 500 eV a 3.000 eV, permitiera la utilización de otras técnicas de análisis de superficie sin modificar la posición de la muestra, perturbara lo menos posible a los otros dispositivos instalados en la cámara y evi-

tara el calentamiento producido por la radiación del filamento. Como emisor de electrones se seleccionó un filamento de tungsteno toriado y para su aceleración se adoptó la configuración de Pierce³. Después del ánodo se incorporó un sistema de lentes *einzel*³ para enfocar el haz sobre la muestra.

El cañón de electrones se construyó utilizando acero inoxidable 304 para lentes, soportes y blindajes, por sus características no magnéticas y facilidad para obtener superficies adecuadas para UHV y como material de aislación eléctrica se utilizó porcelana, por su baja porosidad, alta resistividad eléctrica y mantenimiento de sus características con la alta temperatura. Las lentes se construyeron en forma de discos de 0,5 mm de espesor y con un borde de 4 mm donde se realizaron cuatro perforaciones destinadas a sujetarlas mediante tornillos. Los tornillos fueron aislados mediante "pasachapas" de porcelana. El filamento fue montado sobre una base de porcelana para proveerle rigidez a los alambres de conexión, que a su vez se conectaron a los conductores destinados a suministrar la corriente de calefacción utilizando dos pequeños cilindros provistos de tornillos "prisioneros". Los cilindros de conexión fueron montados sobre un disco de porcelana, ubicado en el extremo de un cilindro cuyo otro extremo fue roscado, de manera que este cilindro se introduzca en otro cilindro con rosca interior que constituye el *wehnealt*³. Esta disposición permite ajustar el centrado y aproximación del filamento respecto del orificio del *wehnealt*.

El cañón fue instalado sobre una brida provista de pasantes eléctricos colocada sobre un fuelle de acero inoxidable para permitir su desplazamiento respecto del tubo de entrada a la cámara de vacío y para lograr de esta manera hacer incidir el haz de electrones sobre un punto de la muestra coincidente con el punto de trabajo de los otros dispositivos de análisis instalados en la cámara.

Para suministrar el potencial de aceleración de los electrones del cañón se utilizó una fuente de alimentación de laboratorio con tensión de salida controlable por medio de una señal de baja tensión. Para suministrar el potencial requerido por el *wehnealt* y la lente central del sistema *einzel*s se utilizó un divisor de tensión contruido con resistencias y potenciómetros comerciales de alambre. La alimentación de corriente de calefacción de filamento se realizó utilizando un circuito de control alimentado por un acumulador de plomo-ácido de 12 V flotante a la tensión de aceleración.

El seguimiento del cambio en la emisión de electrones secundarios se realizó a través de la medida de la variación de la corriente en la muestra. Como este cambio es pequeño cuando se cruza con la

excitación primaria el umbral de ionización (alrededor del 1% de la emisión total de electrones secundarios), para detectarlos se utilizó una técnica de derivación instrumental de la señal⁴, que consiste en sumar una pequeña tensión sinusoidal de modulación a la tensión de aceleración a través de un transformador en serie y detectar la componente alterna de la corriente en la muestra.

Para detectar la componente alterna tradicionalmente se utiliza un circuito resonante LC como filtro de entrada a un amplificador *lock-in*⁴, que presenta el inconveniente de la dependencia del factor de calidad con las condiciones de operación del cañón. Para eliminar este problema se incorporó un amplificador operacional de alta impedancia de entrada conectando el circuito LC en su realimentación. Esta disposición tiene la ventaja de permitir obtener un alto factor de calidad en el circuito resonante al eliminar el efecto del cañón de electrones, pero tiene el inconveniente que la frecuencia de trabajo está determinada por la estabilidad del circuito. No obstante, con una adecuada selección y disposición de los componentes del circuito⁵, es posible obtener un dispositivo con funcionamiento estable para una frecuencia que disminuya los efectos del ruido.

El espectrómetro fue armado tratando de utilizar los equipos disponibles en el laboratorio, fig. 1, sólo se construyeron especialmente la fuente de control del cañón y el conversor corriente-tensión. Mediante el sistema de adquisición se obtuvieron las lecturas de los voltímetros conectados a la fuente del cañón y a la salida del amplificador *lock-in*; además, se controló el disparo del generador de rampa, que a su vez controla la fuente de alta tensión.

3. CONCLUSIONES

Los ensayos del comportamiento del espectrómetro se realizaron utilizando una muestra de hierro policristalino de alta pureza. La fig. 2 muestra

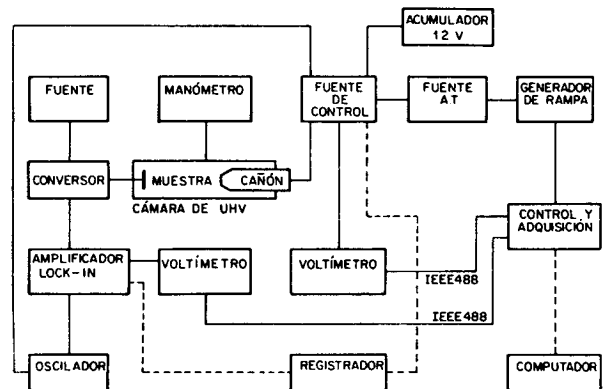


Fig. 1: Configuración del Espectrómetro.

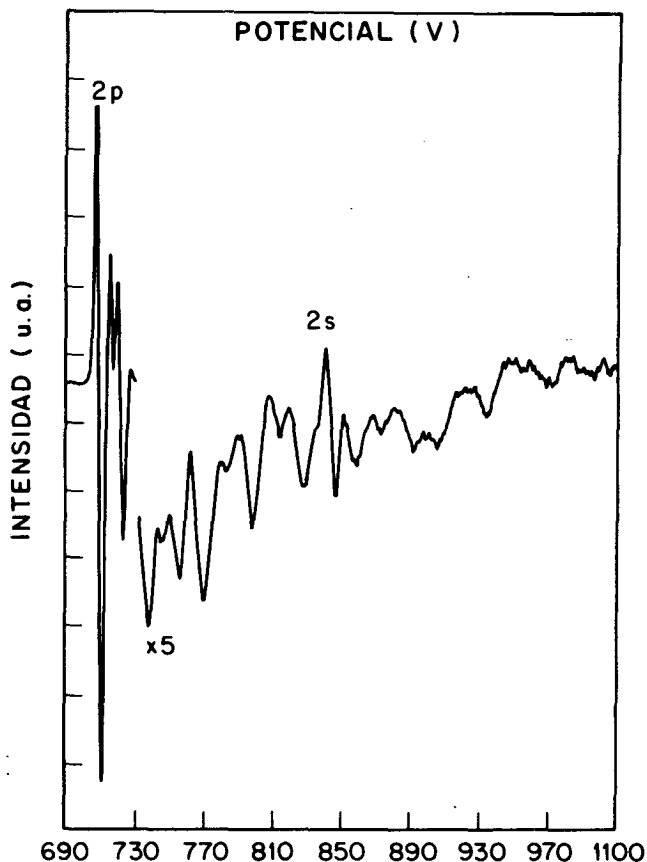


Fig.2: Espectro correspondiente a hierro policristalino.

un espectro obtenido para el hierro policristalino donde pueden observarse los picos correspondientes a los niveles $2p_{3/2}$, $2p_{1/2}$ y la estructura fina a partir de ellos sobre la que se destaca el pico $2s_{1/2}$. Este espectro es coincidente con el obtenido por Elam⁶ para el mismo tipo de muestra, pero el tiempo necesario para su medición fue de alrededor de cuatro veces menor. Este resultado elimina una de las limitaciones que presentaba la técnica, haciendo posible la realización de estudios donde la muestra evoluciona en el tiempo, por ejemplo: las etapas de un proceso de oxidación⁷,

La calidad de los espectros obtenidos fue determinada fundamentalmente por el excelente desempeño del convertor corriente-tensión basado en la conexión poco usual de un circuito resonante LC en la realimentación de un amplificador operacional.

4. AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen al Dr. Julio Ferron sus comentarios y discusiones durante la realización de este trabajo y al CONICET la financiación a través del PID 9056/07.

5. REFERENCIAS

1. Chopra y A.R. Chourasia, *Scan. Micros.*, 2, 677, (1988).
2. G. Ertl y J. Küppers, *Low Energy Electrons and Surface Chemistry*, (VCH Publishers, Weinheim, 1985).
3. J.A. Simpson en *Methods of Experimental Physics*, Vol.4A, editado por V.W. Hughes y H.L. Schultz, (Academic Press, New York, 1970).
4. J.E. Houston, R.L. Park, *Rev. Sci. Ins.*, 43, 1437, (1972).
5. J.L. del Barco y R. H. Buitrago en *Lectures on Surface Science*, editado por G.R. Castro y M. Cardona, (Springer-Verlag, Berlin 1987), pág. 269.
6. W. T. Elam, *Extended Appearance Potential Fine Structure Analysis of Titanium, Vanadium and Iron Surfaces*, PhD. Dissertation, (University of Maryland, College Park, U.S.A., 1979).
7. J.L. del Barco y R. H. Buitrago, en *Thin Films and Small Particles*, editado por M. Cardona y J. Giraldo, (World Scientific, Singapore, 1989), pág. 311.