

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-

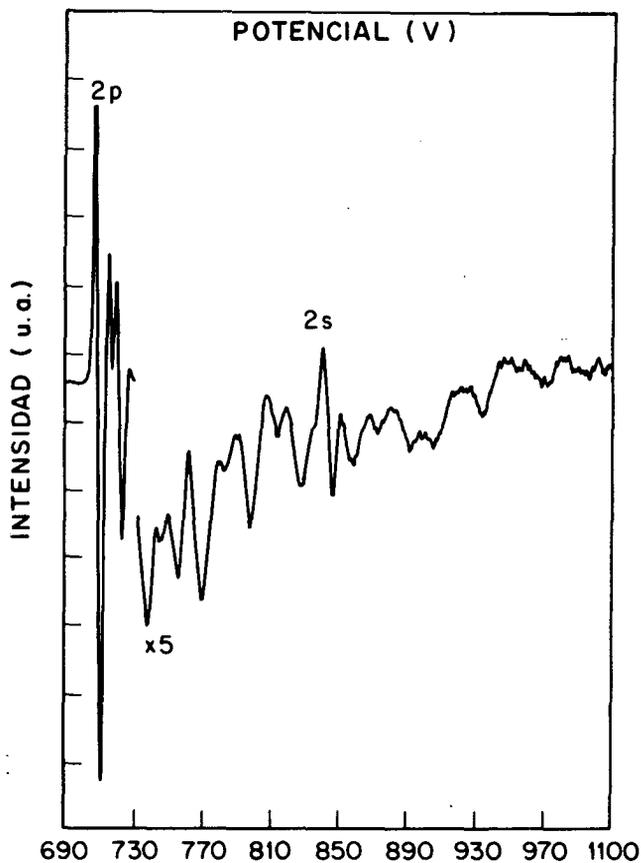


Fig.2: Espectro correspondiente a hierro policristalino.

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. Chopray 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 19887), 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.