

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ЭЛЕКТРОННОГО ПУЧКА ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ АТОМАРНО-ЧИСТОЙ ПОВЕРХНОСТИ ЦЕЗИЯ

© 2019 г. О. Г. Ашхотов^{а,*}, И. Б. Ашхотова^а

^а Кабардино-Балкарский государственный университет им. Х.М. Бербекова,
Институт информатики, электроники и компьютерных технологий
Россия, 360004, Нальчик, ул. Чернышевского, 173

*e-mail: oandi@rambler.ru

Поступила в редакцию 24.03.2019 г.

После доработки 29.03.2019 г.

Принята к публикации 07.04.2019 г.

Рассмотрены проблемы, связанные с приготовлением и загрузкой образца цезия в рабочую камеру спектрометра поверхности. Показано, что использование специальных устройств для отбора и хранения химически активных проб в инертной криогенной среде позволяет получить образец без видимых примесных слоев. Проанализированы источники примесей и рассмотрены особенности получения атомарно-чистой поверхности цезия. Отмечается, что лучшим способом получения чистой поверхности цезия является электронная бомбардировка в течение нескольких секунд.

DOI: 10.1134/S0032816219050148

Исследование поверхности (измерение работы выхода электрона, поверхностного натяжения, спектроскопия и др.) щелочных и других химически активных металлов в твердом и жидком состояниях требует преодоления ряда трудностей, отсутствующих при изучении других металлов: отбор из заготовки, приготовление и хранение образца, его загрузка в вакуумную камеру и очистка поверхности [1].

В данной работе рассмотрим перечисленные операции на примере оже-спектроскопического анализа поверхности цезия.

В литературе известны способы приготовления, хранения и транспортировки активных веществ, например, в керосине, под слоем масла, в откачанных ампулах и т.д. Такие способы не позволяют полностью защитить поверхность образца от загрязнений при контакте с окружающим пространством, особенно при длительном хранении и транспортировке. К недостаткам этих способов, помимо прочих, можно отнести и то, что при приготовлении и хранении образец касается внутренних стенок контейнера, что непременно приводит к поверхностным загрязнениям.

Наиболее подходящим способом в нашем случае является приготовление образца в инертной криогенной среде, которая замедляет скорости реакций. Например, взаимодействие кислорода воздуха с исследуемым металлом снижается в $3 \cdot 10^{14}$ раз. Однако при длительных манипуляциях с охлажденным до криогенной температуры образцом на его по-

верхности образуется тонкий слой (до сотен микрометров) намораживаемых газов (углекислого газа, паров воды и т.п.), который при размораживании во время загрузки в сверхвысоковакуумную камеру может успеть прореагировать с поверхностью образца. При хранении же и транспортировке пробы в криогенной жидкости неизбежно попадание замороженных паров воды и газов в контейнер и замерзание их на образец с последующим загрязнением поверхностных слоев из-за диффузии.

Исключить перечисленные проблемы можно, если использовать устройства [2, 3], разработанные для отбора и приготовления в жидком азоте образцов щелочных и других химически активных металлов. В данной работе использование указанных устройств позволило приготовить образец в виде лежащей на твердой подложке капли из цезия (99.95 ат. %) и загрузить его в камеру спектрометра без видимых поверхностных загрязнений.

Загрузка образца осуществлялась через систему шлюзования (рис. 1). Чтобы исключить контакт с атмосферой, образец извлекался из устройства приготовления и устанавливался в камеру шлюза при непрерывной обдувке аргоном, после чего система герметизировалась и откачивалась. Вся процедура загрузки занимала 20–30 с.

Исследуемый металл размещался в рабочей камере спектрометра (рис. 1) в твердом состоянии на подложке из графита, на которой после плавления формировался образец в виде лежа-

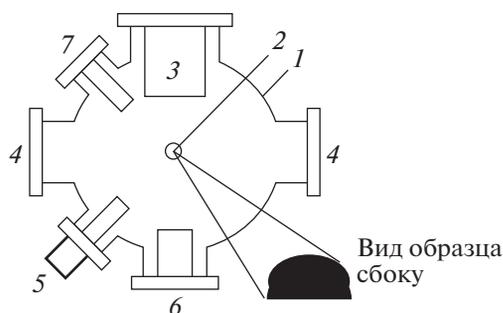


Рис. 1. Схема экспериментальной установки (вид сверху). 1 – сверхвысоковакуумная камера; 2 – образец; 3 – энергоанализатор заряженных частиц “цилиндрическое зеркало” с коаксиально встроенной электронной пушкой; 4 – смотровые окна; 5 – система шлюзования; 6 – датчик масс-спектрометра; 7 – ионная пушка.

шей капли с максимальным диаметром, что позволило проводить эксперименты как в твердом, так и в жидком состоянии. Подложка, в свою очередь, крепилась на держателе образца, имеющем четыре степени свободы.

При регистрации оже-спектров зондирование электронным пучком проводилось на максимальном диаметре, так как сдвиг пучка электронов вверх или вниз от плоскости максимального диаметра приводил к значительному уменьшению тока вторичной эмиссии на коллекторе энергоанализатора заряженных частиц.

После загрузки образца в сверхвысоковакуумную камеру спектрометра до начала экспериментов необходимо получить атомарно-чистую поверхность. Эффективной очистки поверхности можно добиться, если известны источники загрязнений. Для образцов в твердом состоянии, если используются компоненты с объемным содержанием примесей менее 0.0001 ат. %, основным источником загрязнений поверхности является только окружающая среда (в нашем случае – остаточный газ рабочей камеры спектрометра). В экспериментах с жидкими металлами даже для высокочистых компонент источниками могут быть и объемные слои образца из-за возрастания растворимости некоторых поверхностно-активных примесей.

Следует отметить, что очистка поверхностей жидких металлов имеет и другие особенности. Во-первых, скорость диффузии примесей из объема к поверхности гораздо выше, что затрудняет процесс очистки поверхности образца. Во-вторых, из-за относительно высокой активности поверхности расплавленного металла процессы хемосорбции идут более интенсивно, что предъявляет повышенные требования к чистоте рабочей камеры и подложки.

Как известно, техника сверхвысокого вакуума (10^{-7} – 10^{-8} Па) гарантирует, что поверхность не

будет подвержена влиянию атомов и молекул из окружающей среды обычно в пределах одного часа. Тем не менее, для изучения свойств поверхностей необходимо обладать возможностями их очистки в вакуумной системе до уровня не более нескольких процентов от атомного слоя частиц, не входящих в состав исследуемого объекта.

Известно, что для достижения такого состояния при очистке *in situ* используются следующие основные способы: скол, длительный высокотемпературный прогрев, кратковременная температурная flash-обработка поверхности, химическая или механическая обработка, ионная бомбардировка (обычно ионами инертных газов) [4]. Анализ литературы показал, что в нашем случае наиболее подходящим методом для поликристаллических образцов из перечисленных является ионная бомбардировка. Поэтому в работе вначале использовали ионный источник, обеспечивающий пучок Ag^+ с энергией $E_p = 50$ – 1000 эВ и плотностью тока 5 мкА/мм².

Очистку поверхности образца можно проводить как в жидком, так и в твердом состояниях. Но в последнем случае необходимо учитывать, что поверхность объекта исследования очищается лишь частично (участок 5–10% от всей поверхности) и плавление приводит к равномерному “размазыванию” поверхностно-активных примесей по всей поверхности, поэтому полная очистка может быть обеспечена многократными циклами “кристаллизация–ионная обработка–плавление”. Наши эксперименты показали, что очистка поверхности цезия бомбардировкой ионами аргона (500 – 1000 эВ, 5 мкА/мм²) оказалась недостаточно эффективной (рис. 2, спектр 1).

В литературе описан эффект электронно-стимулированной десорбции, заключающийся в диссоциации нейтральных и положительно заряженных частиц из поверхностного слоя щелочно-галогенидных кристаллов и высших окислов [5]. Нами были проведены эксперименты по изучению влияния электронного облучения на состояние поверхности цезия. Оказалось, что для Cs также наблюдается эффект электронно-стимулированной десорбции, причем лучшие результаты были достигнуты при использовании электронного пучка с параметрами $E_p = 1000$ эВ, 50 мкА/мм². При таком способе очистки на поверхности жидкого металла через 5–10 с облучения не фиксировались оже-пики углерода, а концентрация атомов кислорода составляла <1 ат. % (рис. 2, спектр 2).

Механизмы очистки поверхности при воздействии заряженными частицами (ионы, электроны) можно объяснить следующим образом. При бомбардировке поверхности ионами инертных газов падающая частица (например, ион аргона) сталкивается с атомами материала и при этом передает им свою энергию. Если передаваемая



Рис. 2. Оже-спектры поверхности Cs до (спектр 1) и после очистки (спектр 2) поверхности электронной бомбардировкой ($E_p = 1000$ эВ, 50 мкА/мм², 20 с).

энергия больше энергии связи атома на поверхности, то он выбивается из своего равновесного положения.

Для электронов с энергиями 10 – 1000 эВ из-за значительного различия масс электронов и атомов прямое выбивание химически адсорбированных частиц наблюдаться не будет. Здесь основное значение имеют электронные возбуждения, обусловленные неупругими взаимодействиями первичных электронов и адсорбированных частиц, приводящие к межатомным и внутриатомным оже-переходам (рис. 3), в результате которых происходит многократная ионизация анионной компоненты с последующим ее выбросом с поверхности в результате кулоновского взрыва. Де-

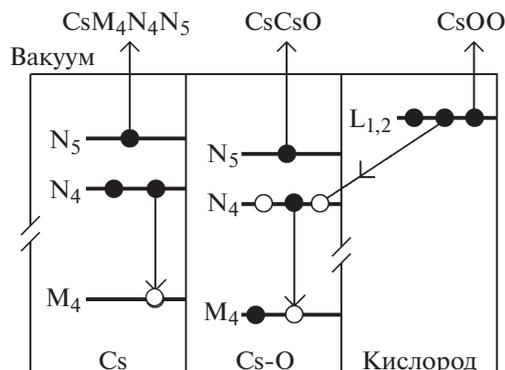


Рис. 3. Схемы возможных внутриатомных (в эмиссии оже-электрона участвуют только электроны Cs – M₄, N₄) и межатомных (в эмиссии оже-электрона участвуют электроны цезия – M₄, N₄ и кислорода L_{1,2}) оже-переходов на поверхности цезия.

сорбция за счет подобного оже-распада вакансий на остовных (внутренних) уровнях катионов может происходить лишь в случае, если все валентные электроны катионов находятся на анионах, т.е. для соединений с максимальной валентностью [5], что соответствует ситуации на поверхности цезия.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Алчагиров Б.Б., Афаунова Л.Х., Дышекowa Ф.Ф., Архестов Р.Х. // Журн. техн. физики. 2015. Т. 85. № 2. С. 135.
2. Шериев В.Х., Аиухотов О.Г. А.с. № 1626114 СССР // Б.И. 1991. № 5. С. 313.
3. Шериев В.Х., Аиухотов О.Г. А.с. № 1786383 СССР // Б.И. 1993. № 1. С. 46.
4. Вудраф Д., Делчар Т. Современные методы исследования поверхности. М.: Мир, 1989.
5. Никитин В.В. Электронно-стимулированные процессы в твердых телах. Орск: ОГТИ, 2005.