Réalisation d'un ensemble expérimental pour l'étude d'une surface d'halogénure alcalin par spectroscopie d'électrons lents

J. Bandet, L. Touzillier

► To cite this version:

J. Bandet, L. Touzillier. Réalisation d'un ensemble expérimental pour l'étude d'une surface d'halogénure alcalin par spectroscopie d'électrons lents. *Revue de Physique Appliquée*, 1974, 9 (3), pp.551-555. 10.1051/rphysap:0197400903055100 . jpa-00243817

HAL Id: jpa-00243817

<https://hal.science/jpa-00243817>

Submitted on 1 Jan 1974

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Classification
Physics Abstracts
0.674

RÉALISATION D'UN ENSEMBLE EXPÉRIMENTAL POUR L'ÉTUDE D'UNE SURFACE D'HALOGÉNURE ALCALIN PAR SPECTROSCOPIE D'ÉLECTRONS LENTS

J. BANDET et L. TOUZILLIER

Laboratoire de Physique Expérimentale
Université Paul-Sabatier
118, route de Narbonne, 31 Toulouse, France

(Reçu le 14 décembre 1973, révisé le 14 janvier 1974)

Résumé. — Nous présentons un ensemble expérimental destiné à l'étude des surfaces par spectroscopie d'électrons lents.

Les électrons diffusés élastiquement et inélastiquement peuvent être analysés en fonction de leur angle et de leur énergie.

Nous avons utilisé cet appareil pour mesurer la distribution angulaire d'un pic de Bragg et d'une perte associée à un centre coloré F, pour un échantillon de chlorure de sodium.

Abstract. — An apparatus suitable for studying surfaces by low energy electron spectroscopy is discussed. Elastic and inelastic scattered electron beams can be measured as a function of angular position and energy.

This device has been used to obtain the angular distribution of a Bragg peak and of the loss on an F colour center for a sodium chloride sample.

1. Introduction. — Les électrons de basse énergie, c'est-à-dire dont le spectre énergétique s'étend de quelques électrons-volts à quelques centaines d'électrons-volts, présentent un grand intérêt pour l'étude des surfaces ; il existe un couplage fort entre la particule et le solide qui a pour conséquence un amortissement rapide de l'onde incidente ; les interactions sont donc limitées aux premières couches atomiques, ce qui permet d'obtenir des informations caractéristiques de la surface.

Nous avons réalisé un ensemble expérimental d'analyses utilisant des techniques de diffusion d'électrons de basse énergie. Nous nous intéressons plus particulièrement aux pertes d'énergies caractéristiques d'origine collective (plasmon de surface).

Nous avons conçu cet appareil de façon à l'adapter à l'étude de surfaces isolantes (du type halogénure alcalin) qui posent des problèmes particuliers.

Le spectromètre comprend :

- un dispositif d'analyse en énergie des électrons émis sous bombardement incident normal, dans un angle solide de 2π stéradians,

- un analyseur angulaire recueillant les électrons émis dans des directions déterminées, et permettant ainsi de mettre en évidence la dispersion de la perte d'énergie considérée. Grâce à ce dispositif, il est pos-

sible de distinguer les électrons diffusés d'une manière incohérente de ceux qui sont diffractés,

- un ensemble de contrôle de l'absorption en surface. Les problèmes qui se posent dans les études de surface sont particulièrement complexes car il est difficile d'obtenir des surfaces de « bonne qualité » et qui restent « propres » pendant la durée d'une expérience. C'est pourquoi nous avons adjoint cette unité, qui permet de contrôler l'état de la surface et d'obtenir des informations complémentaires, d'origines différentes, sur le même échantillon.

2. Description de l'appareil. — A) L'ensemble ultra-vide comporte :

- un groupe de pompage Riber composé de deux pompes ioniques de vitesse de pompage de 200 l/s chacune, et d'un puits à cryosublimation de titane. Après un étuvage prolongé, on atteint dans l'enceinte une pression résiduelle de quelques 10^{-11} mm Hg,

- une enceinte de mesure réalisée par les établissements Veeco et conçue de façon à permettre des expériences de spectroscopie électronique et éventuellement de photoémission et de mesures optiques.

B) L'unité de contrôle de la surface comprend :

- un analyseur de gaz quadrupolaire pour l'analyse de l'atmosphère résiduelle,

- un diffracteur d'électrons lents. C'est un appareil classique (Fig. 1-2.A), avec une optique à 4 grilles, d'ouverture angulaire 100° . Le canon à électrons figure 1B fonctionne en incidence normale et peut fournir des électrons dont l'énergie varie de quelques eV à 2 000 eV. Nous avons vérifié que dans la bande d'énergie où nous travaillons (20 eV à 150 eV) l'intensité fournie est construite à 1 % près,

- un spectromètre Auger. L'optique de la diffraction est utilisée pour l'analyse Auger. L'électronique est de type classique : modulation et détection synchrone, le détecteur est un Lockin PAR 124.

FIG. 1. — Dispositif expérimental : Optique de diffraction, porte-objet.

FIG. 2. — Dispositif expérimental : Analyseur, système de clivage.

Les résultats sont obtenus sous forme analogique sur enregistreur ou sous forme numérique sur bande perforée grâce à un système d'acquisition de données (Data Punch Hewlett Packard).

Cet appareil Auger peut fonctionner aussi en mesure de pertes caractéristiques d'énergie.

C) L'analyseur angulaire que l'on voit sur la photographie 1 est représenté schématiquement figure 2C. Le principe de ce dispositif est classique [1-2-3]. L'analyse en énergie se fait par une méthode de champ retardateur.

Photo 1. — Analyseur analytique angulaire.

Il se compose :

- d'une optique à 4 grilles de tungstène de 5 mm de diamètre ; le champ retardateur est appliqué sur les deux grilles médianes qui sont réunies pour assurer une meilleure homogénéité du champ électrique,
- d'une cage de Faraday qui collecte les électrons.

Les diverses pièces sont isolées par des rondelles de quartz calibrées. L'ensemble est placé dans un cylindre de cuivre O. F. H. C., dont l'orifice d'entrée a un diamètre de 8/10 mm.

Il est solidaire d'un cerceau figure 2D, également en cuivre O. F. H. C. dont la rotation autour d'un axe passant par le centre de l'échantillon et parallèle à la surface lui permet d'explorer un angle polaire de 90° de part et d'autre de la direction du faisceau incident, dans un plan azimutal donné ; les mouvements, commandés de l'extérieur par un passage tournant, se font par l'intermédiaire de roulements à billes en acier. L'ensemble a été conçu de façon à ce qu'aucun isolant ne puisse être « vu » par les électrons. Toutes les connexions électriques ont été soigneusement blindées à l'aide de tubes ou de rubans de cuivre O. F. H. C.

L'électronique associée est identique à celle de la spectroscopie Auger ; les résultats sont obtenus sous forme analogique ou numérique. Les courants mesurés sont extrêmement faibles, de l'ordre de 10^{-13} à 10^{-14} A, ce qui demande une très bonne stabilité des appareils de mesure. Un dispositif de compensation des capacités parasites qui sont de l'ordre de 1/10 de pf a dû être réalisé ; il nécessite un blindage électrique très soigné.

D) Le porte-cible a été également réalisé en Cu (1E) ; il est monté sur roulements à billes de saphir calibrées, qui permettent son isolation électrique et assurent le centrage de l'échantillon et sa rotation autour d'un axe perpendiculaire à la surface. Ce mouvement permet d'effectuer des mesures en fonction de l'azimut.

Il peut être chauffé par bombardement électronique jusqu'à 400°C ; la mesure de la température se fait par thermocouple. Il peut être refroidi jusqu'à la température de l'azote liquide (détail du système Fig. 1F),

grâce à un tube en contact avec un manchon entourant la tige du porte-échantillon et que l'on remplit d'azote liquide. Il est isolé électriquement de la masse grâce à un contact verre-métal.

Sur le même support que le porte-cible a été fixé un système de clivage de l'échantillon également en cuivre ; les détails en sont donnés figures 1 et 2 ; la photographie 2 en montre une vue d'ensemble. Une lame d'acier G, solidaire de la poulie H qui est montée sur roulement à billes d'acier et entraînée par un ressort, vient heurter le cristal, lorsque le système de blocage I est libéré ; la commande du clivage se fait à l'aide du cerceau de rotation de l'analyseur.

Photo 2. — Clivage.

Toutes les pièces ont été réalisées en Cu O. F. H. C. dans le but de limiter au maximum l'introduction de champs magnétiques parasites dans l'enceinte. Un blindage extérieur en anhyser D protège l'ensemble des champs magnétiques externes. La résolution angulaire de cet appareil est de l'ordre de 2° , la résolution en énergie, c'est-à-dire la largeur du pic élastique à mi-hauteur est de 2 eV pour une énergie primaire de 100 eV. Ces résolutions sont suffisantes pour les études que nous effectuons actuellement. Les pertes d'énergie dues aux excitations collectives sont voisines d'une dizaine d'électrons-volts et les pics associés ont une largeur importante, de quelques électrons-volts. Une résolution angulaire de 2° est acceptable dans ce type d'expérience (réflexion d'électrons de basse énergie), où les vecteurs d'échange sont relativement grands de l'ordre de 1 Å^{-1} . Il est cependant possible d'accroître la résolution en énergie en modifiant le système de filtrage des électrons diffusés ; Porteus [2] a pu obtenir une résolution en énergie de 0,5 eV en remplaçant les grilles par des trous. Le principe même de l'analyse (potentiel retardateur) ne permet pas d'aller bien au-delà ; dans le cas d'analyse à très haute résolution (pour la mise en évidence des phonons par exemple), il faut faire appel à des principes expérimentaux différents [4].

3. Résultats expérimentaux. — 3.1 Préparation de la surface.

L'échantillon utilisé pour nos mesures est un cristal de NaCl taillé suivant les plans 100. Il est clivé sous vide immédiatement avant le début de l'expérience.

Pour limiter les perturbations liées à la charge de la surface et qui sont dues aux effets destructifs conjugués du clivage et du bombardement électronique, nous refroidissons l'échantillon avant d'effectuer les expériences [5].

3.2 Nous pouvons présenter les résultats expérimentaux sous plusieurs formes : les schémas correspondant sont donnés figure 3. Le dessin a) représente un spectre d'intensité c'est-à-dire la variation de la hauteur du pic élastique en fonction de l'énergie primaire ; chaque mesure est effectuée dans la direction θ que nous appellerons $\theta_{\text{élastique}}$ et qui est déterminée de la manière suivante : étant donné une valeur de l'énergie primaire, nous effectuons une série d'enregistrements du pic élastique pour divers angles de diffraction variables de 2° en 2° à partir de la valeur $\theta = 12^\circ$ (valeur minimum possible avec notre appareil). C'est l'angle θ , pour lequel le pic élastique a une hauteur maximum, que nous avons appelé $\theta_{\text{élastique}}$.

FIG. 3. — Représentation schématique des divers résultats.

Le dessin b) schématise un spectre d'énergie traduisant les variations de hauteur absolue d'une perte d'énergie déterminée w en fonction de E_p . L'angle polaire θ , l'angle azimutal ϕ , et la perte d'énergie w sont fixes.

Sur le schéma c, on a porté un spectre de pertes caractéristiques d'énergie ; il représente les variations des hauteurs absolues des diverses pertes.

La figure d représente un spectre angulaire, c'est-à-dire la variation de hauteur soit du pic élastique, soit d'une perte d'énergie en fonction de l'angle polaire ; E_p , ϕ , w sont les paramètres constants.

Les hauteurs « absolues » sont obtenues par soustrac-

tion du fond continu incohérent que l'on a supposé être de forme parabolique.

3.3 La courbe de la figure 4 est le spectre d'intensité d'une tâche de diffraction 1-1 (φ vaut donc 45° si l'on repère les azimuts par rapport à la direction 100) obtenu pour un échantillon porté à une température de l'ordre de 200 K. Tous les résultats reportés ici ont été obtenus à cette température. Le maximum principal à 84 eV correspond à une diffraction de Bragg par les plans 1-1-9; nous avons observé un autre maximum de Bragg à 130 eV, dû à la diffraction par les plans 1-1-11. Deux pics de moindre importance apparaissent à 92 eV et 100 eV. Ils pourraient être attribués à des résonances de diffusion multiple ou à un phénomène localisé en surface [6]. Nous ne pouvons donner actuellement une interprétation plus précise de ce résultat.

FIG. 4. — Spectre d'intensité relevé dans les divers angles $\theta = \theta_{\text{élastique}}$.

La figure 5 représente le spectre angulaire du pic élastique pour diverses énergies primaires. On voit nettement que, lorsque l'énergie augmente, l'angle de la direction des faisceaux diffractés diminue.

Nous montrons sur la figure 6 un spectre de pertes caractéristiques obtenu pour une énergie primaire de 88 eV; l'angle de mesure est 14° . Plusieurs struc-

FIG. 5. — Distribution angulaire des électrons diffractés pour 4 valeurs du paramètre E_p .

FIG. 6. — Spectre de pertes caractéristiques pour une énergie primaire de 88 eV; angle d'analyse $\theta = 14^\circ$.

tures fines sont visibles à 2,7 eV, 5,8 eV ; d'autres apparaissent à des positions nettement plus imprécises : 11 eV, 15 eV ; une analyse numérique de ces deux pics est actuellement en cours. Le pic à 2,7 eV, lié à la présence d'agrégats de Na à la surface de l'échantillon [5], correspond à la bande d'absorption d'un centre F.

Nous avons mesuré la dispersion angulaire de cette perte ; le spectre est représenté figure 7 ; l'unité utilisée

FIG. 7. — Spectre angulaire de la perte d'énergie à 2,7 eV, pour trois valeurs de E_p .

ici pour l'échelle des intensités est deux fois plus grande. Pour les énergies primaires de 88 eV, 96 eV, la courbe passe par un maximum pour un angle de mesure égal à $\theta_{\text{élastique}}$; à 84 eV, le comportement est différent, nous n'avons pas trouvé d'explication à ce résultat.

4. Conclusion. — Nous avons réalisé un ensemble expérimental destiné à l'étude des surfaces par spectroscopie électronique. Nous pensons que sa stabilité et sa résolution sont suffisantes pour étudier les excitations collectives du fluide des électrons de valence. Notre but immédiat est la mise en évidence dans les isolants :

- à partir des spectres d'énergie, de la nature « deux temps » du processus de diffraction inélastique ainsi qu'il a été décrit par Turbull et Farnsworth [7] et analysé théoriquement par Duke et ses collaborateurs pour des échantillons métalliques [8] ;

- à partir des distributions angulaires des pertes caractéristiques, de la loi de dispersion du plasmon de surface dans un halogénure alcalin, en utilisant des concepts cinématiques ; en effet, il n'existe pas encore une théorie dynamique de la diffraction inélastique dans les isolants comme c'est le cas pour les métaux [9, 10, 11].

Bibliographie

- [1] BURKSTRAND, J. M., Ph. D. Thesis. University of Illinois (1971).
- [2] PORTEUS, J. O., in *the structure and chemistry of solid Surfaces* edited by G. Somorjai (Wiley, New York), 1969, p. 12.
- [3] BURGGRAB, Ch., GOLDSTAUB, S., MOSSER, A., *Revue Phys. Appl.* **6** (1971) 319.
- [4] IBACH, *Phys. Rev. Lett.* **24** (1970) 1416.
- [5] BANDET, J., TOUZILLIER, L., à paraître dans *Surface Sciences*.
- [6] MC RAE, E. G. et CALDWELL, C. W., *Surface Sciences* **7** (1967) 41.
- [7] TURBULL, John C., FARNSWORTH, H. E., *Phys. Rev.* **54** (1938) 509.
- [8] BAGCHI, A., DUKE, C. B., *Phys. Rev.* **B5** (1972) 2784.
- [9] DUKE, C. B., BAGCHI, A., *J. Vac. Sci. Technol.* **9** (1972) 738.
- [10] BAGCHI, A., DUKE, C. B., FEIBELMAN, P. J., PORTEUS, J. O., *Phys. Rev. Lett.* **27** (1971) 998.
- [11] DUKE, C. B., LANDMAN, U., *Phys. Rev.* **B 7** (1973) 1368.