

DESENVOLVIMENTO E CONSTRUÇÃO DE UM FILTRO DE  
ENERGIA ELETROSTÁTICO PARA ANALISADORES  
DE MASSA TIPO QUADRUPOLAR

Carlos Achete e Horst Niehus\*

LESI/COPPE/UFRJ - C.P. 68505 - Rio de Janeiro

\*IGV/KFA Alemanha

Para a construção de um espectrômetro de massa de íons secundários (SIMS), foram adaptados um canhão de íons (RIBER-IM 30) e um quadrupolo (RIBER-QMM 17).

Apresentamos, neste trabalho, os detalhes das modificações efetuadas, incluindo a construção de um filtro eletrostático para eliminação do ruído do espectro SIMS. Apresentamos espectros de íons secundários positivos obtidos antes e depois da montagem do filtro para ilustrar o desempenho comparativo do analisador.

SIMS, filtro, semiconductor

## 1. INTRODUÇÃO

A espectrometria de massa de íons secundários (SIMS) é atualmente, um método comum para análise de traços e para estudos envolvendo a detecção de hidrogênio (1-7).

A maioria destes equipamentos, no entanto, utilizam; alta densidade de corrente de íons primários, e separadores magnéticos, como analisadores de massa. Por causa da alta taxa de "sputtering", destes instrumentos, não são necessárias condições de ultra-alto vácuo. A taxa de readsorção, determinada pela pressão do gás residual, é muito menor que a taxa de remoção pelos íons primários.

Por outro lado, devido ao largo espectro de energia e ao

grande ângulo de emissão dos íons secundários, a utilização de um analisador de massa magnético, envolve complicados problemas óticos, que devem ser superados para não se ter grandes perdas na intensidade da corrente, e ainda obter uma boa forma do pico no espectro de massa.

A vantagem dos analisadores de massa magnéticos é que, com eles pode-se construir aparelhos altamente especializados como as microssondas iônicas (1).

Nos últimos anos, no entanto, a espectrometria de massa de íons secundários tem sido também utilizada para o estudo de contaminação de superfícies e interfaces ou para a detecção de impurezas no volume. Estes são aparelhos, que trabalham em ultra-alto vácuo e muitas vezes são usados em combinação com outros métodos de análise de superfície, como a espectroscopia de elétrons Auger.

Para esta aplicação, seria desejável dispor-se de um analisador de massa que tenha um grande ângulo de aceitação e uma larga faixa de energia. O espectrômetro de massa quadrupolar parece ser o mais indicado para este fim porque, além de satisfazer as condições acima, não apresenta nenhum problema de focalização. Permitindo, assim, uma montagem bastante simplificada ao contrário dos filtros magnéticos. As vantagens do quadrupolo são as seguintes: a) os íons são analisados quase que independente da energia até algumas dezenas de elétron-volts; b) o ângulo de aceitação pode ser tão grande quanto  $10^0$ ; c) o fator de transmissão é alto; d) resolução de massa até melhor que 1000.

Nosso propósito, foi utilizar um filtro de massa deste tipo, na montagem de um equipamento que permitisse tanto, análises de contaminação de superfícies assim como a obtenção de perfis de composição de filmes finos, com baixa taxa de "sputtering". Para isto usamos como fonte de íons primários um canhão já previamente modificado para fornecer densidades de corrente entre  $10^{-10}$  A/cm<sup>2</sup> a  $10^{-7}$  A/cm<sup>2</sup> (8).

A nossa montagem seguiu o arranjo experimental mais simples, que é o posicionamento da amostra diretamente em frente a entrada do filtro de massa (7). As primeiras medidas feitas, mostraram, no entanto, um alto ruído de fundo no es

pectro de massa, chegando mesmo a 10% da intensidade do pico do elemento da matriz.

Este problema tem sido superado, utilizando-se pré-filtros de energia na entrada do quadrupolo (9). Infelizmente a geometria e a distribuição dos flanges em nossa câmara de vácuo não permite o uso de um pré-filtro dos tipos comercialmente disponíveis.

Procuramos, então, desenvolver um analisador eletrostático que fosse, de baixo custo e atendesse as necessidades de nosso sistema.

Neste trabalho apresentamos os detalhes de construção e os resultados da aplicação deste analisador.

## 2. EXPERIMENTAL

O desenho esquemático do arranjo experimental é apresentado na figura 1. O sistema de vácuo, já descrito anteriormente (10), atinge pressão menor que  $3 \times 10^{-10}$  torr.

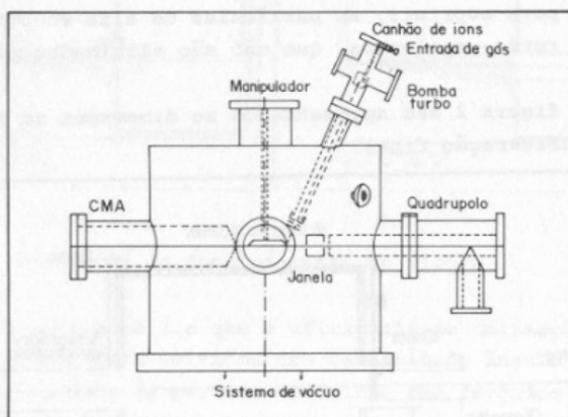


Figura 1 - Desenho esquemático câmara de vácuo, mostrando canhão de íons na parte superior e quadrupo-lateral.

O sistema para a espectrometria de íons secundários, consiste de: 1) um canhão de íons, com um conjunto de lentes focalizadoras e com bombeamento diferencial, permitindo uma focalização do feixe de íons com diâmetro da ordem de 1mm sobre

a superfície da amostra. A densidade de corrente pode ser variada de  $10^{-9}$  A/cm<sup>2</sup> até  $3 \times 10^{-7}$  A/cm<sup>2</sup>. A energia dos íons primários pode ser escolhida entre 100 e 3000 eV; 2) um manipulador, que permite o posicionamento reprodutível das amostras nos eixos x, y, z. Até 12 amostras podem ser montadas no disco preso ao manipulador; 3) um espectrômetro de massa, Riber, capaz de analisar massas de 1 a 300 (amu), com resolução  $m/m_e = 1/1000$ . Na entrada do quadrupolo foi montado o pré-filtro eletrostático.

### 3. FILTRO DE ENERGIA ELETROSTÁTICO

O tipo do filtro escolhido, pertence à classe conhecida pelo nome genérico de Bessel-Box. Esta escolha foi ditada basicamente pela sua simplicidade e pelo espaço disponível na câmara de vácuo. O filtro é constituído por um cilindro delimitado por dois discos presos ao cilindro sem contato elétrico. Uma barreira física é colocada diretamente no eixo do cilindro para suprimir, as partículas de alta energia, neutras e íons retro-espalhados, que não são eliminados pelo quadrupolo.

Na figura 2 são apresentados as dimensões do filtro em sua configuração final.

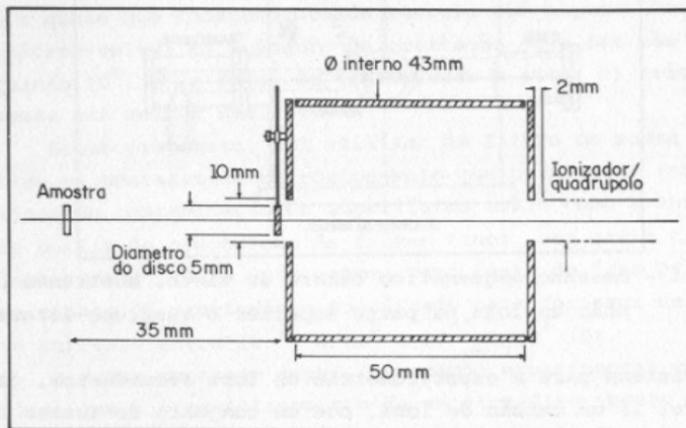
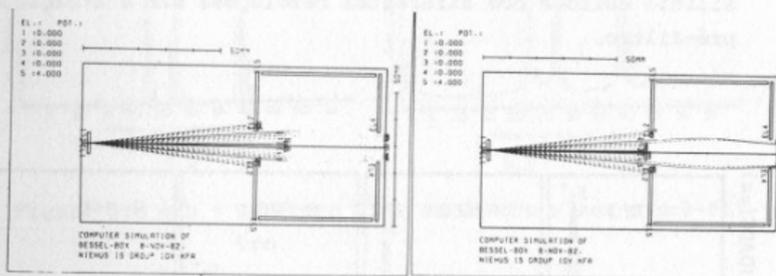


Figura 2 - Desenho detalhado do pré-filtro.

Todas as partes são feitas de aço inoxidável. O cilindro foi usinado a partir de um tarugo de 520 mm de diâmetro, e os discos cortados de chapas de 2 mm de espessura. O anteparo consiste de um pequeno disco de aço de 4 mm de diâmetro e 1,5 mm de espessura preso ao disco de entrada do filtro.

Para se obter as dimensões e condições ótimas de funcionamento do filtro, foram feitas simulações com computador variando; o tamanho do filtro, a posição do anteparo e os potenciais aplicados no cilindro nas placas e na amostra. Exemplos típicos destes cálculos estão representados nas figuras 3.a e 3.b.



3.a

3.b

Figura 3 - Simulação do funcionamento do filtro.

Nota-se na figura 3.a que a eficiência de colimação é boa, fazendo com que íons emitidos com determinado ângulo e se dirigiam em direção às paredes do filtro são forçados para o eixo e saída do cilindro, mas tem a desvantagem de manter o anteparo fixo.

Optamos então pela geometria da figura 3.b que tem a barreira montada externamente, podendo portanto, ser movimentada externamente. Isto permite uma perfeita calibração do sistema para se obter o melhor sinal SIMS. Para isto seguimos a seguinte sequência: 1) Posiciona-se a amostra em frente ao quadrupolo; 2) com o anteparo fora do eixo do cilindro, re -

gistra-se o pico de maior intensidade, deixando entrar todas as partículas; 3) coloca-se o anteparo na posição, tal que todo sinal seja suprimido; 4) aplica-se os potenciais na placa e no cilindro do pré-filtro, ajustando-os de maneira a se obter o sinal SIMS mais alto possível sem permitir o aumento do ruído.

#### 4. RESULTADOS DE AVALIAÇÃO DO SISTEMA SIMS

##### 4.1. EFICIÊNCIA DO PRÉ-FILTRO ELETROSTÁTICO

Para ilustrar o efeito do pré-filtro na supressão das partículas que causam o ruído no espectro de massa SIMS apresentamos exemplos de espectros de massa medidos com e sem o pré-filtro.

Na figura 4 mostramos espectros SIMS de uma amostra de silício obtidos com diferentes resoluções sem a atuação do pré-filtro.

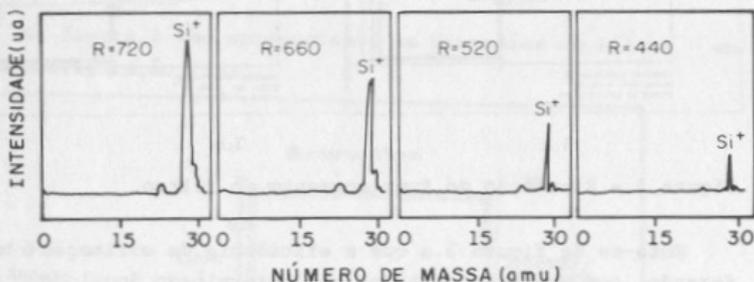


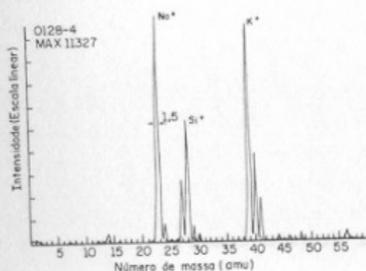
Figura 4 - Espectro de massa de íons secundários de silício amorfo.

Observa-se nestes espectros que: 1) o nível de ruído é tão alto que somente os picos mais intensos são registrados; 2) o nível de ruído é aproximadamente constante para todo o espectro independente da resolução; 3) a intensidade dos picos decrescem com o aumento da resolução,

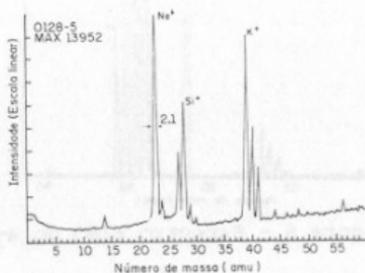
como já era esperado.

Esta situação de péssima relação sinal ruído, modifica-se totalmente quando se utiliza o pré-filtro de energia em frente ao quadrupolo.

Nas figuras 5.a e 5.b são apresentados os espectros de massa do silício, obtidos com as mesmas condições de resolução, respectivamente com e sem a atuação do pré-filtro.



5.a



5.b

Figura 5.a e b - Espectro SIMS do Si com e sem o pré-filtro.

O ruído de fundo, é claramente reduzido a um limite tão baixo que não pode ser mostrado pelo registrador. Medidas digitais, de contagem de pulso, indicam que o ruído cai de aproximadamente 1500 cps para menos de 1 cps. Outras duas importantes observações a serem feitas são: 1) a intensidade dos picos praticamente não diminui com a supressão do ruído; 2) a largura do pico a meia altura do  $^{28}\text{Si}^+$ , por exemplo diminui indicando também alguma limitação na energia dos íons devido ao uso do filtro

#### 4.2. LIMITE DE DETECÇÃO

Embora uma precisa avaliação do limite de detecção fi que dificultada pela falta de amostras padrões, algumas medidas foram feitas com amostras de a-Si dopadas com fósforo.

A figura 6 mostra um exemplo do espectro de massa de

um filme de silício contendo cerca de 10 ppm de P. Da intensidade do pico do  $31p^+$  pode-se estimar que 1 ppm deste elemento poderá ser detectado em amostras homogeneamente dopadas.

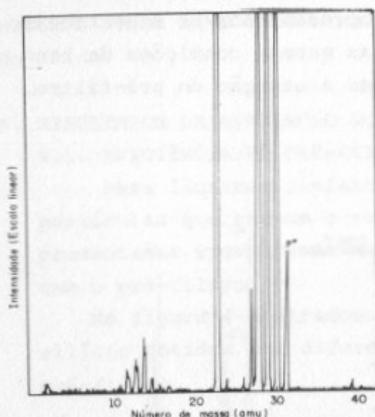


Figura 6 - Espectro SIMS do a-Si dopado com P.

## 5. CONCLUSÕES

Em resumo, foram apresentados detalhes da construção e características de um pré-filtro simples, para um espectrômetro de massa quadrupolar. Mostrou-se que este filtro tem alta eficiência na supressão do ruído e que com este arranjo consegue-se um aparelho SIMS de alta sensibilidade de detecção.

## BIBLIOGRAFIA

1. R. Castaing e G. Slodzian, J. Microsc - (Paris) 1 (1962) 395.
2. Liebl, J. Appl. Phys, 38 (1967) 1277.
3. A.E. Barrington, R.F.K. Herzog et al J. Vac. Sci. Technol. 3 (1966) 239
4. N. Nishimura e J. Okano, J. Appl. Phys, 8 (1969) 1335.
5. H. Liebl, Int. J. Mass. Spectrom. Ion. Phys., 6 (1971) 401.
6. W. Paul, et al Z. Phys, 152 (1958) 143.

7. A. Benninghoven e E. Loebach, Riv. Sci. Instrum, 42 (1971) 49.
8. Carlos Achete, Tese, COPPE (a ser publicado).
9. Wade L. Fite, Melvin W. Siegel, Extranuclear, Lab. (comunicação privada).
10. Tese de mestrado Carlos A. Achete, Tese de mestrado, COPPE, (1979).