

Manual de prácticas.

Practica 1. Introducción al vacío.

Objetivo.

El alumno se familiarizará con los distintos dispositivos para la generación y medición del vacío en los tres principales regímenes; Aprenderá a identificar los diferentes tipos de conexiones de vacío y conocerá los accesorios que permiten realizar conexiones eléctricas, transferir movimiento e introducir gases al interior de estos sistemas.

Competencia.

Conocer los dispositivos utilizados en la generación y medición de vacío que son comunes tanto a los sistemas de síntesis como de caracterización en forma ordenada y analítica.

Introducción.

La palabra vacío es usada para describir un amplio rango de condiciones. En un extremo se refiere a una completa “falta de algo” a un espacio sin materia, o más específicamente a un espacio en el cual el aire y otros gases, están ausentes. (El espacio intergaláctico). Otro extremo de esta palabra es cualquier presión de aire o gas menor a la presión ambiente, es decir, cualquier presión menor a la presión atmosférica. (La entrada de una aspiradora). La propiedad básica involucrada aquí es: la densidad del gas. El grado de vacío puede ser descrito fácilmente en términos de la densidad de partículas del gas en lugar de la presión.

El vacío puede ser producido por algunos métodos básicos, entre los cuales destacan el desplazamiento mecánico de los gases de un espacio cerrado mediante pistones, paletas rotatorias, diafragmas entre otras. Ejemplos de esto son las bombas mecánicas, de diafragma, turbo moleculares, etc. Otra forma de generar vacío simplemente por el enfriado y condensación del gas en un espacio cerrado, normalmente este tipo requiere muy baja temperatura (Bombas criogénicas). También, mediante la ionización de los gases, es posible generar vacío, al acelerar los iones en un campo de alto voltaje y arrastrando el gas ionizado a un electrodo (Bombas iónicas).

Una vez generado el vacío, es importante conocer acerca de los instrumentos para medir el grado de vacío los cuales también tienen que expandirse en un amplio rango de densidades de gas (o presiones). Al menos dos medidores de vacío son usados en la mayoría de los sistemas. Para altas presiones, medidores basados en medida de fuerzas pueden ser utilizados, como ejemplo, medidores de diafragma. Para alto vacío (baja presión), este tipo de medidores las fuerzas se vuelven tan pequeñas, que es impráctico utilizarlos, por lo que métodos indirectos deben ser utilizados. Por ejemplo, uno de los métodos más utilizados involucra ionización de gas y medición de la corriente de iones, la cual es dependiente de la cantidad de gas presente.

**Elaborado por: M.C David Domínguez
y Dr. Franklin Muñoz-Muñoz
Ingeniería en Nanotecnología**

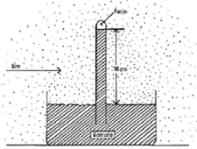
Presión atmosférica				
1 atm = 760 torr; 1 torr = 1 mm Hg. 1 torr = 1/760 atm 1 torr = 1.316×10^{-3} atm ($1 \times 10^{-3} = 0.001$)				
				
Pressure unit	Pa	Bar	Atm	Torr
Pa	1	0.00001	9.869×10^{-6}	7.501×10^{-3}
Bar	100000	1	9.869×10^{-1}	7.501×10^2
Atm	101325	1.01325	1	760
Torr	113.22	0.001133	1.316×10^{-3}	1

Tabla I. Equivalencia de unidades de presión.

Parte experimental.

Realizar un recorrido por los diferentes sistemas de vacío instalados en los diversos laboratorios e identificar los siguientes componentes:

- Tipo de bombas utilizadas.
- Tipo de medidores de vacío.
- Tipo de conexiones (KF, conflat p ISO-K).
- Identificar el régimen de vacío operativo.

Producto entregable.

Elaborar un reporte que contenga los principios básicos de funcionamiento de los diferentes instrumentos utilizados para la generación y medición de vacío.

Referencias.

1. PCE Instruments. España. [Sitio en Internet]. <http://www.pce-iberica.es/instrumentos-de-medida/instrumentos-laboratorios/equipos-laboratorios/bombas-vacio.htm>. Consultado el 31 de septiembre de 2014.
2. Bombas de vacío. Empresa de equipos electronvoltio. [Sitio en Internet] <http://www.uhv.es/sites/milka/doc/Curso%20de%20vacio%20Tecnovac.pdf>. Consultado el 31 de septiembre de 2014.

**Elaborado por: M.C David Domínguez
y Dr. Franklin Muñoz-Muñoz
Ingeniería en Nanotecnología**

Practica 2. Espectroscopía de electrones Auger.

Objetivo.

El alumno conocerá el sistema de espectroscopía y realizará la interpretación de un espectro Auger. Además, identificará la instrumentación asociada a la técnica.

Competencia.

Capacidad para comprender el principio de funcionamiento de la técnica de análisis Auger para aplicar sus conocimientos en la interpretación de resultados con muestras previamente analizadas.

Introducción.

La espectroscopía de electrones Auger (AES, por sus siglas en inglés) es una técnica que permite conocer la composición química de la superficie de una muestra. Está basada en el proceso de relajación Auger que fue explicado por el francés Pierre Auger en 1923. Es un proceso físico en el cual un átomo que ha sido ionizado se relaja con la emisión de un segundo electrón, dejando el átomo doblemente ionizado. Este electrón emitido es llamado electrón Auger y su energía es característica de los niveles involucrados en su expulsión y por lo tanto, es específico para cada elemento (Figura 1).

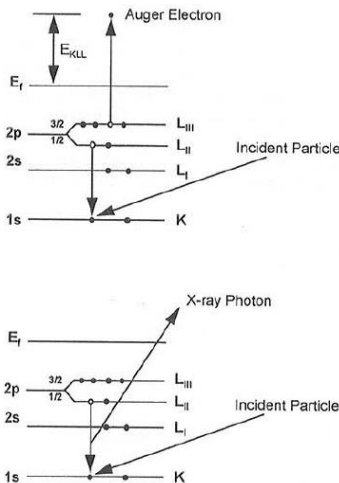


Figure 1. Schematic diagram of Auger electron emission (top) and x-ray fluorescence (bottom). The incident particle causes the ejection of a K shell electron.

Figura 1. Diagrama del proceso Auger.

Elaborado por: M.C David Domínguez
y Dr. Franklin Muñoz-Muñoz
Ingeniería en Nanotecnología

Para el proceso de generación de electrones Auger, normalmente es utilizado un cañón de electrones primario que es direccionado a la muestra. Estos electrones primarios cumplen la función de ionizar el átomo y fomentar la emisión de electrones Auger. En la figura 2 se muestra un espectro AES de una película de ZnO con una mono capa de CO₂ adsorbida.

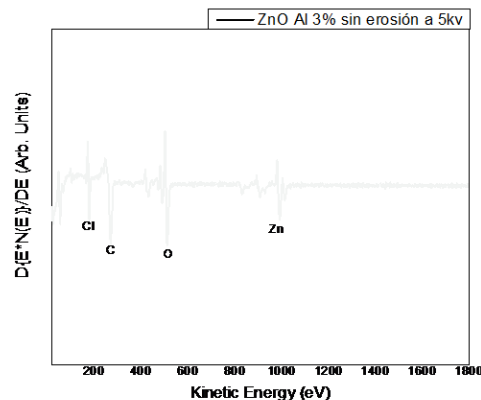


Figura 2. Espectro AES de una película de ZnO. La muestra contiene pequeñas trazas de Cl, C y O principalmente en forma de contaminantes.

Es bien conocido que AES es una técnica superficial, esto debido a que la distancia que un electrón puede viajar en un sólido entre colisiones sucesivas inelásticas es de alrededor de 10nm. La figura 3 muestra una gráfica del camino medio inelástico de algunos elementos.

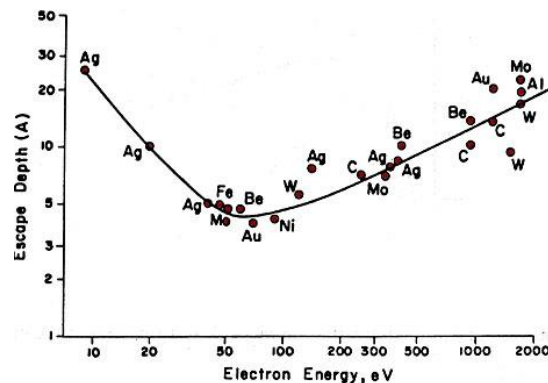


Figura 3. Profundidad de escape de los electrones Auger para diferentes elementos y energías.

AES se caracteriza también, por ser una técnica cuantitativa. La ecuación que nos permite calcular la concentración relativa de los elementos presentes en la superficie es la siguiente:

**Elaborado por: M.C David Domínguez
y Dr. Franklin Muñoz-Muñoz
Ingeniería en Nanotecnología**

$$C_x = \frac{I_x / S_x}{\sum_{\alpha} I_{\alpha} / S_{\alpha}} \times 100\%$$

Donde I_x es la intensidad del pico y S_x el factor de sensibilidad asociado al sistema.

Parte experimental.

Haciendo uso del sistema AES del CNyN, realizar la caracterización de una película delgada por la técnica. Posteriormente realizar una limpieza superficial para eliminar contaminantes ambientales y repetir el análisis AES. Realizar la cuantificación de los elementos presentes en la muestra haciendo uso de los factores de sensibilidad del sistema PHI. Adicionalmente identificar la instrumentación asociada a la técnica: Cañón de electrones, analizador, detector, pistola de iones de argón, entre otros.

Producto entregable.

Realizar un reporte de la práctica que incluya los principios físicos de la técnica y la cuantificación de los diferentes espectros adquiridos. También explicar el principio básico de funcionamiento de los diversos instrumentos asociados a la técnica.

Referencias.

1. http://www.virginia.edu/ep/SurfaceScience/electron_interactions.htm

**Elaborado por: M.C David Domínguez
y Dr. Franklin Muñoz-Muñoz
Ingeniería en Nanotecnología**

Practica 3. Espectroscopía de fotoelectrones de rayos X (XPS)

Objetivo.

El alumno conocerá el sistema de espectroscopía y realizará la interpretación de un espectro XPS. Además, identificará la instrumentación asociada a la técnica.

Competencia.

Capacidad para diferenciar los principios de las técnicas de análisis XPS y Auger para comprender el funcionamiento de los equipos y aplicar sus conocimientos para interpretar los dos tipos de resultados, logrando con ello identificar los alcances del análisis cualitativo y cuantitativo.

Introducción.

Antiguamente conocida como espectroscopia de electrones para análisis químico (ESCA por sus siglas en inglés) es una técnica semi-cuantitativa para la determinar la composición química de superficie. Está basada en el efecto fotoeléctrico donde la absorción de un fotón promueve la emisión de un fotoelectrón con una energía característica. Este fotoelectrón es después analizado (se mide su energía cinética) y teniendo conocimiento de la energía de los fotones de rayos X utilizados para ionizar el átomo, es posible conocer la energía de amarre y por ende no solo el elemento del cual escapo el fotoelectrón, sino también el nivel (s, p, d, f).

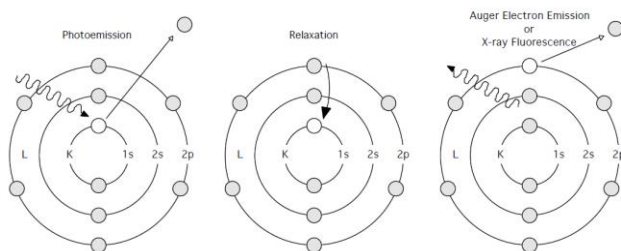


Figura 1. Proceso de fotoemisión y efectos secundarios: fluorescencia de rayos x y emisión Auger.

Elaborado por: M.C David Domínguez
y Dr. Franklin Muñoz-Muñoz
Ingeniería en Nanotecnología

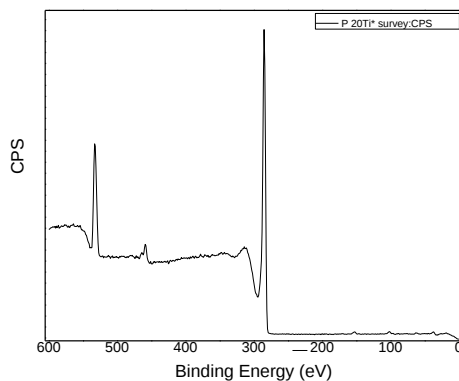


Figura 2. Espectro XPS de nanotubos de carbono recubiertos con TiO_2 .

La figura 2 muestra un espectro XPS de nanotubos de carbono forrados con una capa semiconductora de TiO_2 . Por lo cual es posible apreciar las señales principales de oxígeno, titanio y carbono.

Parte experimental.

Haciendo uso del sistema XPS del CNyN, realizar la caracterización de una película delgada por la técnica. También realizar la caracterización de una muestra en polvo y comentar las diferencias tanto en preparación, como en intensidades de los picos. Realizar la cuantificación de los elementos presentes en la muestra haciendo uso de los factores de sensibilidad del sistema PHI. Adicionalmente identificar la instrumentación asociada a la técnica: Fuente de rayos X, analizador, detector, pistola de iones de argón, entre otros

Producto entregable.

Realizar un reporte de la práctica que incluya los principios físicos de la técnica y la cuantificación de los diferentes espectros adquiridos. También explicar el principio básico de funcionamiento de los diversos instrumentos asociados a la técnica.

Referencias.

**Elaborado por: M.C David Domínguez
y Dr. Franklin Muñoz-Muñoz
Ingeniería en Nanotecnología**

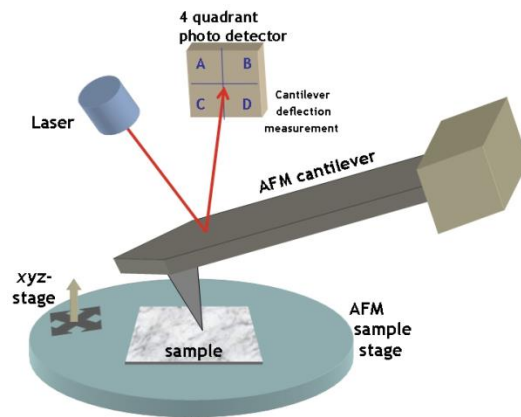
Practica 4. Microscopia de fuerza atómica (AFM).

Objetivo.

El alumno conocerá el sistema de microscopía y realizará la interpretación de una imagen en el modo no contacto. Además, identificará la instrumentación asociada a la técnica.

Introducción.

El microscopio de fuerza atómica es un instrumento de uso cotidiano en la ciencia de materiales. Permite obtener imágenes en tres dimensiones (3D) a una escala nanométrica. Basado en la interpretación de las fuerzas atómicas entre la punta del microscopio y la muestra, el sistema es capaz de entregar datos de topografía, rugosidad, tamaño de grano, entre otros. La figura 1 muestra un diagrama de los principales componentes que lo integran.



El principio de funcionamiento consiste en acercar una punta (muy afilada) a la muestra que se desea analizar. Enfocando un láser en el cantiléver (laminilla donde está contenida la punta) y reflejándolo hacia un detector sensible a la posición, es posible registrar la topografía de la muestra mientras la punta barre una región de interés. Los cambios en la topografía deforman el cantiléver, cambiando a su vez la posición del láser en el foto detector y registrando estos cambios en una imagen final representativa.

Existen tres principales modos de trabajo: contacto, no contacto y contacto intermitente. Estos son seleccionados dependiendo del tipo de muestra y de la información que se requiere obtener. También, dependiendo del tipo de muestra, se puede elegir entre una gran variedad de tipos de puntas y cantilevers. En la figura2 se muestra una imagen de AFM de nanopartículas de sílice recubiertas con Al_2O_3 .

**Elaborado por: M.C David Domínguez
y Dr. Franklin Muñoz-Muñoz
Ingeniería en Nanotecnología**

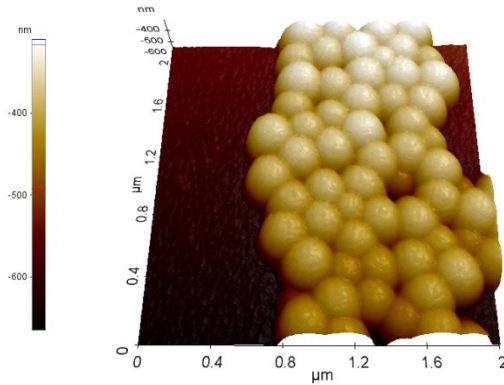


Figura 2. Nanopartículas de sílice recubiertas con Al_2O_3 .

Parte experimental.

Analizar diferentes tipos de muestras. Realizar una comparación de la rugosidad promedio de un material sintetizado por técnicas diferentes: erosión iónica reactiva y depósito por capa atómica. Establecer el tamaño de grano de algún material de interés. Preparar y analizar una muestra en polvo: nanotubos de carbono o sílice.

Producto entregable.

Realizar un reporte de la práctica que incluya los principios físicos de la técnica y las características principales encontradas mediante la técnica en las muestras de interés.

Referencias.

1. http://simple.wikipedia.org/wiki/Atomic_force_microscope

Elaborado por: M.C David Domínguez
y Dr. Franklin Muñoz-Muñoz
Ingeniería en Nanotecnología