

ITESO

Universidad Jesuita
de Guadalajara

Síntesis y Caracterización de nanomateriales IV.

Medición y análisis de espectros XPS de películas delgadas

Ingeniería en nanotecnología:

Grupo: P2025_MAF1105K

Diego Yael Islas Santoyo 742477

Mtro. Sebastián Gascón Pérez

Jalisco, 25 de marzo de 2025

Introducción

La espectroscopía de fotoelectrones emitidos por rayos X (X-ray Photoelectron Spectroscopy, XPS) es una técnica analítica superficial que permite identificar los elementos químicos presentes en una muestra, así como sus estados de oxidación y la composición elemental de la superficie. Esta técnica se basa en el efecto fotoeléctrico, en el cual los electrones son expulsados de los niveles internos de los átomos cuando estos son irradiados con rayos X monocromáticos. Al medir la energía cinética de los electrones emitidos, se puede calcular su energía de enlace (Binding Energy, BE), característica para cada elemento y subnivel electrónico (Moulder et al., 1992).

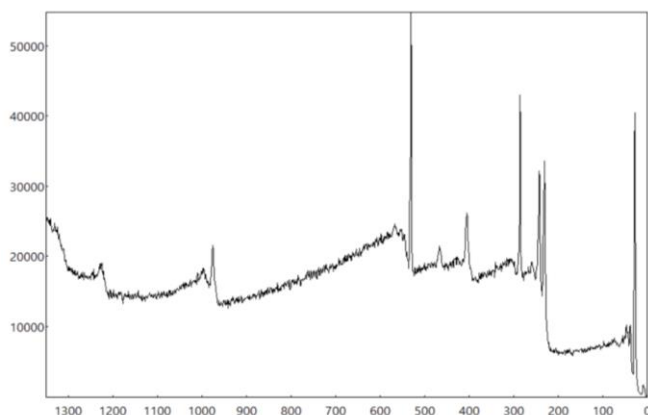
XPS es altamente sensible a la región superficial (5–10 nm) y proporciona información tanto cualitativa como cuantitativa. El análisis cualitativo se basa en la identificación de los picos característicos de BE en el espectro de inspección (survey), mientras que el cuantitativo se realiza mediante el ajuste de los espectros de alta resolución, permitiendo calcular la concentración atómica relativa de los elementos presentes. Este ajuste considera parámetros como el área bajo el pico, los factores de sensibilidad (Scofield, 1976; Yeh & Lindau, 1985) y el camino libre medio inelástico (λ), que depende de la energía de los fotoelectrones y del tipo de material.

Una de las ventajas del XPS es que, además de identificar los elementos, permite conocer el entorno químico de estos, es decir, los diferentes estados de oxidación y tipos de enlaces. Esto se logra mediante el análisis detallado de los picos en alta resolución, que pueden dividirse en varios componentes (singletes o dobletes) dependiendo del acoplamiento espín-órbita o la presencia de diferentes especies químicas.

En este trabajo se realiza el análisis superficial de una muestra etiquetada como PC2 mediante XPS, identificando los elementos presentes, realizando el ajuste de picos en alta resolución y calculando su composición atómica. Se utilizan referencias estándares como el Handbook of X-ray Photoelectron Spectroscopy de Moulder et al. (1992), los factores de Scofield (1976) y recomendaciones prácticas del curso para asegurar la validez del procedimiento.

Análisis cualitativo y cuantitativo

Espectro de inspección (Survey) con identificación de picos



Gráfica 1. Espectro Survey

Se obtuvo el espectro de inspección (survey) mediante rayos X Al K α ($h\nu = 1486.7$ eV). En este, se identificaron picos correspondientes a los siguientes elementos y subniveles:

- **Carbono (C 1s):** ~285 eV
- **Oxígeno (O 1s):** ~530 eV
- **Tántalo (Ta 4f):** ~26-28 eV (doblete)
- **Posibles contribuciones de Auger:** >900 eV (sin uso cuantitativo)

Se realizó la identificación de los picos principales incluyendo los de Auger como lo indicó el profesor, seguida por el ajuste detallado en alta resolución.

Ajuste de los espectros de alta resolución

Los espectros de alta resolución se ajustaron utilizando funciones tipo Gauss-Lorentz (GL mix) con fondo tipo Shirley, tal como se recomienda en el documento "Recomendaciones en el análisis XPS". A continuación, se detallan los parámetros utilizados:

Elemento	Subnivel	Tipo de pico	Fondo	Observaciones
C	1s	3 singletes	<ul style="list-style-type: none"> • Shirley-Sherwood • Slope 	Componentes en ~284.8, 285.6 y 288.2 eV
O	1s	3 singletes	<ul style="list-style-type: none"> • Shirley-Sherwood • Slope 	Componentes en ~529.7, 531.9 y 533.1 eV

Ta	4f	1 doblete	<ul style="list-style-type: none"> Shirley-Sherwood Slope 	4f7/2 en ~26.4 eV y 4f5/2 en ~28.3 eV
-----------	----	-----------	---	---------------------------------------

Tabla 1. Datos de espectro de alta resolución

Factores de sensibilidad y camino libre medio

Se utilizaron los factores de sensibilidad de Scofield (1976), correspondientes a la fuente Al K α (1487 eV):

Elemento	Subnivel	σ (Scofield)
C	1s	1.00
O	1s	2.93
Ta	4f	8.62

Tabla 2. Datos de Scofield utilizados

El valor del camino libre medio inelástico λ utilizado para materiales inorgánicos fue de $a = 0.3$, según las recomendaciones del curso.

Ecuaciones utilizadas para el cálculo de concentración atómica

Para el cálculo de la contribución relativa y el porcentaje atómico se emplearon las siguientes ecuaciones:

$$n_i = \frac{I_i}{\sigma_i \cdot \lambda_i}$$

$$C_i = \frac{n_i}{\sum n_i} \cdot 100$$

- I_i es el área bajo el pico ajustado
- σ_i es el factor de sensibilidad de Scofield
- λ_i es el camino de libre medio

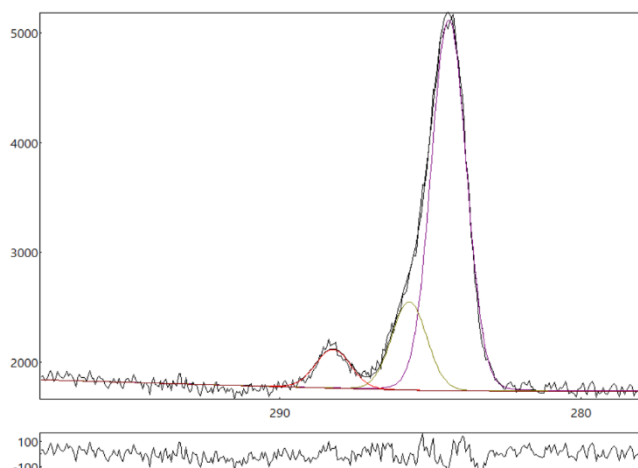
Tabla de cálculos de concentración atómica

Elemento	Suborbital	Número de pico del ajuste	Datos Analyzer	Se calcula a partir de KE y Al K α	Factor de Scofield	Se calcula a partir de KE y a	Datos Analyzer	Se calcula a partir de l, o, y λ	Porcentaje atómico, %	Porcentaje total por elemento
			KE (eV)	BE (eV)	α	λ (monocapas)	I (Áreas)	n		
C	1s	1	1202.33	284.37	1.00	13.68	5008.52	366.23	38.95	52.27
		2	1198.48	288.22	1.00	13.65	522.71	38.28	4.07	
		3	1201.01	285.69	1.00	13.67	1188.90	86.98	9.25	
O	1s	1	956.93	529.77	2.93	12.20	8663.66	242.34	25.77	37.42
		2	955.40	531.30	2.93	12.19	2422.47	67.81	7.21	
		3	953.94	532.76	2.93	12.18	1487.18	41.66	4.43	
Ta	4f	1	1460.29	26.41	8.62	15.07	12599.29	96.98	10.31	10.31
Total								940.29	100	100

Tabla 3. Cálculos de concentración atómica

Gráficas de ajustes de alta resolución

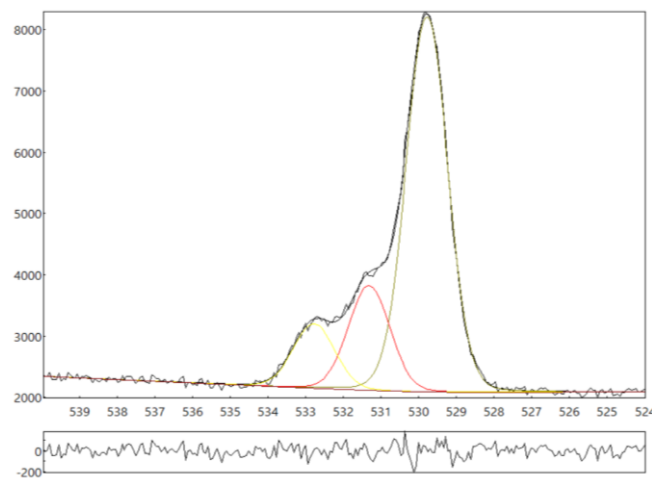
Espectro de alta resolución C 1s



Gráfica 2. Gráfica ajustada del C1s

- Pico claro cerca de 284–289 eV
- Espectro limpio y con posibles componentes: C-C (~284.8 eV), C-O, C=O (~287–289 eV)

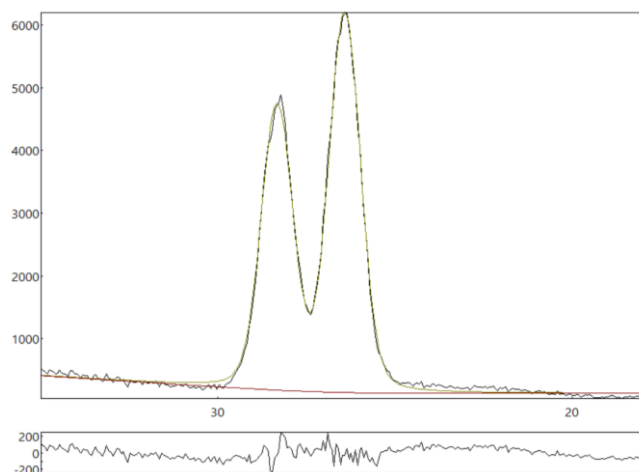
Espectro de alta resolución O 1s



Gráfica 3. Gráfica ajustada del O 1s

- Pico intenso cerca de 530–534 eV
- Compatible con oxígeno en óxidos metálicos, enlaces C=O o OH

Espectro de alta resolución Ta 4f



Gráfica 4. Gráfica ajustada del Ta 4f

- Claramente se observa un doblete de Ta 4f_{7/2} y Ta 4f_{5/2}
Esperado cerca de ~26–30 eV
- División espín-órbita: ~1.9 eV

Conclusiones

El análisis XPS de la muestra PC2 permitió identificar de manera precisa la presencia de carbono, oxígeno y tántalo en la superficie, así como estimar su proporción atómica y estados químicos asociados. A través del espectro de inspección se detectaron los picos característicos de estos elementos, y mediante los ajustes en alta resolución fue posible descomponerlos en componentes asociados a distintos entornos químicos, confirmando la existencia de especies como C–C, C–O, C=O en la señal de C 1s, así como dobles enlaces y posibles grupos hidroxilo en O 1s. En el caso del Ta 4f, se observó el doblete característico del acoplamiento espín-órbita.

El alto contenido de oxígeno y tántalo, junto con la separación y forma de los picos, sugiere la presencia de una fase superficial compuesta por óxido de tántalo (Ta_2O_5), un material conocido por sus propiedades dieléctricas. La señal significativa de carbono probablemente se debe a contaminación superficial ambiental o a una posible capa orgánica residual.

En conjunto, el estudio demuestra el poder analítico del XPS no solo para identificar los elementos presentes en la superficie de un material, sino también para inferir su estructura química. Los resultados obtenidos fueron consistentes con las referencias estándares y confirman la eficacia de los procedimientos seguidos para el análisis cualitativo y cuantitativo superficial.

Referencias

- Moulder, J. F., Stickle, W. F., Sobol, P. E., & Bomben, K. D. (1992). *Handbook of X-ray Photoelectron Spectroscopy* (Perkin-Elmer Corporation, Physical Electronics Division).
- Scofield, J. H. (1976). Hartree-Slater subshell photoionization cross-sections at 1254 and 1487 eV. *Journal of Electron Spectroscopy and Related Phenomena*, 8(2), 129–137. [https://doi.org/10.1016/0368-2048\(76\)80015-1](https://doi.org/10.1016/0368-2048(76)80015-1)
- Yeh, J. J., & Lindau, I. (1985). Atomic subshell photoionization cross sections and asymmetry parameters: $1 \leq Z \leq 103$. *Atomic Data and Nuclear Data Tables*, 32(1), 1–155. [https://doi.org/10.1016/0092-640X\(85\)90016-6](https://doi.org/10.1016/0092-640X(85)90016-6)
- Documento interno del curso: *Recomendaciones en el análisis XPS*. Práctica de caracterización 2025.