

2ij, 50

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

FACULTAD DE CIENCIAS

COMPARACION DE LOS METODOS DE ANALISIS
PIXE Y RBS EN MEDICION DE ESPESORES DE
PELICULAS DELGADAS A BAJAS ENERGIAS

T E S I S
QUE PARA OBTENER EL TITULO DE
F I S I C O
P R E S E N T A
LUIS RODRIGUEZ FERNANDEZ

MEXICO

1988



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas Tesis Digitales Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS © PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis está protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

INDICE

INTRODUCCION

1

CAPITULO I

METODOS DE MEDIDA DE ESPESORES DE PELICULAS DELGADAS

1.1	MÉTODOS DE MONITOREO	6
1.1.1	Método de Balanza	6
1.1.2	Oscilador de Cuarzo	7
1.1.3	Métodos Eléctricos	8
1.2	MÉTODOS DE ANÁLISIS	10
1.2.1	Interferometria	10
1.2.2	Elipsometria	13
1.2.3	Erosión iónica	14
1.2.4	Perfilometria	15

CAPITULO II

ESPECTROSCOPIA RBS Y PIXE

2.1	FUNDAMENTOS DE LA RETRODISPERSIÓN DE IONES	17
2.2	ESPECTROS RBS	20
2.3	MEDIDA DE ESPESORES DE PELÍCULAS DELGADAS CON ESPECTROSCOPIA RBS	23
2.4	RESOLUCIÓN DE LA ESPECTROSCOPIA RBS	26
2.5	FUNDAMENTOS DE LA ESPECTROSCOPIA PIXE	29
2.6	ANÁLISIS CUANTITATIVO DE LOS ESPECTROS PIXE	35
2.7	MEDIDA DE ESPESORES DE PELÍCULAS DELGADAS CON ESPECTROSCOPIA PIXE	38

CAPITULO III
EXPERIMENTO PROPUESTO Y CALCULOS

3 . 1	PRESENTACIÓN DEL EXPERIMENTO	41
3 . 2	CÁLCULOS PARA MEDIR LOS ESPESORES CON RBS	42
3 . 3	CÁLCULOS PARA MEDIR LOS ESPESORES CON PIXE	44

CAPITULO IV
EXPERIMENTO, RESULTADOS Y DISCUSION

4 . 1	PREPARACIÓN DE LAS MUESTRAS	47
4 . 2	DISPOSITIVO EXPERIMENTAL	49
4 . 3	DESARROLLO Y RESULTADOS	51
4 . 4	DISCUSIÓN DE LOS RESULTADOS Y CONCLUSIÓN	55

APENDICE A	59
APENDICE B	65
APENDICE C	67

REFERENCIAS	69
-------------	----

FIGURAS	70
---------	----

INTRODUCCION

Dentro de la fisica actual, uno de los grandes campos de estudio es el de las peliculas delgadas, debido a su importancia cientifica, así como tecnológica, en áreas estratégicas.

Una película delgada es un sistema sólido ó líquido el cual tiene la propiedad que una de sus dimensiones es muy pequeña, con lo cual, dos de las superficies se encuentran muy cercanas una de la otra, originando un comportamiento diferente al de un cuerpo volumétrico.

Lo anterior puede apreciarse del hecho de considerar un cuerpo (cristalino ó amorfo), formado por partículas. Entonces en el interior del cuerpo estas partículas van a experimentar fuerzas de atracción y repulsión unas con otras en todas direcciones. En cambio, las que se encuentran en la superficie no van a interactuar con otras partículas en direcciones exteriores al cuerpo, i.e. la fuerza de atracción de las partículas superficiales hacia el cuerpo es menor, por lo que estas tienen mayor energía que las interiores.

Por ejemplo, suponiendo que un sólido esté compuesto de moléculas esféricas, ordenadas en forma compacta, tendremos que las moléculas van a estar unidas en un 25% menos en relación a las que se encuentran en el interior. Este exceso de energía, a menos que se esté interesado directamente en la energía de la superficie, lo podemos ignorar debido a que el número de moléculas de la superficie es una fracción insignificante (del orden de 10^{-7}), respecto al número total presente en el cuerpo.

Cuando la razón superficie-volumen del sistema es muy grande,

el efecto de la energía superficial se hace sentir. Para sistemas con espesores de 10^4 \AA , en general, comienzan a ser significativos estos efectos, por lo cual, al hablar de películas delgadas se entiende que su espesor es menor de 10^4 \AA .

Esto reviste importancia científica, pues permite juzgar, entre otras cosas, la energía e interacciones moleculares, al tener un sistema intermedio entre uno de comportamiento macrofísico y uno molecular. También en el estudio de fenómenos superficiales tales como la adsorción, que está relacionada con la contaminación de semiconductores y la catálisis.

Además sus propiedades otorgan una gran variedad de aplicaciones prácticas, reflejadas en el desarrollo tecnológico.

Se emplean como recubrimientos estéticos en objetos de uso común, como partes metálicas en sillas, llaves para baño y relojes; como protección en piezas y partes expuestas a efectos corrosivos, así como en las mecánicas sometidas a fricciones; en la óptica, para la fabricación de espejos y filtros; por mencionar algunas aplicaciones.

El uso de películas delgadas en la electrónica ha permitido la miniaturización de los elementos electrónicos, reduciendo el tamaño de los equipos. Los grandes circuitos pasan a ser micromódulos, con la ventaja económica de ser más baratos y la mayor facilidad en la detección de fallas en el sistema, en comparación con los equipos electrónicos anteriores, dando consecuentemente el gran avance en computadoras, sistemas de control y medios de comunicación.

Las películas delgadas pueden prepararse por métodos químicos, como son los de depósito de tipo galvánico ó electrolítico, y baños de vapor. Pero más ventajosos resultan los métodos físicos, al permitir obtener películas más uniformes y puras. Entre éstos destacan los de descarga eléctrica en gases a

baja presión y evaporación, requiriendo ambos de técnicas de vacío.

El primero de estos métodos físicos, consiste en hacer una descarga eléctrica en un gas inerte, a bajas presiones (10^{-1} a 10^{-2} torr), colocando el material con el que se quiere formar la película en el cátodo y el sustrato en el ánodo. Durante la descarga, los iones positivos que se formen en el gas son atraídos hacia el cátodo, chocando con el material, que va siendo desprendido¹, ocasionando que algunos fragmentos sean depositados en el sustrato, creando la película.

En el de evaporación, el material se coloca en un filamento al que se le aplica una corriente eléctrica con una magnitud que lo calienta a tal grado, que el material comienza a evaporarse. Entonces, prácticamente sale en todas direcciones, pudiendo depositarse en sustratos. Para evitar que el vapor arrastre a otras partículas presentes, que también se pueden depositar en el sustrato, el proceso se lleva a cabo en una cámara de vacío.

En este trabajo las películas empleadas fueron hechas con este último método, el cual es el más empleado, por lo que en todo lo que resta de la tesis, sólo consideraremos que las películas delgadas se hacen por medio de evaporación en vacío.

A medida que se va evaporando, la película se va formando por nucleación en el sustrato y luego por efectos de coligación va creciendo y adquiriendo uniformidad, con lo cual, no se pueden tener películas uniformes tan delgadas como uno quiera, puesto que la nucleación no lo permite. Generalmente no se habla de películas uniformes más delgadas de 10 \AA , por su casi imposible obtención.

La estructura de las películas delgadas, i.e. si es amorfa, policristalina ó cristalina, depende de las condiciones en las que se realiza la evaporación (temperatura del sustrato, vacío, etc).

¹ Esto ocurre por transferencia de momento y no por calor creado en el material

De la estructura dependen además sus propiedades físicas, como grado de contaminación, comportamiento eléctrico y magnético, entre otros, que son los que dan sus posibles usos.

Además, uno de los parámetros más importantes que caracterizan las propiedades físicas de las películas delgadas es su espesor, el cual también influye decisivamente en los posibles usos que pueda tener la película. Por este motivo, reviste importancia poder determinar su espesor.

Por otra parte, es con base en estas propiedades de las películas, las que se emplean para poder medir su espesor, lo cual da como resultado una variedad de métodos diferentes para medir el espesor de la película.

Todos estos métodos para medir espesores de películas delgadas tienen ventajas y desventajas entre ellos, dependiendo de las propiedades de las películas, como son su estructura ó composición química, entre otros. Esto nos da como resultado que no exista un método totalmente efectivo para determinar el espesor de cualquier película.

Dentro de estos métodos para medir el espesor de películas delgadas, se encuentran los que emplean radiación con iones, como es el caso de RBS y PIXE. Estos dos métodos son complementarios entre sí en muchas ocasiones y presentan la ventaja de que el daño que producen en las muestras es insignificante, pero cuando los iones con los que se bombardea la película tienen bajas energías (menores de 0.5 MeV), el método RBS comienza a fallar y el PIXE viene a presentarse como un método alternativo para medir el espesor.

Lo anterior tiene gran importancia porque el empleo de aceleradores de partículas pequeños (menores de 1 MeV), es más común y económico que emplear aceleradores mayores. Con lo cual el método PIXE resulta más conveniente que RBS para medir el espesor de películas delgadas por medio del bombardeo con iones.

El objetivo de la presente tesis consiste en realizar un estudio comparativo de los métodos RBS y PIXE, en la medición de espesores de películas delgadas a bajas energías (menores de 0.5 MeV), y mostrar que PIXE presenta más ventajas para medir el espesor.

Para realizar este estudio comparativo, se realizó un experimento que consistió en la medición del espesor de una película delgada de aluminio sobre un sustrato de tungsteno por medio de RBS y PIXE.

El trabajo se dividió en cuatro capítulos. En el primero se muestran algunos de los diferentes métodos que existen para determinar los espesores de películas delgadas. En el segundo se muestra la espectroscopía RBS y PIXE, junto con una discusión sobre la resolución de cada uno de ellos y su aplicación a la medición de espesores de películas delgadas. En el tercero se explica por qué se escogió medir el espesor de una película de aluminio sobre un sustrato de tungsteno, así como también, se indican los cálculos que es necesario realizar para medir el espesor de dicha película con estos dos métodos. Por último, en el cuarto se muestra la forma en la que fue preparada la película y el dispositivo experimental empleado para medir su espesor en cada caso. También ahí, se dan los resultados que se obtienen y a partir de una discusión de estos, se obtienen las conclusiones sobre la comparación de RBS y PIXE.

C A P I T U L O I

METODOS DE MEDIDA DE ESPESORES DE PELICULAS DELGADAS

En este primer capítulo presentamos la descripción de algunos de los métodos de medida de espesores de películas delgadas, junto con sus ventajas y desventajas. El capítulo ha sido dividido en dos partes, una destinada a los métodos que determinan el espesor de la película al estarse formando, llamados de monitoreo y otros que se emplean una vez que la película está hecha, denominados métodos de análisis.

1.1 Métodos de Monitoreo

Son los que se emplean en el momento de la formación de las películas, que además de poder indicarnos cuando detener el proceso de formación al tener el espesor deseado, es posible determinar la rapidez de depósito de la película.

Como el material con el que se quiere formar la película, al evaporarlo se difunde en el espacio casi radialmente, suponiendo fuente puntual, tendremos que la cantidad depositada en sustratos colocados en forma horizontal no va a ser la misma, por lo que en estos métodos es necesario considerar las correcciones debidas a la diferencia de posiciones entre los sustratos y los dispositivos de medición. A continuación hacemos mención a algunos de éstos.

1.1.1 Método de Balanza.

Consiste en medir con una balanza de alta sensibilidad (aproximadamente de 10^{-9} g/cm²) (1), la cantidad de material que se deposita en su platillo con área A. De esta manera si m es la masa de la película formada en el platillo de la balanza y ρ su densidad, entonces su espesor estará dado por la relación:

$$t = \frac{m}{Ap} \quad (1.1)$$

a partir de la cual podemos calcularlo.

La balanza empleada en este método debe de tener un amortiguamiento anarmónico para permitir su estabilización lo más rápido posible, al irse depositando la película en el platillo.

Este método tiene la desventaja de no poder determinar la uniformidad de las películas.

1.1.2 Oscilador de Cuarzo.

Un cristal de cuarzo de espesor t conectado a un circuito eléctrico oscilador, tiene una frecuencia de resonancia conocida f dada por

$$f = \frac{v_p}{2t} = \frac{N}{t} \quad (1.2)$$

donde v_p es la velocidad de las ondas elásticas transversales en la dirección del espesor t y N es la constante de frecuencia del cristal. La película se deposita en una de sus caras, dando como

resultado un aumento de espesor en el cristal, dado por:

$$dt = \frac{dm}{\rho_k A} \quad (1.3)$$

donde dm es la masa depositada, ρ_k es la densidad del cuarzo y A el área de la película.

El cambio en la frecuencia de oscilación que se presenta es:

$$df = - \frac{N}{t^2} dt = - \frac{f^2}{N \rho_k A} dm \quad (1.4)$$

la cual puede entenderse como un cambio en la masa del cristal porque las propiedades elásticas de la película no influyen mucho cuando es delgada.

Midiendo el cambio en el tiempo de la frecuencia, conocemos la razón de evaporación de la película. Luego midiendo el cambio total podemos conocer la masa depositada y de ahí su espesor como en el método de la balanza.

La sensibilidad de este método es usualmente mayor a 10^{-9} g/cm² (1), que equivale alrededor de la centésima parte de una capa atómica de hierro, mientras que las desventajas que tiene este método son las mismas que las del método de la balanza.

1.1.3 Métodos Eléctricos.

Las propiedades eléctricas de las películas delgadas, como son su resistencia y capacitancia, dependen notablemente de su espesor, por lo que midiendo estas propiedades y conociendo su dependencia con el espesor, podemos estimar el espesor de la película.

En el caso de películas de material conductor su espesor lo podemos conocer midiendo su resistencia, la cual será mayor a medida que el espesor sea menor. La resistencia se determina con un puente de impedancias (figura 1.1).

Este método pocas veces da una resolución de menos de 5% (2), debido a que se requiere conocer lo más exactamente posible la relación que hay entre el espesor y la resistencia de la película, la cual varía de un material a otro.

En películas dieléctricas su espesor lo podemos determinar midiendo su capacitancia. Para ello la película se deposita entre dos placas paralelas de material conductor con área A y separadas una distancia D . Luego con un puente de impedancias se mide la capacitancia C entre las placas y conociendo la constante dieléctrica κ de la película, puede obtenerse su espesor t a partir de la relación:

$$\frac{1}{C} = \frac{2t}{\epsilon_0 A} \left[\frac{1}{\kappa} - 1 \right] + \frac{D}{\epsilon_0 A} \quad (1.5)$$

que hay entre la capacitancia y el material dieléctrico en medio de las placas, donde ϵ_0 es la constante de permitividad del vacío y se ha hecho la suposición de que la película se forma de igual manera en las dos caras de las placas (figura 1.2). Además, en esta relación no se han tomado en cuenta los efectos de borde del potencial eléctrico en las placas, por lo que mejores estimaciones del espesor pueden conseguirse empleando relaciones que sí consideren estos efectos de borde.

Este procedimiento para medir el espesor de las películas presenta el inconveniente de que la película formada en las placas no es uniforme, siendo más gruesa en los bordes que en el centro de las dos, por lo que el espesor medido no es exactamente el depositado en sustratos aparte, habiendo la necesidad de hacer correcciones.

1.2 Métodos de Análisis

Los métodos de análisis para medir espesores de películas delgadas son aquellos que se emplean una vez que está formada la película. En la presente sección mencionaremos algunos de estos métodos, haciendo especial énfasis en los basados en interferencia de la luz por ser los más antiguos y más conocidos.

Dentro de estos métodos de análisis están los que emplean radiación, entre los que se encuentran RBS y PIXE, los cuales son complementarios entre sí. Estos dos métodos requieren de dispositivos experimentales más complejos y espaciosos, como es el caso de un acelerador, en comparación con los indicados en esta sección, por lo que serán descritos en el siguiente capítulo.

1.2.1 Interferometría.

Una de las formas de hacerlo es considerar el espectro de franjas que se tienen al colocar dos planos ópticos semiplateados, uno sobre otro, con una pequeña separación de un lado (figura 1.3), formando un ángulo α entre ellos.

Al incidir luz monocromática perpendicular al plano inferior, una parte es reflejada por la primera placa hacia la lente y la otra pasa a través de la capa de aire y es reflejada por la placa inferior, también hacia la lente. Al reunir los dos haces por la diferencia de camino óptico que tienen, van a presentar interferencia entre ellos.

La diferencia de camino óptico Λ para α muy pequeña es:

$$\Lambda = 2x\alpha \quad (1.6)$$

donde x se muestra en la figura 1.3. Habiendo un máximo cuando

$$2x\alpha = m\lambda_0 \quad (1.7)$$

y un mínimo si

$$2x\alpha = (2m + 1)/2\lambda_0 \quad (1.8)$$

donde m es un número entero y λ_0 es la longitud de onda de la luz, dando como resultado un patrón de franjas paralelas brillantes y oscuras.

La separación l entre franjas de la misma intensidad es:

$$l = \lambda_0/2\alpha \quad (1.9)$$

Una forma de medir el espesor de una película delgada sobre la mitad de un sustrato de vidrio, es cubriendo con una capa de plata de alrededor de 700 \AA ambas partes (figura 1.4). Luego se coloca otro vidrio semiplatedado sobre el anterior, inclinado un ángulo α .

Con esto vamos a tener un patrón de interferencia de rayas paralelas para la parte que está sobre la película y otro para la parte restante. Las franjas de cada uno están separadas una misma distancia l y entre si están desplazadas una Δl (figura 1.4).

Entonces el espesor de la película va a estar dado por:

$$t = \Delta l \lambda_0/2l \quad (1.10)$$

De esta manera pueden medirse espesores de películas de 20 \AA ⁽³⁾, con una incertidumbre de 8 \AA ⁽²⁾, sin importar de que tipo son.

La desventaja que presenta medir el espesor de esta manera es que la película es dañada al tener que cubrirla con otra.

Otra forma de medir el espesor de una película delgada es por medio del interferómetro de Michelson (figura 1.5).

La luz de una fuente se hace incidir a 45° en un espejo semiplataado C, dividiéndola en dos haces perpendiculares entre sí que llegan a los espejos A y B. Estos reflejan los haces nuevamente hacia C y de ahí son enviados hacia una lente que los enfoca en una pantalla.

El vidrio L se coloca para que los haces recorran la misma distancia en este material (placa compensadora).

En la figura 1.6 se muestra el efecto equivalente que se tendrá al reunir las imágenes reflejadas en A y B. De manera que la luz que llega al punto P proveniente de S_1 y S_2 tendrá una diferencia de camino óptico de:

$$\Delta = 2l \cos\theta \quad (1.11)$$

puesto que el haz que llega al espejo A recorre dos veces más la distancia $l=l_1-l_2$, en donde l_1 y l_2 son las distancias que hay del espejo C a A y B respectivamente.

Cuando los espejos A y B son perpendiculares entre sí, se tendrá un patrón de franjas circulares. Entonces habrá un mínimo en el centro si:

$$2l = m\lambda_0 \quad (1.12)$$

Luego, desplazando el espejo A por medio de un tornillo micrométrico de tal manera que la primer franja oscura se mueva hacia el centro del patrón, tendremos que la trayectoria que recorre la luz que llega de A habrá variado una longitud de onda.

Entonces, si movemos A una distancia d y contamos el número N de franjas que se mueven hacia el centro, tendremos que la diferencia de camino óptico habrá cambiado en

$$\Delta\Delta = 2d = N\lambda_0 \quad (1.13)$$

Ahora si en lugar del espejo A tenemos una película delgada que permita el paso de la luz, sobre un sustrato con índice de

reflexión alto, la diferencia de camino óptico en el centro del patrón será:

$$\Lambda = 2l + 2t(n_f - 1) \quad (1.14)$$

donde n_f es el índice de refracción de la película.

Moviendo el sustrato con el tornillo micrométrico de tal manera que veamos colapsarse N anillos en el centro del patrón, el cambio en el camino óptico será:

$$\Delta\Lambda = 2d^* + 2t(n_f - 1) = N\lambda_0 \quad (1.15)$$

en donde d^* es la distancia que se desplazó el sustrato en este caso. Sustituyendo (1.13) en (1.15) y despejando el espesor tendremos que éste será igual a:

$$t = \frac{d - d^*}{n_f - 1} \quad (1.16)$$

Pueden medirse de esta forma espesores de 15 \AA con una incertidumbre de $5 \text{ \AA}^{(2)}$, conociendo bien n_f .

La ventaja de este método es que no se requiere cubrir la película con otra capa adicional como en el anterior.

1.2.2 Elipsometría.

Consiste en hacer incidir un haz luminoso sobre una muestra, al cual se le da un estado de polarización conocido, y se mide el ángulo del haz reflejado y el grado de polarización final. El cambio de polarización se relaciona con las ecuaciones de Fresnel, con los índices de refracción del sustrato de la película y el espesor de la película. Conociendo el índice de refracción complejo del sustrato se obtiene el índice de refracción de la película y su espesor.

Con esta técnica se obtienen muy buenas resoluciones (de 2 a 3 Å), pero dependen de qué tan bien se conozca el índice de refracción del sustrato. El espesor a medir depende de la transparencia de la película a la luz polarizada, pero pueden determinarse espesores desde algunos Å hasta 1000 ó 1500 Å (4).

1.2.3 Erosión Iónica.

Es una técnica ampliamente utilizada para obtener perfiles de concentración requiriendo de diferentes técnicas de análisis de elementos.

El método para medir espesores de películas consiste en bombardear la película con iones, empleándose casi siempre iones de gases nobles con energías de 0.5 a 10 keV. Generalmente con iones de ^{+}Ar a energías de $0.5 \leq E \leq 10$ keV, éstos penetran en las películas alrededor de 30 capas atómicas (5).

Cuando los iones chocan con los átomos de la muestra y les ceden una energía mayor a la que los mantiene ligados a la superficie, son expulsados de la película. Esto ocurre por transferencia de momento y no por emisión térmica, erosionando de esta manera la superficie de la película, retirando capa por capa.

El rendimiento Y de esta erosión está dado como el número N_2 de átomos que son expulsados de la película entre el número N_1 de iones que bombardean la película, i. e.:

$$Y = N_2 / N_1, \quad (1.17)$$

la cual puede variar de un elemento a otro de la muestra.

La rapidez con la que se va removiendo la capa dz de la superficie está dada por (5):

$$\frac{dz}{d\tau} = \frac{MYj}{\rho Ne} \quad (1.18)$$

donde M es la masa atómica de la película, j es la densidad de corriente, ρ es la densidad del blanco, e la carga fundamental, N el número de Avogrado y τ es el tiempo.

Conociendo los valores de estos parámetros e integrando (1.18) podemos conocer el espesor $z=z(\tau)$ que ha sido removido de la película. Con lo cual en principio midiendo el tiempo en que es retirada la película del sustrato por esta erosión iónica, podemos calcular el espesor de la película. En este proceso es necesario cada cierto intervalo de tiempo detener la erosión para analizar la composición del material removido por los iones, con el fin de poder saber cuándo se ha terminado de retirar la película. Este análisis del material puede hacerse por medio de métodos químicos, espectroscopía de masas, espectroscopía Auger, etc.

La resolución en espesor de este método depende de muchos parámetros como la profundidad, la cristalografía, los efectos de instrumentación. Para metales policristalinos se tienen resoluciones de 30 a 300 Å para profundidades de 100 a 10 000 Å⁽⁵⁾.

1.2.4 Perfilometría.

La perfilometría de una película se realiza por medio de un aparato que contiene una fina punta de diamante, con un radio de 0.7 a 2 μm , la cual se presiona contra la superficie y se desplaza a lo largo de la película, produciéndose en la punta un movimiento vertical, debido a las irregularidades que presente la superficie.

Convirtiendo este movimiento vertical de la punta en una

señal eléctrica de acuerdo a su magnitud y adecuándola electrónicamente es posible graficarla y obtener información de las diferencias en el espesor de la película de un lugar a otro.

El espesor de la película puede determinarse comenzando a desplazar la punta en alguna parte del sustrato que no tenga película superpuesta, teniendo de esta manera, la señal de la superficie del sustrato como referencia.

Con este método pueden obtenerse diferencias en el espesor de $25 \text{ \AA}^{(2)}$, así como también conocer la forma del perfil de la película y su distribución en el sustrato; aunque no es posible determinar variaciones o grietas menores que el ancho de la punta.

El daño que ocasiona este método es pequeño y no es totalmente destructivo como la erosión iónica.

CAPITULO I I

ESPECTROSCOPIA RBS Y PIXE

2.1 Fundamentos de la retrodispersión de iones.

La espectroscopía RBS nos brinda un método de análisis de la materia, el cual consiste en bombardear un blanco con iones ligeros como protones ó partículas alfa, y analizar básicamente las energías de los que son retrodispersados por colisiones con núcleos de la muestra.

El primero en emplearlo fue el físico Ernest Rutherford, por lo cual, en su honor vienen las siglas (en inglés) del nombre del método (Rutherford Backscattering Spectrometry). La ventaja del método es que su descripción puede hacerse correctamente con modelos clásicos, pues la sección eficaz de dispersión de partículas calculada clásicamente coincide con la cuántica empleando la aproximación de onda plana de Born.

Considerando una colisión elástica entre una partícula de masa m_1 y velocidad v_0 , con otra en reposo de masa m_2 (figura 2.1), deben de cumplir con los principios de conservación de momento y energía:

$$m_1 v_0 = m_1 v_1 \cos\theta + m_2 v_2 \cos\phi \quad (2.1)$$

$$m_1 v_0 \sin\theta = m_2 v_2 \sin\phi \quad (2.2)$$

$$1/2 m_1 v_0^2 = 1/2 m_1 v_1^2 + 1/2 m_2 v_2^2 \quad (2.3)$$

donde θ y ϕ son los ángulos de dispersión de m_1 y m_2 .

A partir de estas ecuaciones podemos eliminar ϕ y v_2 . Luego recordando que $E_0 = 1/2 m_1 v_0^2$ y $E_1 = 1/2 m_1 v_1^2$, podemos obtener el factor cinemático de dispersión dado por:

$$K = E_1/E_0 \quad (2.4)$$

donde

$$K = \left[\frac{(m_2^2 - m_1^2 \sin^2 \theta)^{1/2} + m_1 \cos \theta}{m_1 + m_2} \right]^2 \quad (2.5)$$

El significado físico de K , es la proporción de energía que pierde la partícula m_1 al ser dispersada un ángulo θ en una colisión con otra m_2 . Determinando la pérdida de energía del proyectil podemos conocer las masas de los átomos de la superficie de la muestra.

Para conocer cuántos iones van a ser dispersados un ángulo θ dado, dentro del ángulo sólido $d\Omega$ por un núcleo, definimos la sección eficaz $d\sigma/d\Omega$, como la probabilidad de que ocurra este evento. La sección eficaz promedio se define como:

$$\sigma = \frac{1}{\Omega} \int_{\Omega} \left(\frac{d\sigma}{d\Omega} \right) d\Omega \quad (2.6)$$

Considerando una colisión elástica e interacción coulombiana podemos expresar la sección eficaz diferencial con respecto al laboratorio de la forma ⁽⁶⁾:

$$\frac{d\sigma}{d\Omega} = \left(\frac{Z_1 Z_2 e^2}{2E \sin^2 \theta} \right)^2 \frac{\left[(m_2^2 - m_1^2 \sin^2 \theta)^{1/2} + \cos \theta \right]^2}{\left[m_2^2 - m_1^2 \sin^2 \theta \right]^{1/2}} \quad (2.7)$$

donde Z_1 y Z_2 son los números atómicos del proyectil y del blanco, e la carga del electrón y E la energía del ion antes de la colisión.

La expresión (2.7) permite el empleo de la sección eficaz para cuantificar las proporciones de elementos en la muestra.

Cuando el ion penetra con energía E_0 en el blanco, debido a las interacciones con los electrones y núcleos presentes, comienza a perder energía. Después de atravesar una distancia x tendrá una energía:

$$E(x) = E_0 - \int_0^x \left(\frac{dE}{dx} \right) dx \quad (2.8)$$

donde (dE/dx) es la pérdida de energía. A partir de la cual podemos obtener información sobre el espesor del blanco.

Comúnmente se emplea la sección eficaz de frenado

$$\epsilon = \frac{1}{N} \left[\frac{dE}{dx} \right] \quad (2.9)$$

en la que N es el número de átomos por unidad de volumen en la muestra.

La sección eficaz de frenado puede expresarse como:

$$\epsilon = \epsilon_e + \epsilon_n \quad (2.10)$$

donde ϵ_e es el frenamiento debido a los electrones y ϵ_n a los núcleos. En la figura 2.2 se muestran estos frenamientos para distintos valores de energía del ion. A partir de ella vemos que a bajas energías la pérdida de energía se debe principalmente a los núcleos.

Cuando el blanco está formado por moléculas $A_m B_n$ ó una mezcla análoga, su sección eficaz de frenado $\epsilon_{A_m B_n}$ se puede formular

empleando la regla de Bragg como ⁽⁷⁾:

$$\varepsilon_{A \text{ B}} = m\varepsilon_A + n\varepsilon_B \quad (2.11)$$

donde ε_A y ε_B son los frenamientos de cada componente.

2.2 Espectros RBS.

La retrodispersión de iones a partir de lo visto en el punto anterior, se puede esquematizar en la figura 2.3. Los iones inciden sobre la superficie de la muestra, siendo retrodispersados unos y penetrando otros hasta una profundidad x donde a su vez son retrodispersados y detectados. Suponiendo ángulos coplanares tendremos:

$$E = E_0 - N \int_0^{x/\cos\theta_1} \varepsilon(E_0) dx \quad (2.12)$$

$$E_1 = KE - N \int_0^{x/\cos\theta_2} \varepsilon(KE) dx \quad (2.13)$$

Los iones retrodispersados al llegar a un detector producen la emisión de pulsos ó señales de acuerdo a sus energías. Después la señal pasa por un preamplificador y un amplificador para poder ser analizada por un multicanal, el cual cuenta el número de iones que llegan al detector con una energía entre E y $E + \delta E_1$. A δE_1 se le conoce como el ancho del canal y a cada intervalo se le asigna un número de canal. El número de cuentas ó alturas de cada canal son los que van conformando el espectro.

Consideremos en la muestra un espesor dx (figura 2.4a), tal que la diferencia de energía de los iones retrodispersados que salen de ella sea:

$$\Delta E = KE_0 - E_1 = \delta E_1 \quad (2.14)$$

Suponiendo que dx es muy pequeño podemos tomar a $\epsilon(E)$ como constante en ese intervalo. Entonces de acuerdo con (2.12) y (2.13) tenemos:

$$\delta E_1 = N \left[\frac{K}{\cos\theta_1} \epsilon(E_0) + \frac{1}{\cos\theta_2} \epsilon(KE) \right] dx \quad (2.15)$$

ó de otra forma como

$$\delta E_1 = [\epsilon] N dx \quad (2.16)$$

donde $[\epsilon]$ es el factor de frenamiento.

Además por el tamaño de dx , el cambio esperado en la energía es mínimo. Entonces damos la aproximación superficial de $[\epsilon]$ como:

$$[\epsilon(E_0)] = \frac{K}{\cos\theta_1} \epsilon(E_0) + \frac{1}{\cos\theta_2} \epsilon(KE_0) \quad (2.17)$$

Otro caso es la aproximación promedio, en la que ϵ se evalúa en $\bar{E}_0 = (E_0 + E)/2$ y $\bar{E} = (KE + E_1)/2$, que sustituyendo en $[\epsilon]$ queda:

$$[\bar{\epsilon}] = \frac{K}{\cos\theta_1} \epsilon(\bar{E}_0) + \frac{1}{\cos\theta_2} \epsilon(\bar{E}) \quad (2.18)$$

En el caso de que el haz sea totalmente monoenergético y la muestra uniforme y monocomponente, las alturas de los canales que corresponden a energías mayores de KE_0 van a ser nulas, debido a que no hay partículas retrodispersadas con energías mayores a ésta (figura 2.4b).

Si Ω es el número de iones incidentes en la muestra, la altura H para el canal que corresponde a la energía KE_0 de los que son retrodispersados dentro del ángulo sólido Ω en la dirección θ y suponiendo que el sistema de detección tiene resolución

infinita es:

$$H = Q\sigma(E_0)\Omega Ndx \quad (2.19)$$

ó de acuerdo con (2.16), también como:

$$H = Q\sigma(E_0)\Omega\delta E_1 / [\varepsilon(E_0)] \quad (2.20)$$

Cuando la retrodispersión se produce a una profundidad x , tomamos un espesor dx' (figura 2.5), de tal manera que produzca en los iones un cambio de energía $\delta(KE)$, el cual luego de considerar la pérdida de energía al cruzar el espesor x de salida produzca un cambio de energía afuera de la muestra igual a δE_1 .

La altura para el canal correspondiente a E_1 en analogía con (2.19) y (2.20) será entonces:

$$H(E_1) = Q\sigma(E)\Omega Ndx' \quad (2.21)$$

o bien

$$H(E_1) = Q\sigma(E)\Omega\delta(KE) / [\varepsilon(E)] \quad (2.22)$$

La inconveniencia de esta última relación es que $\delta(KE)$ no se puede medir. Por lo cual hay que escribirla en forma que dependa de E_0 y E_1 , que se pueden conocer.

Si δE_1 es pequeño podemos aproximar $\delta(KE) = \varepsilon(KE)$ y $\delta E_1 = \varepsilon(E_1)$, con lo que:

$$\delta(KE) = \varepsilon(KE) \delta E_1 / \varepsilon(E_1) \quad (2.23)$$

Sustituyéndola en (2.22) tenemos:

$$H(E_1) = Q\sigma(E)\Omega \frac{\delta E_1}{[\varepsilon(E)]} \frac{\varepsilon(KE)}{\varepsilon(E_1)} \quad (2.24)$$

en la que E depende de E_0 y E_1 , pudiendo obtenerse a partir de ellos.

A medida que E_1 sea menor, las alturas van siendo mayores debido a que la sección eficaz dada por (2.7) es mayor a medida

que la energía es menor.

En el caso de una película P sobre un sustrato S, ambos de un sólo elemento (figura 2.6a), la forma del espectro puede ser de varios tipos.

Cuando P es más pesada que S, el espectro es similar al de la figura 2.6b . Como el factor cinemático K es cada vez menor a medida que el material es más ligero , las partículas dispersadas por P van a poseer mayor energía que las de S.

Si P es delgada y más ligera que S, el espectro es parecido al de la figura 2.6c , puesto que la energía de los iones dispersados por P puede ser igual a la de algunos que son retrodispersados a cierta profundidad de S, habiendo entonces una superposición de los espectros de S y P.

En la figura 2.6d se muestra el espectro para una P más ligera que S, pero muy gruesa, así como también para el caso de S poco más pesada que P. El caso opuesto en masas se muestra en la figura 2.6e.

Por último indicamos que a medida que la película y el sustrato no sean simples, la complejidad de los espectros aumenta.

2.3 Medida de espesores de películas delgadas con espectroscopia RBS.

A partir de los espectros RBS es posible obtener información sobre la composición y espesor de las películas delgadas. Aquí sólo discutiremos lo segundo.

Cuando el sustrato es mucho más ligero que la película, las

alturas correspondientes a ella no se superponen con las del sustrato (figura 2.6b). Aplicándole la aproximación superficial (2.17), tendremos que el cambio de energía ΔE debido al espesor t (figura 2.7) es:

$$\Delta E = [\epsilon(E_0)]Nt \quad (2.25)$$

Análogamente, tomando la aproximación promedio (2.18) tendremos:

$$\Delta E = [\bar{\epsilon}]Nt \quad (2.26)$$

En la figura 2.8 se muestra la dependencia de ΔE contra t de manera lineal con $[\epsilon(E_0)]$ y no lineal con $[\bar{\epsilon}]$, por medio de la cual podemos estimar el espesor de la película una vez que determinamos ΔE .

Los valores de KE_0 y E_1 para calcular ΔE se obtienen directamente del espectro. Pero por las fluctuaciones en la energía, la resolución del sistema de detección y las irregularidades en la película, el espectro tiene caídas suaves ó se asemeja a una gaussiana (figura 2.9), con lo que para determinar ΔE se toman los valores medios en las caídas del espectro.

En el caso de espectros gaussianos ó en los que las alturas no varíen mucho puede emplearse el método de áreas para determinar el espesor de la película. En ellos la altura del espectro está dada por (2.20) y el área bajo la curva es:

$$A = H \Delta E / \delta E_1 \quad (2.27)$$

Sustituyéndole (2.20) y (2.25), el área viene siendo proporcional al espesor

$$A = Q\sigma(E_0)Nt \quad (2.28)$$

con la cual puede calcularse el espesor.

En caso de que las alturas varíen notablemente puede emplearse este método con algunas correcciones.

Otra manera de medir el espesor es escribiendo ΔE a partir

de la figura 2.7 como:

$$\Delta E = K_p \Delta E_{ent} + \Delta E_{sal} \quad (2.29)$$

en donde ΔE_{ent} es el cambio en la energía de los iones al atravesar la película; ΔE_{sal} es el cambio después de ser retrodispersada en el extremo de la película y salir de ella, y K_p es el factor cinemático de la película.

Conociendo el $\epsilon(E)$ de la película, por medio de (2.12) y (2.13) e integrando, es posible obtener ΔE_{ent} y ΔE_{sal} , así como consecuentemente, ΔE .

De esta forma es posible crear una tabla con una serie de valores que indiquen el ΔE para una cierta energía de incidencia y espesor de la película. Entonces midiendo ΔE directamente en el espectro, luego puede compararse su valor con los de la tabla para determinar su espesor.

Cuando la película es mucho más ligera que el sustrato, los espectros se superponen (figura 2.6c), resultando un poco más complicado calcular su espesor. Para emplear alguno de los métodos anteriores es necesario restar las alturas del sustrato para poder trabajar con las de la película.

Alternativamente en ocasiones puede ser más conveniente determinar el corrimiento en energía $\Delta E'$, de la caída en el espectro del sustrato cuando tiene y no tiene película. De la figura 2.10 tenemos:

$$\Delta E' = K_s \Delta E_{ent} + \Delta E_{sal} \quad (2.30)$$

con ΔE_{ent} igual que en (2.29) y ΔE_{sal} similar pero con la retrodispersión en el comienzo del sustrato, y K_s es el factor cinemático del sustrato.

Entonces, comparando el valor de $\Delta E'$ medido con el posible

calculado en tablas es posible la determinación del espesor de la película.

Cuando la película no está formada por un sólo elemento puede uno considerar la parte del espectro correspondiente a los elementos que mejor se resuelven y con ellos practicar el método que más convenga.

2.4 Resolución de la espectroscopía RBS.

En la práctica no es posible tener haces de partículas completamente monoenergéticos. En ellos, la energía de los iones está distribuida en forma gaussiana en torno al valor promedio.

A su vez, al pasar el haz por el interior de la muestra, aumenta la dispersión en torno al valor medio (figura 2.11), debido a que los iones sufren diferentes interacciones en la muestra, perdiendo unos más energía que otros. Este fenómeno se denomina en inglés *energy straggling*, que da como resultado fluctuaciones en las energías de los iones que llegan y salen de la muestra.

La teoría más sencilla para explicar estas fluctuaciones en la energía se debe al físico Niels Bohr, indicando en ella que la variancia Ω_B^2 en la distribución de energías por el *straggling* para incidencia normal del haz, está dada como:

$$\Omega_B^2 = 4\pi(Z_1 e^2)^2 N Z_2 t \quad (2.31)$$

donde los términos ya han sido definidos con anterioridad. Esta cantidad sólo depende de la densidad de electrones por unidad de área, $N Z_2 t$, en la muestra.

Estas fluctuaciones afectan la forma de las caídas del

espectro. Para el caso de las partículas que son dispersadas por la superficie, la fluctuación en el espectro (figura 2.12), se debe principalmente a la variancia que tiene el haz Ω_{haz}^2 después de ser retrodispersado y a la producida por el sistema de detección Ω_{det}^2 . La suma de estas dos nos da la variancia Ω_{r}^2 para las fluctuaciones en la resolución del sistema.

Las correspondientes a los iones retrodispersados en el extremo de la muestra tienen una variancia debida al stragglings Ω_{s}^2 relacionada a su vez con la que tienen cuando entran en la muestra Ω_{ent}^2 al ser retrodispersados y al salir de ella Ω_{sal}^2 . La cual sumada con la debida a la resolución, nos da una variancia para estas fluctuaciones $\Omega_{\text{s+r}}^2 = \Omega_{\text{s}}^2 + \Omega_{\text{r}}^2$.

En la figura 2.12 se muestran las desviaciones normales en las caídas de un espectro RBS de acuerdo con lo anterior.

Además de las fluctuaciones en la energía, la resolución en los espectros RBS depende también, entre otras cosas, de la sección eficaz, componentes de la muestra y energía de incidencia.

De acuerdo con (2.5) tenemos que la resolución de las masas de los elementos del blanco depende de la masa del proyectil empleado y de la cercanía del ángulo de dispersión a 180° . Al emplear ^1H se resuelven bien masas menores de 40 umas en el blanco, debido a que el factor cinemático de dispersión comienza a variar muy lentamente para masas mayores. Los ^4He tienen un intervalo mayor de resolución de masas que los ^1H , pero también para elementos muy pesados se va haciendo menor. La mejor resolución de elementos muy masivos se obtiene empleando iones más pesados como ^{12}C , ^{20}Ne y ^{40}Ar .

En los espectros se desea tener las energías correspondientes a cada elemento en forma separada. Así, cuando los espectros son como los de la figura 2.6e (película más pesada que el sustrato con espectros superpuestos), se logra eliminar la superposición

aumentando la energía de los iones.

A su vez, la resolución en el espesor depende también de la masa y de la energía de la partícula incidente. Los protones pueden usarse para analizar mayores espesores, que los ^4He con la misma energía, por su menor frenamiento.

De esta manera tenemos que la resolución en las masas del blanco es mejor a medida que sea mayor la masa y la energía del proyectil, así como también la resolución en energías del sistema de detección. Para un detector de barrera superficial se obtienen mejores resolución empleando ^1H y ^4He , al mantener la resolución del sistema independiente de la energía de incidencia, en comparación con los iones pesados como ^{12}C , que disminuye a medida que aumenta la energía de incidencia. Por este motivo se ha encontrado que el intervalo más amplio de resolución de masas se obtiene al emplear iones de ^4He ⁽⁶⁾, siendo éstos los más usados. Además los iones pesados producen daños mayores en el detector, que los ligeros, acortando considerablemente su vida útil.

En el caso de una película muy delgada y muy ligera en comparación con la masa del sustrato, las alturas de su espectro a bajas energías prácticamente no se distinguen de las del sustrato. Esto es debido a que las fluctuaciones en la energía y la dependencia en la sección eficaz del número atómico, ocasionan que se pierda su espectro en el del sustrato.

Así también cuando tenemos una muestra compuesta en su mayoría por elementos pesados, las concentraciones de los elementos ligeros no se llegan a distinguir, por lo que para lograrlo en el caso de la superficie ó de una película delgada, aumentamos la distancia que recorren los iones en ella. Esto se puede, haciendo incidir el haz en la película con un ángulo θ_1 próximo a los 90° (figura 2.13), aumentando de esta manera el número de colisiones con dichas concentraciones.

La espectroscopia RBS es útil para la determinación y distinción de espesores de películas delgadas formadas por mezclas ó compuestos que contienen al mismo elemento del que está hecho el sustrato. Por ejemplo, en una película de SiO_2 sobre Si (figura 2.14), es posible distinguir la parte del espectro correspondiente al Si de la película, siendo también aplicable alguno de los métodos con RBS para medir su espesor.

Por último, como se ha mencionado, a medida que aumenta el número de elementos diferentes en el blanco la forma del espectro se vuelve cada vez más complicada, que aunado con el *stragglng* degenera en una pérdida de información sobre la muestra analizada, sobre todo a muy bajas energías (menores de 1 Mev). Es por ello que la espectroscopia RBS no es buena para analizar sustancias formadas por muchos elementos (dependiendo de sus masas, concentraciones, distribución en la muestra y energía de incidencia de los iones), como es el caso de sustancias orgánicas.

2.5 Fundamentos de espectroscopia PIXE.

La espectroscopia PIXE es otro método de análisis de la materia. Consiste en analizar la energía de los rayos X inducidos en los átomos de la muestra por un haz de iones, de donde vienen las siglas (en inglés) del nombre del método (Particle Induced X-Ray Emission).

En un átomo los electrones se encuentran distribuidos en torno al núcleo en capas ó niveles discretos de energía denotados con los números enteros $n = 1, 2, 3, \dots$ llamados también números cuánticos principales, a los cuales se les acostumbra también denotar con las letras K, L, M, N, \dots respectivamente. A la capa K le corresponde la menor energía, aumentando gradualmente para los siguientes niveles.

Cada nivel n de energía del átomo está a su vez dividido en $l = 2n-1$ subniveles. Para distinguir estos subniveles cuando las capas electrónicas son denotadas con letras, se les ponen los subíndices 1, 2, 3, ... para cada subnivel (figura 2.15). Por ejemplo la capa K no tiene subniveles, pero en la L hay tres subniveles denotados L_1 , L_2 y L_3 .

Además de los números cuánticos n y l están los números cuánticos magnético m y el espín s , que les corresponden los valores $-l \leq m \leq l$ y $s = -1/2$ ó $1/2$.

En un átomo en estado estable los electrones se encuentran distribuidos en los posibles lugares para cada nivel de energía de acuerdo con el principio de exclusión de Pauli, el cual dice que dos ó más electrones no pueden tener los mismos números cuánticos.

Al adquirir un electrón un excedente de energía, éste puede escapar del átomo dejándolo ionizado y en estado excitado. Entonces algún electrón de niveles más altos tiende a ocupar el lugar dejado vacante, emitiendo un fotón, cuya energía depende de la transición y del tipo de átomo que se trate.

Si la longitud de onda de los fotones emitidos son del orden de 10^{-8} a 10^{-12} m, se les conoce como rayos X y se producen generalmente en las transiciones que involucran vacancias en las capas K y L.

Al grupo de rayos X producidos por vacancias en la capa K se les llama rayos X K y a los producidos por vacancias en la capa L se les llama rayos X L. Estos rayos X se dividen a su vez en subgrupos dependiendo de la capa y de los subniveles involucrados en la transición. En la tabla 2.1 se muestra la nomenclatura para designar las transiciones dominantes en la producción de rayos X.

Como la energía de los rayos X emitidos es característica de la transición en cada átomo, ésta nos puede dar entonces información sobre los elementos químicos que componen la muestra.

La ionización de un átomo puede realizarse por medio de radiación electromagnética, como la luz ultravioleta, rayos X y gamma, ó por la incidencia de partículas como electrones, protones y iones, con los que suministramos energía a los electrones ligados.

La probabilidad de ionizar un átomo se expresa por medio de la sección eficaz de ionización. Análogamente, también definimos la sección eficaz de producción de rayos X para las capas internas (K,L), ligada estrechamente a la anterior, las cuales dependen del átomo y de la forma en que se induce la ionización. Por ejemplo, una de las ventajas que presenta FINE sobre la fluorescencia de rayos X es su mayor sección eficaz de rayos X.

La producción de rayos X K inducidos con iones en la muestra es isotrópica, i.e. son emitidos en cualquier dirección, por la simetría esférica de la capa K. En cambio los rayos X L no son isotrópicos, siendo menor su intensidad en la dirección del haz. Esto es debido a la asimetría esférica de las capas L y a que estas capas tienden a presentar un eje preferencial cuando incide el haz sobre el blanco.

El estudio de la ionización atómica cuando se induce por iones pueda hacerse en forma cuántica⁽⁸⁾ ó con aproximaciones clásicas. En este trabajo para la sección eficaz de ionización de capas internas empleamos el escalamiento de la sección eficaz dado por Garcia⁽⁹⁾, a partir de la teoría clásica de colisión binaria por su sencillez y buenos resultados.

Esta teoría de colisión binaria consiste en suponer que la ionización se produce por un cambio de energía debido a la interacción coulombiana entre la partícula incidente y el electrón. De la sección de dispersión coulombiana clásica, que es igual a la cuántica, obtenemos la sección eficaz diferencial de cambio de energía entre las partículas, la cual integrándola entre la energía de ionización y la máxima que se le puede transferir al electrón en un determinado nivel, tenemos la probabilidad de

expulsar un electrón de la capa en cuestión. Considerando además la distribución de los momentos de los electrones en cada capa, así como las correcciones debidas a la repulsión entre núcleo y el ion, se obtiene una expresión para la sección eficaz de ionización.

Esta sección de ionización que se obtiene tiene la ventaja de que puede escribirse en forma universal, i.e. es la misma para cualquier tipo de blanco, de acuerdo con las energías de incidencia de los iones y de ionización de cada capa, como ⁽⁹⁾:

$$u_i^2 \sigma = z_1^2 f(E/\lambda u_i, \lambda) \quad (2.32)$$

donde σ es la sección de ionización, u_i es la energía de ionización de la capa i , E la energía de incidencia del ion, z_1 su número atómico, λ la razón entre la masa del electrón y del protón (m_p/m_e) y f es una función universal.

De esta manera podemos también obtener una relación semiempírica entre $u_i^2 \sigma$ ($i = K$ ó L) y $E/\lambda u_i$, ajustando a datos experimentales un polinomio de grado m (figura 2.16), expresado en la forma ⁽¹⁰⁾:

$$\log \left[\frac{\sigma u_i^2}{z_1^2} \right] = \sum_{n=0}^m b_n \left[\log \left(\frac{E}{\lambda u_i} \right) \right]^n \quad (2.33)$$

a partir del cual podemos conocer σ . En el caso de la capa L tenemos que:

$$u_L = \frac{1}{4} (u_{L1} + u_{L2} + 2u_{L3}) \quad (2.34)$$

La sección eficaz de producción de rayos X, σ_x , para las transiciones a la capa K está dada por:

$$\sigma_x(E) = \sigma(E) \omega_K \quad (2.35)$$

donde ω_K es la fluorescencia ó probabilidad de emisión de rayos X correspondientes a la K , por la vacancia producida en esta capa.

En el caso de la sección de rayos X para la L tenemos que la

fluorescencia es igual a la suma de las contribuciones de cada subcapa, por lo que esta puede expresarse en forma conveniente como:

$$\sigma_x(E) = \sigma(E) \bar{\omega}_L \quad (2.36)$$

donde $\bar{\omega}_L$ es su fluorescencia promedio, para evitar el uso de expresiones más complicadas.

Además por la dependencia que hay entre σ y E , va a tener importancia la sección eficaz de frenado $\epsilon(E)$ en la producción de rayos X en el interior de la muestra (ver sección 2.1).

Los rayos X producidos en la muestra también son absorbidos por ella misma, lo cual produce una atenuación en su intensidad. En una muestra homogénea la atenuación de los rayos X es proporcional a su intensidad I , como:

$$\frac{dI}{dx} = -\mu I \quad (2.37)$$

donde x es la distancia que recorren los rayos X en el material y μ es el coeficiente de atenuación. Entonces la intensidad estará dada como:

$$I = I_0 e^{-\mu x} \quad (2.38)$$

en el que I_0 es la intensidad inicial.

Esta atenuación de la intensidad en la muestra se debe a la interacción de los rayos X con el resto de los átomos, como es el caso del efecto fotoeléctrico, Compton y fluorescencia, en bajas energías. Así, la μ está relacionada con las secciones eficaces de producción de cada efecto por átomos como:

$$\mu = (\sigma_{\text{foto}} + \sigma_{\text{comp}} + \sigma_{\text{fluo}}) G \quad (2.39)$$

donde G es una constante relacionada con el número de átomos en dx que pueden interactuar con los rayos X producidos.

Para muestras formadas por mezclas ó compuestos de la forma $A_n B_m$, el coeficiente de atenuación total se expresa como:

$$\mu_{\text{tot}} = n\mu_A + m\mu_B \quad (2.40)$$

en forma similar a la regla de Bragg (2.11).

Estos efectos que disminuyen la intensidad de los rayos X son responsables a su vez de la producción de radiación secundaria, la cual, junto con el *bremsstrahlung* debido al frenamiento de los iones con los núcleos, producen una radiación de fondo.

El *bremsstrahlung* producido por los iones aumenta a bajas energías debido a la relación de su sección eficaz inversamente proporcional a la energía. Pero a partir de una energía $E_x = (4m/M)E$ donde E es la máxima energía transferida a un electrón libre de masa m por un proyectil de masa M, este *bremsstrahlung* comienza a disminuir y a ser producido en su mayoría por los electrones.

En las radiaciones producidas por el *bremsstrahlung* se ha observado que estas no son isotrópicas⁽¹⁰⁾, sobre todo la debida a los electrones, disminuyendo a medida que se aproximan a la dirección opuesta a la de incidencia del haz

Cuando los proyectiles tienen suficiente energía para excitar a los núcleos, estos emiten rayos γ . Estos rayos γ tienen el inconveniente de que al llegar a un detector de rayos X producen efecto Compton en él.

Los rayos γ generalmente son emitidos por átomos con $Z \geq 30$ y energías entre 3 a 5 MeV, con una sección eficaz mayor para iones pesados. Estas radiaciones se evitan empleando protones y más bajas energías.

Los rayos X emitidos por un blanco en la dirección θ (figura 2.17), llegan a un detector de estado sólido, el cual emite un

pulso de acuerdo con la energía del fotón, que después de adecuarlo electrónicamente es enviado a un analizador multicanal, en el que obtenemos el espectro (ver sección 2.2).

El espectro PIXE consiste prácticamente en una serie de picos correspondientes a las líneas de emisión, de rayos X característicos de cada elemento, superpuestos sobre la radiación de fondo.

Los picos de un espectro PIXE tienen una forma gaussiana debido a las fluctuaciones en energía del sistema de detección (ver sección 2.4), la cual afecta directamente la resolución del espectro.

La radiación que absorbe la ventana del detector, así como la que produce, también afectan la resolución del espectro. El mylar es el material más empleado para la ventana del detector, por su estructura compuesta de elementos ligeros que emiten poca radiación y por su alta resistencia que les permite tener un espesor pequeño, absorbiendo poca radiación.

En la figura 2.18 se muestra el espectro PIXE de una aleación metálica para protones de 650 keV. En ella se muestran los picos correspondientes a los rayos X de los elementos más abundantes en la muestra.

2.6 Análisis cuantitativo de los espectros PIXE.

El número de fotones ó rayos X N_x , producidos por una muestra homogénea en el espesor dz a la profundidad z (figura 2.19), correspondientes a una línea de emisión determinada de un elemento es:

$$dN_x = Q \frac{\Omega}{4\pi} \rho \epsilon \sigma_x(E(z)) e^{-\mu z / \cos\theta} \quad (2.41)$$

donde Q es el número de iones incidentes, ϵ la eficiencia del detector, ρ la densidad de átomos del elemento en cuestión y los demás términos ya han sido definidos.

Entonces el número total de rayos X producidos estará dado por:

$$N_x = Q \frac{\Omega}{4\pi} \rho \epsilon \int_0^{z_{\max}} \sigma_x(E(z)) e^{-\mu z / \cos\theta} dz \quad (2.42)$$

en la que z_{\max} es la profundidad máxima a la que penetran los iones en la muestra. Esta relación también la podemos escribir en términos de la sección de ionización σ en lugar de la de producción de rayos X σ_x , como:

$$N_x = Q \frac{\Omega}{4\pi} \rho \epsilon \omega_j \int_0^{z_{\max}} \sigma(E(z)) e^{-\mu z / \cos\theta} dz \quad (2.43)$$

en la que ω_j puede ser ω_K ó $\bar{\omega}_L$, dependiendo de la línea de emisión.

En los espectros PIXE la posición de los picos es propia de las líneas de emisión de cada elemento, por lo que su posición no varía en el espectro independientemente de las profundidades a los que se encuentren los elementos en la muestra. Esto es una ventaja, pues la forma del espectro a medida que hay varios elementos en la muestra no se vuelve muy complicada como en los de RBS.

Los espectros PIXE presentan el inconveniente de que hay líneas de emisión de algunos átomos que tienen la misma energía que la de otras líneas de distintos átomos. Por ejemplo, la $K_{\alpha 1}$ del potasio tiene energía de 3.314 keV y la $L_{\rho 1}$ del cadmio tiene 3.317 keV, dando como resultado una superposición de los picos, lo

que presenta problemas para distinguir uno de otro.

Si hay muchos elementos diferentes en la muestra, estas superposiciones aumentan, disminuyendo la información del espectro. Motivo por el cual, en la mayoría de las aplicaciones prácticas no se detecten más de 10 a 15 elementos sin que existan estos problemas⁽¹⁰⁾, que aun así, en comparación con RBS, es un número bastante grande.

La resolución de los picos de un espectro PIXE depende también de qué tan cerca se encuentren de la región de mayor eficiencia del detector (figura 2.20a). Esto conduce a que las líneas de emisión L de elementos ligeros, que tengan una energía menor que la de la región de mayor eficiencia, sus picos no van a ser del todo bien resueltos en el espectro, por lo que para estos elementos sólo vamos a tener información de sus líneas K (figura 2.20b). En cambio, para los elementos muy pesados cuyas líneas K tengan una energía mayor que la de la región de mayor eficiencia, sólo vamos a tener información de sus líneas L que si se encuentran en esta región (figura 2.20c).

Aunque la sección de ionización de elementos ligeros es mayor que la de los pesados, en una muestra compuesta por elementos pesados, los picos correspondientes a las trazas de los ligeros van a tener una menor resolución en el espectro, debido a que los pesados absorben la mayor parte de los rayos X y producen más *bremstrahlung*.

Para aumentar la altura de los picos, así como su resolución, de los rayos X de elementos ligeros en la superficie de una muestra, hay que hacer incidir el haz de iones con un ángulo θ_{inc} cercano a 90° . Con ello aumentamos la distancia que recorren los iones en la muestra, produciendo mayor cantidad de rayos X en estos elementos, en una forma análoga con RBS (figura 2.13).

2.7 Medida de espesores de películas delgadas con espectroscopia PIXE.

En el caso de un sustrato con una película superpuesta, ambos monocomponentes, tendremos que el número de rayos X inducidos en el sustrato que se detecten será menor que si no hubiera película. Esto es debido, a que como la sección eficaz de ionización tiene una variación muy violenta con la energía del proyectil abajo de 1 Mev (ver figura 2.12), una variación pequeña en la energía del protón disminuye mucho la sección eficaz.

En la figura 2.21 comparamos el espectro PIXE de un sustrato formado por el elemento B con una película superpuesta de espesor t , formada por el elemento A, con otro similar pero con una película de espesor $2t$. A partir de esta figura podemos ver que esta disminución en la intensidad de los picos correspondientes a los rayos X del sustrato nos puede dar información sobre el espesor de la película.

En el caso de que el sustrato y la película no sean monocomponentes, en el espectro habrá más picos, pero siempre cumpliendo con una disminución en su intensidad los provenientes del sustrato dependiendo del espesor de la película, en forma análoga a lo anterior.

La medición del espesor t de una película delgada, con base en lo anterior, puede realizarse cuantificando la disminución del número de rayos X inducidos en el sustrato que llegan al detector, con respecto al caso en el que no tiene película superpuesta, puesto que esa disminución está en relación con el espesor de la película.

Para determinar esta disminución en la intensidad de los rayos X producidos en el sustrato, definimos la razón R , dada como:

$$R = \frac{N_x^p}{N_x} \quad (2.44)$$

donde N_x^p es el número de rayos X inducidos en el sustrato cuando tiene película y N_x es cuando no tiene. De esta forma eliminamos la dependencia en la eficiencia del detector, el ángulo sólido que subtende el detector y la ω_j . Así de (2.43) tenemos que:

$$R = \frac{\int_0^{z_1} \sigma(E(z/\cos\theta_{inc})) e^{-\mu z/\cos\theta} dz}{\int_0^{z_1} \sigma(E(z/\cos\theta_{inc})) e^{-\mu z/\cos\theta} dz} \quad (2.45)$$

donde z_0 y z_1 se muestran en la figura 2.22.

Por medio de una expresión para la pérdida de energía por parte de los iones en la película y en el sustrato, así como la sección eficaz de ionización dada por (2.33), es posible calcular numéricamente R a partir de (2.45). Con ello, podemos obtener una serie de curvas de R contra la energía de incidencia de los iones sobre la muestra, para películas con diferentes espesores.

Procediendo de esta manera, tenemos entonces, que midiendo el valor de R experimentalmente y relacionándolo con las curvas anteriores, es posible estimar el espesor de la película.

Todo este análisis anterior fue hecho para películas y sustratos monocomponentes. En el caso de no serlo, puede emplearse este procedimiento tomando el pico de la línea de emisión del elemento del sustrato que mejor se resuelva en el espectro y realizar el mismo análisis, ó así como también, con varios picos, para tener mejores resultados. Es fundamental conocer la composición de la muestra.

Por la forma más ventajosa como se resuelven los diferentes

elementos componentes de una muestra con PIXE que con RBS, tenemos que para películas y sustratos multicomponentes el método PIXE para medir el espesor de la película resulta mejor. Además, cuando la película está formada por algún compuesto que contenga un elemento del que está hecho el sustrato (figura 2.14b), resulta más fácil distinguir la disminución en la energía de los rayos X del sustrato empleando el método PIXE para medir el espesor, que ajustar en un espectro RBS la parte correspondiente a la caída debida al sustrato.

La desventaja que presenta este método de medida de espesores de películas delgadas empleando PIXE, es cuando tenemos una película formada por elementos pesados sobre un sustrato ligero. En este caso debido al mayor frenamiento que sufren los iones al atravesar la película la cantidad de rayos X que van a producir en el sustrato va a ser menor. Además estos rayos X producidos en el sustrato son en parte absorbidos por la película al salir de la muestra, lo que junto con el *bremstrahlung*, hacen que la resolución de los picos correspondientes a las líneas de emisión del sustrato no tengan una buena resolución en el espectro, y de esta manera no se pueda obtener una medida confiable de la razón R.

Por último, para este caso anterior puede pensarse en otro método para medir el espesor de la película, el cual consiste en medir la cantidad de rayos X inducidos en la película, en lugar del sustrato, y compararlo con valores teóricos obtenidos a partir de (2.43) para diferentes energías de incidencia y espesores de la película. Pero esta forma de hacerlo presenta el inconveniente de que el cálculo depende de Ω , ϵ , ω_j y Q , los cuales deben de ser conocidos con mucha exactitud.

CAPITULO III

EXPERIMENTO PROPUESTO Y CALCULOS

3.1 Presentación del experimento.

En el capítulo anterior mostramos las espectroscopías RBS y PIXE, así como también su aplicación en la medición de espesores de películas delgadas, junto con una discusión de la resolución de cada una de ellas.

Para que una comparación de los dos métodos de medición de espesores sea completa, se requiere de un análisis experimental que fundamente la discusión anterior, puesto que la utilidad de cada uno depende de como concuerden las predicciones con lo real, en diversas situaciones.

Entonces se realizó la medición del espesor de una película delgada de aluminio sobre un sustrato de tungsteno (Al/W) con estos dos métodos a energías de proyectil de 100 a 700 keV.

Se escogió una película y sustrato monocomponentes por tratarse de un primer estudio comparativo, además de que también se consideró el caso extremo de una película ligera en un sustrato pesado, en el que RBS tiene problemas para resolver el espectro correspondiente a la película.

En cada uno de estos dos métodos se requiere de una serie de cálculos previos a la medición del espesor, como son el

frenamiento de los iones en la película y la producción de rayos X del sustrato, por lo que en las siguientes dos secciones mostramos la forma en que se hicieron estos cálculos para cada uno de los métodos.

3.2 Cálculos para medir los espesores con RBS.

En la figura 3.1 mostramos el espectro RBS, simulado con un programa de computadora, para una película de Al/W de 1000 Å con protones incidentes de 400 keV. Por medio de una flecha mostramos el lugar del espectro en la que se encuentra superpuesta la parte correspondiente al espectro de la película, la cual prácticamente es difícil de distinguir.

Este programa de simulación de espectros RBS se encuentra listado en el apéndice A y considera que el haz incidente sobre la película es totalmente monoenergético, así como también que la resolución del sistema de detección es infinita. Por estos motivos es de esperarse que en la realidad el pico correspondiente a la película en la figura 3.1 sea prácticamente imposible de distinguir por las fluctuaciones en la energía del haz y en el sistema de detección.

Entonces para medir el espesor de la película de Al/W la forma más conveniente es calculando el corrimiento en energía de la caída del espectro del sustrato cuando tiene y no tiene película superpuesta (sección 2.3).

La expresión para este corrimiento en energía $\Delta E'$ dado por (2.30), la volvemos a escribir:

$$\Delta E' = K_s \Delta E_{ent} + \Delta E_{sal} \quad (3.1)$$

Para calcular el cambio en las energías ΔE_{ent} con (2.12) y ΔE_{sal}

con (2.13), empleamos la fórmula semiempírica de Montenegro⁽¹¹⁾ de la sección electrónica de frenamiento de protones en materia $\sigma_0(E)$, la cual está dada como:

$$\begin{aligned} \sigma_0 = & K\gamma\sqrt{E} \exp(-\gamma\sqrt{E}) + a(\gamma\sqrt{E})^{-2} \log(1 + b(\gamma\sqrt{E})^2) - \\ & - c(1 + d\gamma^2 E)^{-1} + f\gamma^4 E^2 (1 + e\gamma^2 E) - \\ & - \beta (g\gamma^2 E)^{3/2} / 6b^2 (1 + g\gamma^2 E)^4 \end{aligned} \quad (3.2)$$

donde $a = 8\pi a_0^2 I_H Z$; $b = 4I_H / \langle I \rangle$; $c = ab$;

$d = K/c + b/2 + Z^*/9Z$; $e = 3b^2 d / (Z^{1.4} b d^2 + b^2 + d^2)$;

$f = c e^3 / d$; $\beta = a / (9.5616 Z)$; $g = 2\beta / 3c$

$$\gamma = \sqrt{m_0 / (m_p I_H)}$$

En estos últimos términos tenemos que a_0^2 es el radio de Bohr, I_H es la energía de ionización del átomo de hidrógeno, Z es el número atómico de los átomos del blanco, Z^* es el número de electrones externos de los átomos del blanco con velocidades del orden de la de Bohr, $\langle I \rangle$ es la energía media de ionización de los átomos del blanco, K es una constante relacionada con la interacción del proyectil con los electrones del blanco y por último m_0 y m_p son las masas del electrón y del protón respectivamente.

Los valores de $\langle I \rangle$, Z , Z^* y K , los tomamos de la tabla 1 del artículo de Montenegro⁽¹¹⁾. El factor cinemático del sustrato K_0 lo obtenemos de la ecuación (2.5).

Con esta expresión para el frenamiento y por medio de integración numérica por el método de áreas, calculamos ΔE_{ent} y ΔE_{sal} . Luego, sustituyendo en (3.1) obtenemos el corrimiento en la energía de la caída en el espectro del sustrato y la energía E_1 con la que salen de la muestra los protones retrodispersados por la primera capa del sustrato en la interface.

En el apéndice B se encuentra listado un programa de

computadora que calcula de acuerdo con lo anterior la pérdida de energía de los protones al atravesar una película con determinado espesor. A partir de este programa podemos obtener una tabla con una serie de valores para la energía E_1 con la que salen de la muestra protones con determinadas energías de incidencia en varios tipos de películas con diferentes espesores.

De esta manera, para la película de Al/W tenemos que los valores de los parámetros necesarios para calcular el corrimiento $\Delta E'$ son:

$\langle I \rangle = 162 \text{ eV}$; $Z = 13$; $Z^* = 11$; $K = 20.754 \times 10^{-5} \text{ eV cm}^2/\text{atomo}$;
y $K_{\alpha} = 0.979$.

Los valores de E_1 que se obtienen de esta forma, con las condiciones en las que fue bombardeada la película de Al/W para diferentes espesores, se muestran en la gráfica 4.2 del siguiente capítulo, junto con los valores experimentales que se obtuvieron al medir el espesor de la película con RBS. Entonces comparando la energía E_1 medida en el laboratorio con los de la gráfica podemos estimar el espesor de la película.

3.3 Cálculos para medir espesores con PIXE.

La medida del espesor de la película de Al/W se realizó por medio del cálculo de la razón R dada por (2.45), entre los rayos X producidos en el sustrato con película superpuesta y sin ella.

En la figura 3.2 se muestra la curva de eficiencia del detector de estado sólido de silicio litio que se empleó para medir el espesor de la película con PIXE⁽¹²⁾ (ver sección 4.3). A partir de esta figura podemos notar que los picos correspondientes a la K_{α} de tungsteno (58.65 keV) no caen en la región de mayor

eficiencia del detector, mientras que los picos de la L_{α} (0.87 keV), sí caen en esta región. Es por este motivo, así como también, al hecho de que la sección eficaz de rayos X correspondientes a las líneas de emisión L es mayor que para las K, que los picos de las líneas L se resuelven mejor en el espectro, por lo que sólo prestamos atención a esta línea de emisión.

Con el fin de comparar sus resultados, el cálculo de R se realizó de dos maneras diferentes. Una empleando la sección de ionización de capas L en forma universal (2.33) de Johansson y la otra por medio de la sección eficaz de rayos X correspondientes a la L_{α} del tungsteno, dada por el ajuste de un polinomio de segundo grado a una serie de datos experimentales, realizado por A. Oliver y J. Miranda⁽¹³⁾.

Los valores de los coeficientes para la sección de ionización de Johansson⁽¹⁰⁾ son :

$$b_0 = 3.6082 ; \quad b_1 = 0.37123 ; \quad b_2 = -0.36971 ; \quad b_3 = -7.8593 \times 10^{-4} ; \\ b_4 = 0.0025063 ; \quad b_5 = 0.0012613.$$

El polinomio ajustado por A. Oliver y J. Miranda es de la forma:

$$\log \sigma = \sum_{i=0}^2 a_i \log E \quad (3.3)$$

donde el valor de los coeficientes es:

$$a_0 = 1.739 ; \quad a_1 = 2.557 \quad \text{y} \quad a_2 = -0.4972 .$$

En el apéndice C se muestra el listado de un programa de computadora que calcula la integral (2.43) de producción de rayos X en el sustrato de tungsteno con la sección de ionización de Johansson (para calcularlo con el polinomio de segundo grado basta con intercambiar una por otra). En este programa la pérdida de

energía de los protones a cierta profundidad en el sustrato es calculada con el frenamiento dado por Montenegro como en la sección anterior.

De esta manera, con el programa de pérdida de energía (apéndice B), calculamos la energía de los protones después de atravesar la película de aluminio; y con el de producción de rayos X obtenemos la intensidad de los rayos X producidos en el sustrato cuando tiene y no tiene película.

Luego, con estas intensidades y multiplicando la de los rayos X que atraviesan la película por la atenuación que sufren en ella, $\exp(-\mu_p z)$, donde μ_p es el coeficiente de absorción de la película y z es la distancia que recorren en ella, obtenemos el cociente R.

Los valores de los parámetros necesarios para calcular R de la película de Al/W, a diferentes espesores y energías de incidencia, son los siguientes:

Para la pérdida de energía de los protones en el sustrato tomamos del artículo de Montenegro⁽¹¹⁾:

$\langle I \rangle = 695 \text{ eV}$, $Z = 74$, $Z^* = 28$ y $K = 22.853 \times 10^{-5} \text{ eV cm}^2/\text{atomo}$;

para la pérdida de energía en la película tomamos los mismos valores que en la sección 3.2; para las energías de ionización de las capas L del tungsteno⁽¹⁴⁾, tenemos:

$u_{L1} = 12\,099.8 \text{ eV}$, $u_{L2} = 11\,544.0 \text{ eV}$ y $u_{L3} = 10\,206.8 \text{ eV}$;

la densidad de masa del tungsteno⁽¹⁵⁾ es; $\rho = 19.25 \text{ gr/cm}^3$; la densidad del aluminio⁽¹⁵⁾ es $\rho_A = 6.3 \times 10^{22} \text{ atomos/cm}^3$; y los coeficientes de absorción de los rayos X L del tungsteno por el tungsteno y el aluminio⁽¹⁵⁾ son respectivamente $\mu = 152.032 \text{ cm}^2/\text{gr}$ y $\mu_p = 44.369 \text{ cm}^2/\text{gr}$.

La dependencia de R con la energía de los protones incidentes, calculada de esta forma, para diferentes espesores de la película se muestran en la gráfica 4.3, junto con los valores experimentales que se obtuvieron al medir el espesor con PIXE.

CAPITULO IV

EXPERIMENTO, RESULTADOS Y DISCUSION.

4.1 Preparación de las muestras.

Las películas de aluminio fueron preparadas por el método de evaporación (ver introducción), sobre tres sustratos de tungsteno.

Antes de evaporar sobre los sustratos fue necesario pulirlos hasta contar con una superficie lo más lisa posible, con el fin de que las películas depositadas sean lo más uniformes posible.

Luego los sustratos fueron colocados en el interior de una campana de vacío, junto con un filamento de tungsteno en forma de canasta cubierto con el aluminio a evaporar, puesto en la parte superior de dos soportes, arriba de los sustratos (figura 4.1).

Como el aluminio puede reaccionar químicamente con el oxígeno presente, formando una capa de óxido entre el sustrato y la película, se empleó un sistema de vacío compuesto por bombas de adsorción, iónica y de sublimación de titanio, que resultan ser más limpias que las mecánicas y difusoras, al producir mayores vacíos y no emitir gases.

La evaporación del aluminio se llevó a cabo cuando el vacío fue de poco menos de 10^{-9} torr.

El espesor de la película puede estimarse al evaporar el

material suponiendo que éste se difunde en el espacio en forma radial, como proveniente de una fuente puntual. Entonces, por conservación de la masa, al evaporar se debe de cumplir que la masa en el cascarón esférico de radio r y espesor t , debe de ser igual a la que se evaporó, i.e.

masa puntual = masa en el cascarón

Así la proporción de masa depositada en el ángulo sólido $d\Omega$ debe ser igual a la depositada en el cascarón, con lo que:

$$\frac{m_0}{4\pi r^2 t \rho} = \frac{dm}{\rho t r^2 d\Omega} \quad (4.1)$$

donde m_0 es la masa puntual, dm es la depositada en $d\Omega$ y ρ la densidad del material. Con lo que

$$dm = \frac{m_0 d\Omega}{4\pi} \quad (4.2)$$

Al estar los sustratos en posición horizontal, los espesores de las películas no van a ser del todo uniformes (figura 4.2). Por lo que en un área dS tendremos $dm = \rho t dS$, que igualando con (4.2) y tomando $d\Omega = (\cos\gamma/r^2)dS$, donde γ se muestra en la figura 4.2, obtenemos:

$$t = \frac{m_0 \cos\gamma}{4\pi \rho r^2} \quad (4.3)$$

de la cual es posible estimar la masa m_0 que hay que colocar para producir el espesor t .

En las películas de Al/W que se hicieron se quería un espesor de aproximadamente 1000 Å, pero debido a que los sustratos se movieron de su posición original al colocar la campana, así como además, no fue posible cuantificar la cantidad de aluminio evaporada, el espesor obtenido no fue del todo el estimado. Entonces, como a simple vista la capa de aluminio depositada sobre los sustratos se veía muy tenue, se optó por emplear sólo la

película que mostraba el mayor espesor.

4.2 Dispositivo Experimental.

Los métodos de análisis RBS y PIXE requieren del bombardeo de las muestras con iones, los cuales son creados en una fuente de iones, consistente en una ampolla de vidrio en la que es introducido gas y por medio de la aplicación de una señal de radiofrecuencia es ionizado. Los iones que se producen son extraídos de la ampolla por medio de campos magnéticos. El gas que se empleó en el experimento fue hidrógeno con el fin de obtener protones.

Como en los dos métodos de análisis los iones deben de incidir sobre la muestra en forma de haz monoenergético, es necesario un acelerador, empleando para ello el de tipo Van de Graaff de 700 keV del IFUNAM.

El funcionamiento de este tipo de aceleradores consiste prácticamente en cargar positivamente una campana conductora ó terminal, en cuyo interior se encuentra la fuente de iones. Luego debido a la repulsión eléctrica los iones que se producen son expulsados por el tubo acelerador (figura 4.3).

Para cargar la terminal, una banda de material aislante se carga con un peine conectado a una fuente de alto voltaje y luego por medio de poleas la banda transporta la carga a la terminal donde es colectada por otro peine y depositada en su superficie. De esta manera se va elevando el potencial de la terminal hasta llegar a un punto estable en el que la carga suministrada por la banda es igual a la que pierde por la corriente de iones en el tubo acelerador, descargas de corona y una serie de resistencias conectadas a tierra.

Las descargas de corona se producen entre la terminal y las puntas de corona, a través de hexafluoruro de azufre (SF_6) como aislante, que le permite tener grandes diferencias de potencial. Las resistencias en serie están conectadas a los platos equipotenciales, que contribuyen a la aceleración de los iones.

A la salida del tubo acelerador se encuentra un electroimán que a partir de las energías de los iones los deflecta por la línea de vacío que comuniqua a la cámara donde se encuentran las muestras, siendo un ángulo de 22.5° para la de dispersión y 45° para la de PIXE.

Con el fin de evitar en lo posible el frenamiento de los iones por colisiones con otras partículas presentes en el tubo acelerador, líneas y cámaras, se realiza vacío por medio de bombas mecánicas y difusoras, así como con trampas de aire líquido.

El tubo acelerador requiere de un vacío de 10^{-6} torr para su funcionamiento óptimo. El vacío obtenido en las líneas fue de alrededor de 2×10^{-5} torr.

El haz de iones es formado, enfocado y alineado, por medio de rejillas colimadoras, placas deflectoras y dipolos magnéticos. Las rejillas sirven también de retroalimentación para mantener estable el potencial en la terminal.

La cámara de dispersión se muestra en la figura 4.4. En su interior se encuentra un detector de estado sólido de barrera superficial para las partículas retrodispersadas.

Las muestras fueron colocadas en esta cámara para el análisis RBS, en un portamuestras, el cual está conectado a un integrador de corriente. El detector se encontraba a una distancia del portamuestras de 10 cm.

El ángulo de dispersión θ fue de 160° y los ángulos de entrada θ_1 y salida θ_2 , de la muestra fueron de 45° y 25° , respectivamente.

La cámara de análisis PIXE se muestra en la figura 4.5. Aquí el portamuestras se colocó de manera que el ángulo de incidencia del haz sobre las muestras fuera de 45° . Los rayos X emitidos en un ángulo de salida de 45° lograban atravesar la ventana de mylar de la cámara, a cuya salida se encontraba un detector de estado sólido de silicio-litio, Si(Li), para determinar su energía.

Los pulsos ó señales producidos en los dos tipos de detectores empleados para RBS y PIXE, son enviados a un preamplificador, el cual aumenta su amplitud. Después van a un amplificador que arregla la señal para que luego pueda pasar a un analizador de altura de pulsos ó multicanal, con 1024 canales, el cual nos muestra la forma del espectro. También la información obtenida puede ser almacenada para analizar el espectro en cualquier momento.

4.3 Desarrollo y resultados.

Primeramente, antes de medir el espesor de la película con RBS, para conocer la distribución de las energías en el multicanal se procedió a hacer una calibración del sistema de detección por medio de las energías de los H^+ retrodispersados 160° por la superficie de un sustrato de tungsteno sin película superpuesta.

A los canales que corresponden al valor medio de la caída en el espectro RBS del sustrato (ver sección 2.4), se les asignó la energía calculada por medio del producto de su factor cinemático con la energía de incidencia E_0 de los H^+ .

En la figura 4.6 se muestran los espectros RBS del sustrato para H^+ con diferentes E_0 y en la tabla 4.1 se dan las energías asignadas en la forma anterior, al canal que le corresponde el

valor medio de la caída del espectro.

Las incertidumbres asignadas a los canales de la tabla 4.1 , se obtuvieron a partir de la desviación normal de la caída del espectro (ver figura 2.12). Al espectro de 200 keV no se le asignó canal debido a que fue imposible determinar el comienzo de la caída en el espectro.

En la gráfica 4.1 mostramos los valores de la tabla 4.1 y les ajustamos a estos puntos una recta por medio de mínimos cuadrados, siendo ésta:

$$E = 5.23 x + 37.21 \quad (4.4)$$

de tal manera que a cada canal x le viene correspondiendo una energía E .

La incertidumbre que se le asigna a los valores de E calculados a partir de (4.4) la obtenemos suponiendo que su variancia es independiente de x , de acuerdo al método dado por Kreyszig⁽¹⁶⁾, para un intervalo de confianza de 95% del valor de E .

Los espectros RBS que se obtuvieron para la película de Al/W seleccionada (ver sección 3.1), se muestran en la figura 4.7 . En la tabla 4.2 se dan los canales asignados a los valores medios en las alturas de las caídas de los espectros y las energías E_1 que les corresponden de acuerdo a (4.4) con su incertidumbre.

En la gráfica 4.2 se muestran los valores calculados con el programa del apéndice B (ver sección 3.2) para las energías de salida de los H^+ de la película de Al/W en función de su espesor, a diferentes energías de incidencia.

Los valores de E_1 en la tabla 4.2 se muestran también en la gráfica 4.2 y a partir de ellos podemos ver cual es el espesor que corresponde a la película en cada caso. En la tabla 4.3 se muestran los espesores estimados con cada E_0 a partir de la

gráfica 4.2 .

Las incertidumbres en los valores del espesor de la película los obtenemos de la gráfica 4.2 .

De esta manera el valor promedio del espesor de la película de Al/W con una incertidumbre de acuerdo a la desviación estandar de los datos de la tabla 4.3, es:

$$t = 930 \pm 350 \text{ \AA}$$

La calibración en energía del sistema de detección, para medir el espesor de la película con PIXE, se realizó localizando el pico de la K_{α} del Fe de 6.403 keV en el canal 120. Luego dividiendo la energía de la K_{α} entre 120 se obtuvo un ancho en energía para cada canal de 0.053 keV/canal .

En la figura 4.8 se muestra el espectro PIXE de la película de Al/W con ^4H de 500 keV. Los demás espectros PIXE que se obtuvieron para esta muestra son similares al anterior, variando únicamente las alturas de los picos, aumentando a medida que es mayor la energía de incidencia. El espectro para el sustrato de tungsteno también es similar al de la figura 4.8, pero sin los picos correspondientes a las líneas de emisión del aluminio.

En todos los espectros sólo consideramos el pico correspondiente a la L_{α} del tungsteno (ver sección 3.3), formada por las líneas de emisión $L_{\alpha 1}$ y $L_{\alpha 2}$ correspondientes a las energías 8.396 y 8.334 keV, las cuales por estar muy cerca una de la otra forman un sólo pico.

Sumando el número de cuentas de este pico en cada uno de los espectros del sustrato sólo y con película, obtenemos el número de rayos X producidos en cada caso. La incertidumbre que se dió a este número de rayos X es igual a la raíz cuadrada del número total de cuentas en el pico. Luego dividiendo estos rayos X producidos uno entre otro de acuerdo con (2.45) para cada E_0 ,

obtenemos el valor de R.

En la tabla 4.4 se muestra R para cada E_0 . Además los valores de esta tabla los colocamos en la gráfica 4.3, de los valores de R en función de E_0 para diferentes espesores de la película, calculados con la sección de ionización de Johansson, de acuerdo al programa del apéndice C (ver sección 3.3).

Con el fin de poder tener una mejor estimación del espesor de la película, en la gráfica 4.4 se muestran los valores de R calculados en la gráfica 4.3 en función del espesor de la película para diferentes E_0 a las que fue bombardeada. Luego poniendo los valores experimentales de R de la tabla 4.4 en esta gráfica vemos qué espesor les corresponden. En la tabla 4.5 se dan los espesores estimados para cada energía E_0 en esta forma.

El espesor promedio calculado de esta manera con la sección de ionización de Johansson y el método PIXE es:

$$t = 1\,230 \pm 140 \text{ \AA}$$

En la gráfica 4.5 se muestran los valores de R en función del espesor de la película para cada E_0 calculados con ayuda del programa del apéndice C y la sección de producción de rayos $X L_\alpha$ de Oliver y Miranda, junto con los valores de R experimentales. En la tabla 4.6 se dan los espesores a partir de la gráfica anterior.

El espesor promedio obtenido de esta manera con PIXE es:

$$t = 1\,410 \pm 140 \text{ \AA}$$

donde el valor de la incertidumbre está dado a partir de la desviación estándar de los datos.

4.4 Discusión de los resultados y conclusión.

Hemos medido en el experimento anterior el espesor de una película de Al/W con los métodos de análisis RBS y PIXE, obteniendo diferentes resultados con cada uno de ellos, por lo que ahora realizamos una discusión para tratar de conocer cuál es el espesor más exacto de la película.

Primeramente, de la gráfica 4.2 en la que se muestra la dependencia del espesor con la energía de salida E_1 de los protones retrodispersados en el sustrato de la película, al emplear RBS, vemos que las curvas correspondientes a cada energía tienen una pendiente pequeña, lo que ocasiona que la incertidumbre en el valor del espesor sea mayor. Por otra parte, de las gráficas 4.4 y 4.5 en las que se muestra la dependencia del espesor con el cociente R, empleando PIXE, las curvas para cada energía de incidencia tienen una variación mayor que en el caso anterior, lo cual nos permite tener una menor incertidumbre en el espesor de la película, que al usar RBS (ver tablas 4.3, 4.5 y 4.6).

Luego tenemos que los espesores de la película calculados con RBS para cada energía de incidencia presentan un corrimiento no lineal en su valor, disminuyendo a medida que la energía es menor (gráfica 4.2). Este corrimiento en los valores del espesor puede deberse a que la definición de los espectros RBS va disminuyendo a bajas energías, así como, al hecho de que el detector de barrera superficial presenta una menor resolución para los iones que le llegan con energías menores de 0.5 MeV, dando como resultado que el valor del espesor calculado varíe en una forma particular dependiendo de la energía de los protones.

En cambio, los espesores calculados a varias energías con PIXE (gráficas 4.4 y 4.5), no presentan un corrimiento en particular, dependiente de la energía, y sus valores se encuentran distribuidos alrededor de un punto. Este hecho puede deberse a que

la resolución del espectro PIXE de la película de Al/W no se ve disminuida notoriamente a bajas energías, pues el pico correspondiente a la línea de emisión L del tungsteno no cambia de posición en el espectro y los errores que existan en el momento de sumar todos los rayos X que se detectaron de dicho pico se pueden disminuir al tomar el cociente R. También, la eficiencia del detector de Si(Li), la cual sólo depende de las energías características de los fotones que le llegan y no de la de los protones con los que se inducen los rayos X, desaparece al tomar el cociente R y no afecta a la resolución del método PIXE para medir el espesor de la película.

De esta manera, como al emplear PIXE no se presenta un corrimiento en los valores del espesor, dependiente de las energías con las que bombardeamos la película, podemos decir que estos valores obtenidos se encuentran distribuidos en forma gaussiana alrededor del espesor promedio de la película.

Con base en lo anterior, podemos decir que el espesor estimado con RBS no es muy confiable en comparación con los obtenidos con PIXE cuando las energías son bajas (menores de 0.5 MeV).

En los dos espesores medidos con PIXE, uno usando la sección de ionización de Johansson y el otro con la sección de Oliver y Miranda, encontramos que sus valores difieren notoriamente en poco menos de un 15%. Esta diferencia puede deberse a que el intervalo de validez en energía de las dos secciones eficaces empleadas es diferente.

La sección de rayos X L del tungsteno, dada por el ajuste de un polinomio de segundo grado a valores experimentales no es buena para energías menores de 0.5 MeV, puesto que la mayor parte de los valores experimentales sobre los que se ajustó el polinomio eran correspondientes a energías mayores de 1 MeV y muy pocos a energías de poco menos de 0.4 MeV. En cambio la sección de ionización dada por Johansson tiene un límite inferior de validez

para E/λ_L igual a 0.013, el cual da para la sección de ionización del tungsteno un intervalo de validez en energía de hasta un mínimo de 0.26 MeV.

De esta forma, como las integrales del cociente R, (2.45), se evaluaron hasta energías de 0.01 MeV, es de esperarse que los valores que se obtengan de R empleando estas secciones eficaces no sean muy confiables, pues la validez de los dos polinomios ya no está asegurada para estas energías. Aunque, si podemos decir que el espesor obtenido usando la sección de Johansson es más confiable que el otro, pues su límite de validez en energía es menor.

También, podemos ver de las gráficas 4.4 y 4.5, que la sección de producción de rayos X que resulta de usar el polinomio de segundo grado a bajas energías es mayor que la que se obtiene usando la expresión de Johansson. Entonces, si consideramos además, que esta última sección también da una sobreestimación del valor de la sección eficaz de ionización a energías menores de 0.3 MeV, tendremos que el espesor calculado en este caso resulta todavía algo mayor que el real.

Con todo lo anterior, podemos concluir que la espectroscopía PIXE nos da un buen método alternativo, en base a radiación con iones, para medir espesores de películas delgadas a bajas energías (menores de 0.5 MeV), en lugar de usar RBS para el cual se comienza a tener problemas de resolución y una menor sensibilidad en el espesor.

También, se hace notar la importancia de tener una buena sección de ionización para calcular los valores del cociente R, es decir, la exactitud en el espesor que se mida empleando PIXE depende de qué tan confiables sean los valores de R que se obtienen con una sección de ionización dada. De esta manera el método PIXE para medir espesores de películas delgadas se irá volviendo muy fino en la medida que se tenga una buena expresión para la sección de ionización del sustrato.

Por último, cabe mencionar que para una mejor comparación de estos dos métodos para medir espesores de películas delgadas a bajas energías, no sólo con el experimento realizado en esta tesis es suficiente, también habrá que considerar otros casos, como son el tener una película más pesada que el sustrato ó una película que no sea monocomponente, para poder tener una mayor fundamentación sobre las ventajas de cada uno de ellos. Aunque, por lo visto aquí, sí podemos decir que PIXE se presenta como un buen método para medir espesores de películas delgadas con iones a bajas energías en lugar de RBS.

A P E N D I C E A

```

10 rem programa que simula un espectro RBS
20 rem
30 rem programa DECTE
40 rem
50 rem
60 rem
70 rem
80 rem
90 rem
100 rem constantes fundamentales
110 a0=5.29167e-9:pi=3.14159265:ih=13.56
120 me=9.1091e-31:mp=1.67252e-27
130 rem
140 rem masa atomica de la pelicula y del sustrato
150 ma=26.982:mw=183.842
160 rem
170 rem concentracion de la pelicula y del sustrato
180 na=6.02e22:nw=6.3e22
190 rem
200 rem datos para la formula de Montenegro
210 rem para la pelicula
220 rem Z, Z*, K, <I>
230 za=13:z1=11:ka=20.754:ia=162
240 rem para el sustrato
250 zw=74:z2=28:kw=22.853:iw=695
260 rem
270 rem calculo de constantes para formula de Montenegro
280 rem
290 rem para la pelicula
300 aa=8*pi*a0*a0*ih*za*1e15:ba=4*ih/ia:ca=aa*ba
310 da=ka/ca+ba/2+z1/(9*za)
320 ea=3*ba*ba*da/(za^1.4*da*da*ba+ba*ba+da*da)
330 fa=ca*ea*ea*ea/da:b1=aa/(9.5616*za):ga=2*b1/(3*ca)
340 rem
350 rem para el sustrato
360 aw=8*pi*a0*a0*ih*zw*1e15:bw=4*ih/iw:cw=aw*bw
370 dw=kw/cw+bw/2+z2/(9*zw)
380 ew=3*bw*bw*dw/(zw^1.4*dw*dw*bw+bw*bw+dw*dw)
390 fw=cw*ew*ew*ew/dw:b2=aw/(9.5616*zw):gw=2*b2/(3*cw)
400 rem
410 rem factor de conversion de v/v0 a E/E0
420 r=sqr(me/(mp*ih))
430 rem
440 rem
450 rem entrada de datos
460 rem
470 input 'espesor de la pelicula=';tp
480 input 'espesor del sustrato=';ts

```

```

490 input 'energia de incidencia=';ee
500 einc=ee
505 rem
510 rem parametros importantes
520 rem angulos de entrada y salida
530 o1=45*pi/180;o2=25*pi/180
540 rem angulo de retrodispersion
550 oo=160*pi/180
560 rem ancho del canal
570 de=688
580 rem carga incidente y angulo solido del detector
590 q0=1;om=1
600 rem carga del electron
610 qq=1
620 rem
630 rem calculo de parametros
640 e0=ee
650 a1=1/cos(o1);a2=1/cos(o2)
660 rem numero de protones incidentes
670 q0=q0/qq
680 rem
690 rem calculo de factores cinematicos de dispersion
700 rem para la pelicula
710 qa=(sqr(ma*ma-sin(oo)^2+cos(oo))^2/(1+ma))^2
720 rem para el sustrato
730 qw=(sqr(mw*mw-sin(oo)^2+cos(oo))^2/(1+mw))^2
740 print 'kka=';qa,'kkw=';qw
750 rem
760 rem dimensionamos el numero de canales posibles
770 rem
780 rem calculamos el numero de canales
790 v=e0/de
800 vv=int(v)+2
810 print 'vv=';vv
820 rem dimensionamos hp, hs, he
830 rem hp es altura para la pelicula
840 rem hs es altura para el sustrato
850 rem hef es altura para el espectro completo
860 dim hp(vv)
870 dim hs(vv)
880 dim he(vv)
890 rem
900 rem
910 rem
920 rem
930 rem calculo del espectro de la pelicula
940 rem
950 rem
960 rem calculo del primer canal con altura diferente de cero
970 l=qa*e0/de
980 ll=int(l)+1
990 print 'll=';ll
1000 print
1010 print 'alturas para la pelicula'
1020 print 'ee=';ee
1030 rem
1040 rem definimos parametros n y x
1050 n=0;x=0

```

```

1060 rem
1080 rem calculo de la seccion eficaz de dispersion
1090 rem usamos aproximacion
1100 gp=(za+qq*qq)^2/(2*(sin(oo)^2))^2
1110 sa=gp/(ee*ee)
1120 rem
1130 rem calculo de ndx/cosol
1140 rem
1150 rem
1160 rem calculo de la energia de salida
1170 e1=qa*e0-n*de
1180 n=n+1
1190 rem
1200 rem calculamos frenamiento con formula de Montenegro
1210 rem
1220 for i=0 to 2
1230 if i=0 then u=ee
1240 if i=1 then u=qa*ee
1250 if i=2 then u=e1
1260 p1=ka*r*sqr(u)*exp(-r*sqr(u))+(aa/(r*r*u))*log(1+ba*r*r*u)
1270 p2=-ca/(1+da*r*r*u)+fa+r*r*r*r*u/(1+ea*r*r*u)^3
1280 p3=b1*9ga*r*r*u^1.5/(6*ba*ba*(1+ga*r*r*u)^4)
1290 pp=(p1+p2-p3)*e-15
1300 if i=0 then s1=pp
1310 if i=1 then s2=pp
1320 if i=2 then s3=pp
1330 next i
1340 s4=qa*a1*s1+a2*s2
1350 rem
1360 fe=s2*de/(s4*s3)
1370 rem
1380 rem
1390 rem calculo de las alturas
1400 h=q0*om*sa*fe/1e6
1410 h=int(h)+1
1420 rem
1430 rem impresion de resultados
1440 print 'n=';n, 'h=';h
1450 print 'E1=';e1, 'fe=';fe
1460 rem
1470 rem almacenamos la altura en hp
1480 hp(11)=h
1490 ll=11-1
1500 rem
1510 rem calculo la nueva energia dentro de la pelicula
1520 ee=ee-s1*fe
1530 if ee<=0 then 2930
1540 rem
1550 rem calculo de la profundidad
1560 x=x+fe*a1/na
1570 if x>=tp then goto 1590
1580 goto 1110
1590 print 'x=';x
1600 rem
1610 rem
1620 rem
1630 rem
1635 rem

```

```

1640 rem calculo del espectro para el sustrato
1650 rem
1660 rem
1670 rem definimos nuevos parametros para el sustrato
1680 e0=ee;n=0;dx=1e-7;x=0
1690 mm=int(tp/dx)
1700 rem
1710 rem calculamos primer canal con altura suponiendo tp=0
1720 l=qw*e0/de
1730 ll=int(l)+1
1740 print ''
1750 print 'll=';ll
1760 print 'alturas del espectro del sustrato'
1770 rem
1780 rem calcula la seccion eficaz del sustrato
1790 rem usamos aproximacion
1800 gs=(zw*qq*qq)^2/(2*(sin(oo)^2))^2
1810 sw=gs/(ee*ee)
1820 if x>=ts then goto 2850
1830 rem
1840 rem calculo de ndx/cos01
1850 rem
1860 rem
1870 rem calculo de la energia de salida del sustrato ****
1880 e1=qw*e0-n*de
1890 n=n+1
1900 rem
1910 rem calculamos frenamiento con formula de Monteregro
1920 rem
1930 for i=0 to 2
1940 if i=0 then u=ee
1950 if i=1 then u=qw*ee
1960 if i=2 then u=e1
1970 p1=kw*r*sqr(u)*exp(-r*sqr(u))+(aw/(r*r*u))*log(1+bw*r*r*u)
1980 p2=-cw/(1+bw*r*r*u)+fw*r*r*r*r*u*u/(1+ew*r*r*u)^3
1990 p3=b2*(gw*r*r*u)^1.5/(6*bw*bw*(1+gw*r*r*u)^4)
2000 pp=(p1+p2-p3)*1e-15
2010 if i=0 then s1=pp
2020 if i=1 then s2=pp
2030 if i=2 then s3=pp
2040 next i
2050 s4=qw*a1*s1+a2*s2
2060 rem
2070 fe=s2*de/(s4*s3)
2080 rem
2090 rem calculo de las alturas
2100 h=q0*om*sw*fe/1e6 + hy
2110 h=int(h)+1
2120 print 'h=';h
2130 rem
2140 rem
2150 rem calculo de energia de salida de la muestra ****
2160 rem
2170 ei=e1
2180 for i=0 to mm-1
2190 p1=ka*r*sqr(u)*exp(-r*sqr(u))+(aa/(r*r*u))*log(1+ba*r*r*u)
2200 p2=-ca/(1+da*r*r*u)+fa*r*r*r*r*u*u/(1+ea*r*r*u)^3
2210 p3=b1*(ga*r*r*u)^1.5/(6*ba*ba*(1+ga*r*r*u)^4)

```

```

2220 pr=(p1+p2-p3)*1e-15
2230 ei=ei-na*pr*a2*dx
2240 next i
2250 rem print 'es=';ei
2260 rem print 'n=';n
2270 rem
2280 rem calculamos la nueva energia en el sustrato
2290 ee=ee-s1*fe
2300 print 'EE=';ee
2310 if ee.=0 then goto 2850
2320 rem
2330 rem calculamos la profundidad en el sustrato'
2340 x=x+a1*fe/nw
2350 print 'x=';x
2360 rem if x>=ts then goto 2850
2370 rem
2380 rem estudiamos los diferentes casos
2390 if n=1 then 2430
2400 if de>(es-ei) then goto 2550
2410 if de<=(es-ei) then goto 2610
2420 rem
2430 rem cuando tenemos n=1
2450 print 'n=';n,'h=';h
2460 print 'es=';ei,'fe=';fe
2470 l=ei/de
2480 ll=int(l)+1
2490 hs(ll)=h
2500 ll=ll-1
2510 es=ei
2520 if es<=0 then goto 2850
2530 goto 1810
2540 rem
2550 rem cuando tenemos que de>(es-ei)
2560 hh=hh+1
2570 jj=jj+1
2580 hy=0
2590 goto 1810
2600 rem
2610 rem cuando tenemos que de<=(es-ei)
2620 print '*'
2630 z=(es-ei)/de
2640 zz=int(z)
2650 hl=(h+hh)/z
2660 yy=z-zz
2670 hy=hl*yy;hx=hl-hy
2680 rem repartimos hx entre los otros canales
2690 for i=0 to zz-1
2700 h=hl+hx*i/zz
2710 h=int(h)+1
2720 print 'n=';n+i-jj, 'h=';h
2730 print 'es=';es-(i+1)*de, 'dx=';fe#a1/nw
2740 hs(ll)=h
2750 ll=ll-1
2760 if ll<0 then goto 2850
2770 next i
2780 rem
2790 es=es-zz*de
2800 if es<=0 then goto 2850

```

```

2810 hh=0
2820 goto 1810
2830 rem
2840 rem
2850 rem calcula la suma de las alturas de pelicula y sustrato
2860 for i=0 to vv
2870 he(i)=hp(i)+hs(i)
2880 if he(i)=0 then goto 2900
2890 print 'he(';i;')=';he(i)
2900 next i
2910 rem
2920 rem
2930 rem almacenamos los datos en un archivo
2940 rem
2950 open 'alturas.dat' for output as #1
2960 rem
2970 rem grafica de los espectros
2980 input 'grafica el espectro (s/n)';res$
2990 if res$<>'s' then 3090
3000 screen 2
3010 dd=120/h
3020 for m=0 to vv
3030 ygrafp=180-hp(m)*dd
3040 ygraf=180-he(m)*dd
3050 xgraf=10+m/2
3060 pset (xgraf,ygrafp)
3070 pset (xgraf,ygraf)
3080 next m
3090 write#1, einc,tp,ts
3100 for m=0 to vv
3110 write#1, m, hp(m), hs(m), he(m)..
3120 next m
3130 rem
3140 rem
3150 end

```

A P E N D I C E B

```

10 REM programa perdida de energia
20 REM
30 REM constantes necesarias
40 A0=5.29167E-31:PI=3.14159265:IH=13.56
50 ME=9.109101E-31:MP=1.67252E-27
60 REM
70 REM parametros para Montenegro
80 REM Z, Z*, K, <I>
90 INPUT Z,Z1,K,II
100 REM densidad de masa atomica
110 INPUT M
120 R=SQR(ME/(MP*IH))
130 REM
140 REM calculo de constantes para Montenegro
150 A=8*PI*A0*A0*IH*Z *1E+15
160 B=4*IH/II:C=A*B
170 D=K/C+B/2+Z1/(9*Z)
180 E=3*B*B*D/(Z^1.4*D*D*B+B*B*D*D)
190 F=C*E*E/D:B1=A/(9.5616*Z):G=2*B1/(3*C)
200 REM
210 REM entrada de espesor y energia de incidencia
220 INPUT T,E0
230 REM angulos de incidencia y de salida
240 C1=45*PI/180:C2=25*PI/180
250 EE=E0:A1=1/COS(C1):A2=1/COS(C2)
260 REM
270 REM numero de intervalos de integracion
280 DX=1E-08
290 N=T/DX
300 REM
310 REM integracion de perdida de energia
320 FOR I=0 TO N-1
330 P1=K*R*SQR(EE)*EXP(-R*SQR(EE))+A*LOG(1+B*R*R*EE)/(R*R*EE)
340 P2=-C/(1+D*R*R*EE) +F*R*R*R*R*EE*EE/((1+E*R*R*EE)^3)
350 P3=B1*(G*R*R*EE)^1.5/( 6*B*B* (1+G*R*R*EE)^4)
360 DE=P1+P2-P3
370 EE=EE-M*A1*DE*DX*1E-15
380 PRINT EE
390 NEXT I
400 PRINT T
410 PRINT E0
420 PRINT EE
430 REM
440 REM
450 REM despues de chocar con el sustrato
460 REM KK es el factor cinematico
470 INPUT KK
480 EE=EE*KK
490 REM

```

```
500 REM cambio al angulo de salida
510 A1=A2
520 H=H+1
530 IF H=1 GOTO 310
540 PE=E0-EE
550 REM
560 REM impresion de resultados
570 PRINT T
580 PRINT E0
590 PRINT PE
600 END
```

A P E N D I C E C

```

10 REM programa rayosx
20 REM
30 REM entrada de datos
40 REM elemento
50 E$= ' tungsteno '
60 PRINT E$
70 REM coeficiente de absorcion
80 MU=152.032
90 REM densidad de masa y atomica
100 DM=19.25:DA=6.3E22
110 REM Z, Z*, K, <I>
120 Z2=74:ZE=28:KA=22.853E-15:IP=695
130 REM energias de amarre
140 U1=12099.8:U2=11544.0:U3=10206.8
150 REM angulos de incidencia y salida
160 TI=45:TS=45
170 REM
180 REM calculo de parametros
190 UL=(U1+U2+2*U3)/4
200 MU=MU*DM
210 TI=TI/57.29578:TS=TS/57.29578
220 A0=5.2917E-9:IH=13.58:E0=13.58
230 L=1837:PI=3.1415926
240 A=8*PI*A0*A0*IH*Z2
250 B=4*IH/IP:C=A*B
260 D=KA/C+B/2+ZE/(9*Z2)
270 BT=A/(9.5616*Z2)
280 EC=3*B*B*D/(Z2^1.4*B*D*D+B*B*D*D)
290 F=(C*EC*EC*EC)/D
300 G=2*BT/(3*C)
310 REM
320 REM entrada de energias de incidencia
330 INPUT EI
340 IF EI=0 THEN END
350 REM
360 REM calcula intensidad de rayos X
370 DX=0.0000001:E=EI
380 SE=0:I=0
390 FOR X=0 TO 0.05 STEP DX
400 R=-MU*X/COS(TS)
410 Y=EXP(R)
420 REM
430 REM calcula seccion de rayos X
440 EM=E/(L*UL)
450 LE=LOG(EM)
460 L1=3.6082+0.37123*LE-0.36971*LE^2 -7.8593E-4*LE^3
470 L2=0.0025063*LE^4+0.0012613*LE^5
480 LX=L1+L2

```

```

490 SX=EXP(LX)
500 REM
510 FX=Y*SX
520 I=I+FX
530 REM
540 REM calculo frenamiento con formula de Montenegro
550 JC=E/(L*E0):JS=SQR(JC):JQ=JC*JC
560 J1=KA*JS*EXP(-JS)+(A*LOG(1+B*JC))/JC
570 J2=J1-C/(1+D*JC)+F*JQ/((1+EC*JC)^3)
580 J3=J2-BT*(G*JC)^1.5/(6*B*B*(1+G*JC)^4)
590 SE=J3*DA
600 E=E-SE*(DX/COS(TI))
610 IF I=0 THEN FI=FX
620 IF E<10000 THEN FS=FX
630 IF E>10000 GOTO 650
640 NEXT X
650 IN=(I-(FI+FS)/2)*DX
660 PRINT 'protones de'; EI/1000;'KeV sobre';E$
670 PRINT 'intensidad final ';IN
680 GOTO 320
700 END

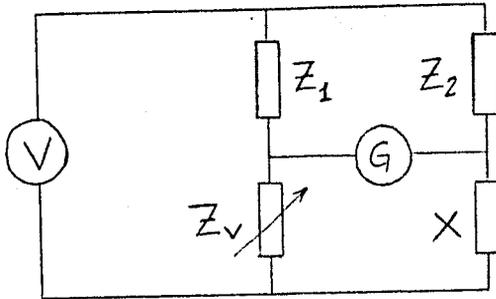
```

REFERENCIAS

- (1) G. Hass, Physics of Thin Films. (Academic Press, N.Y., 1966).
- (2) L. Eckertova, Physics of Thin Films. (Plenum Press, N.Y., 1977).
- (3) E. Hecht, A. Zajac, Optics. (Addison-Wesley, N.Y., 1974).
- (4) R.M.A. Azzam, N.M. Bashara, Ellipsometry and Polarized Light. (North-Holland Publ. Comp., Amsterdam, 1977).
- (5) H.W. Werner, R.P.H. Garten, Rep. Prog. Phys. 47 (1984) 221.
- (6) W.K. Chu, J.M. Mayer, M.A. Nicolet, Backscattering Spectrometry. (Academic Press, N.Y., 1978).
- (7) W.H. Bragg, R. Kleeman, Phil. Mag. 10 (1905) 9318.
- (8) D.H. Madison, E. Merzbacher, B. Crasemann (Ed.), Atomic Inner-Shell Processes. Vol. I. (Academic Press, N.Y., 1975).
- (9) J.D. Garcia et Al, Rev. Mod. Phys. 45 (1973) 11.
- (10) S.A.E. Johansson, T.B. Johansson, Nucl. Inst. and Meth. 137 (1976) 473.
- (11) E.C. Montenegro et Al, Physics Letters. 92A (1982) 195.
- (12) E.C. Montenegro, A. Oliver, F. Aldape, Nucl. Inst. and Meth. B12 (1985) 453.
- (13) A. Oliver, J. Miranda. A Comparison Between PIXE and RBS Thin Films Thickness Measurement.
(por publicarse)
- (14) J.A. Bearden, Rev. Mod. Phys. 39 (1967) 125.
- (15) J.W. Mayer, E. Rimini, Ion Beam Handbook for Material Analysis. (Academic Press, N.Y., 1977).
- (16) E. Kreyszig, Introduccion a la Estadística Matemática. (Limusa, Mexico, 1983).

FIGURAS CAPITULO I.

FIGURA 1.1



$$X = Z_v \frac{Z_2}{Z_1}$$

FIGURA 1.2

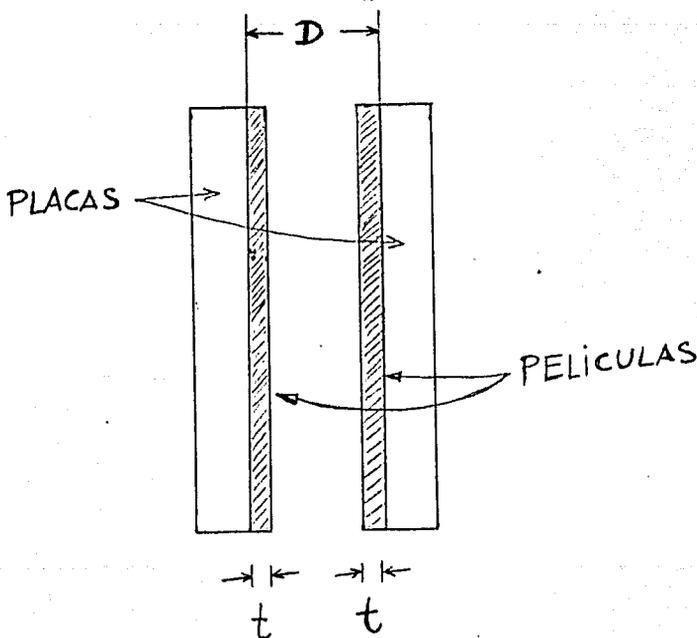
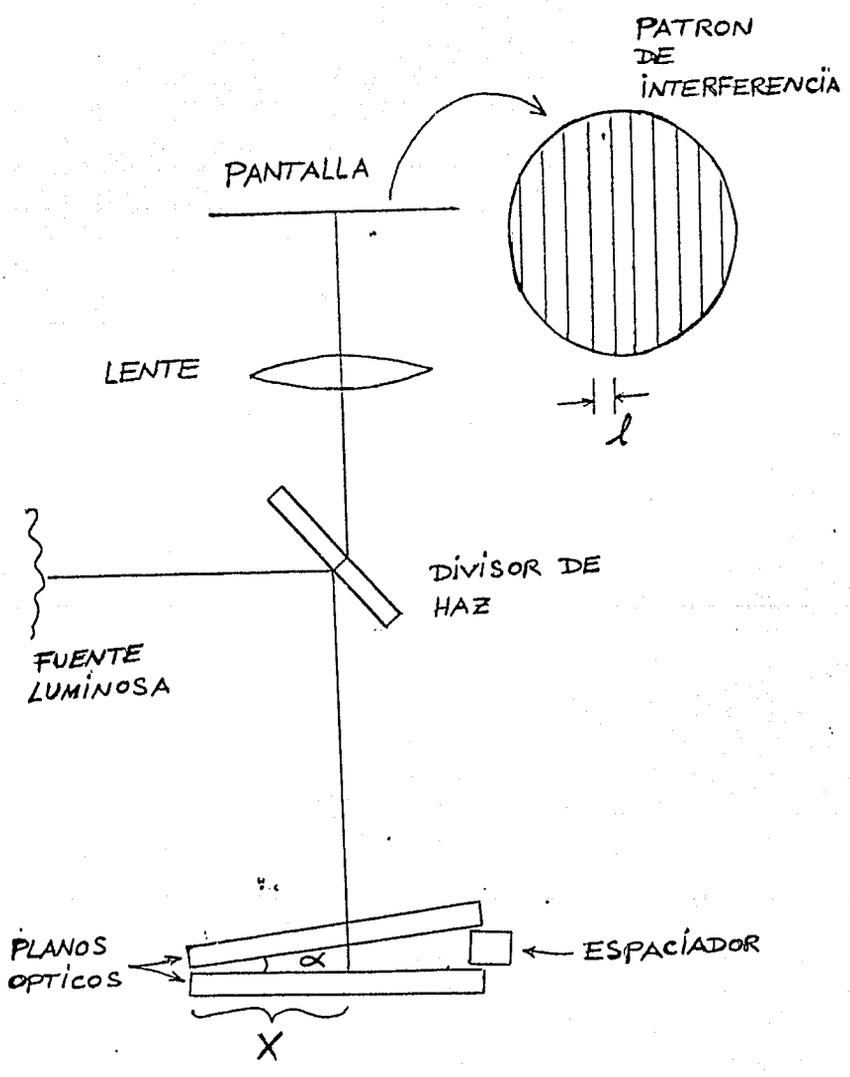


FIGURA 1.3



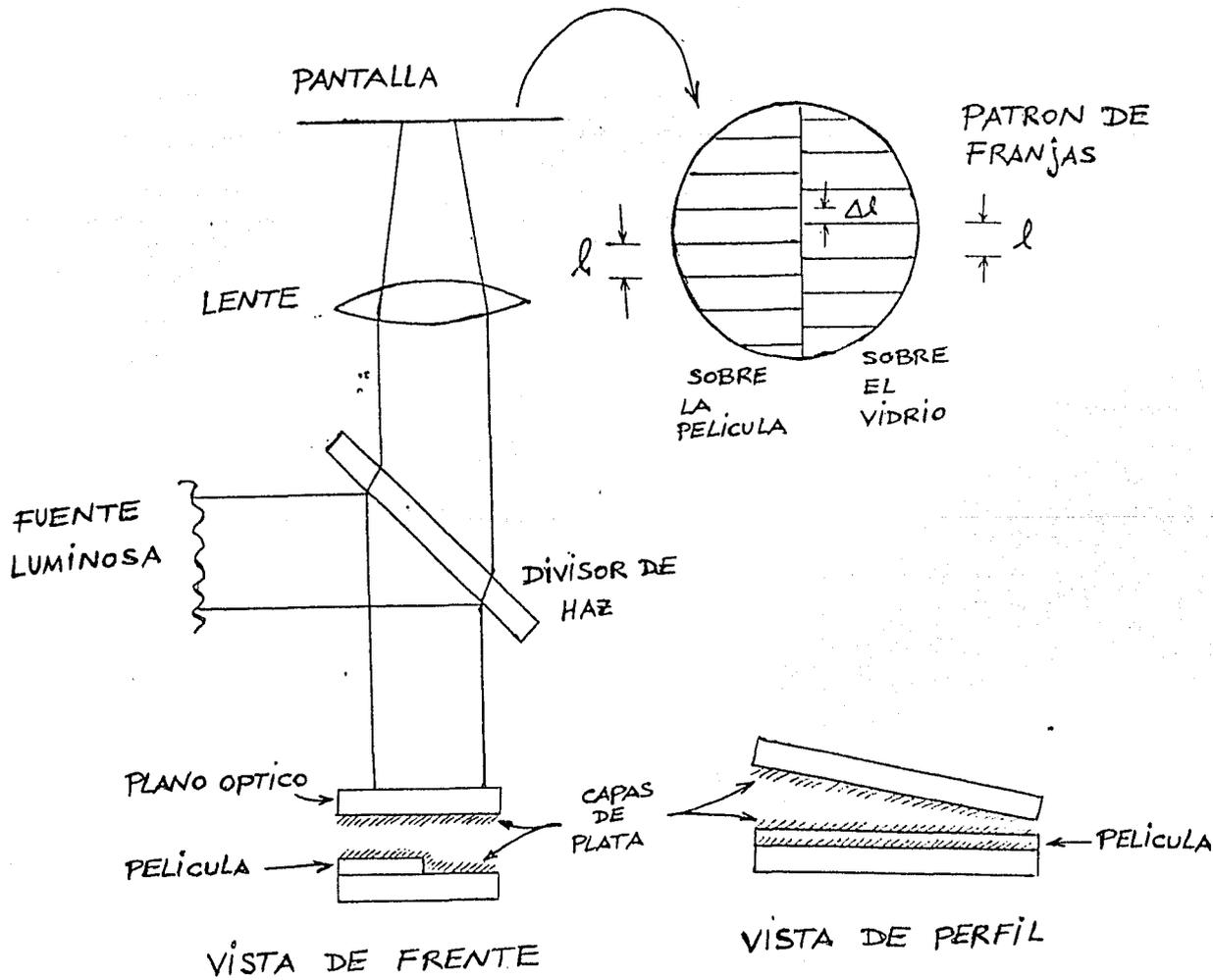


FIGURA 1.4

FIGURA 1.5

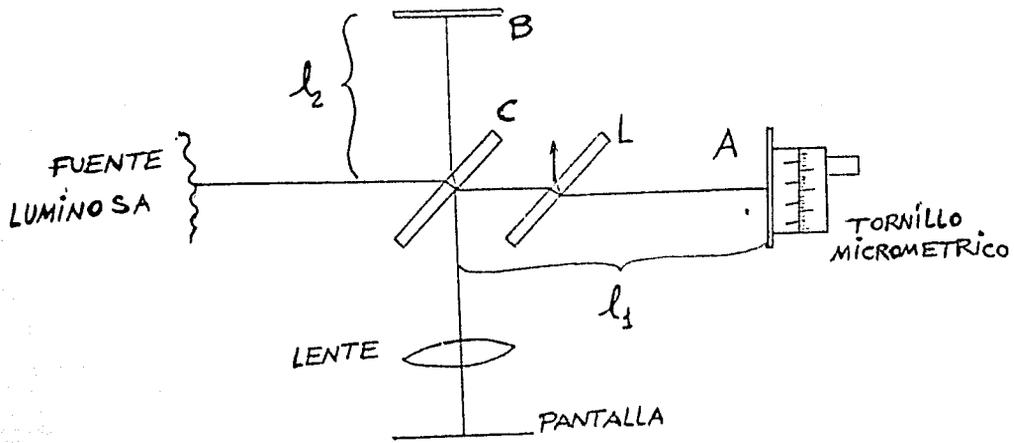
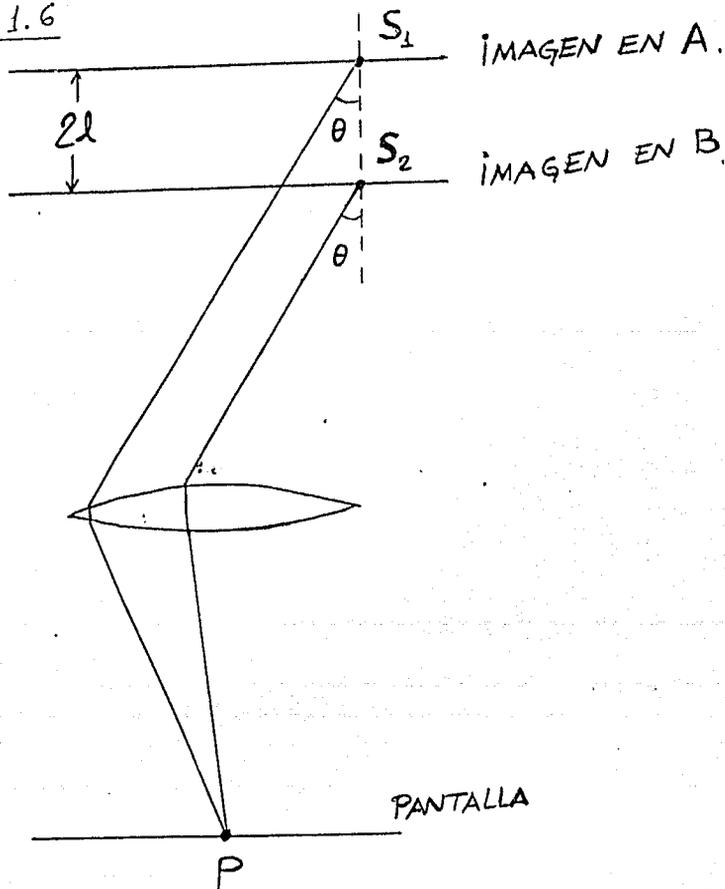


FIGURA 1.6



NOMBRE DEL METODO	METODO DE MONITOREO	METODO DE ANALISIS	TIPO DE PELICULA	DAÑO EN LA PELICULA	ESPESORES QUE PUEDEN MEDIRSE	PRECISION
BALANZA	SI	NO	CUALQUIERA	NINGUNO	$\geq 1 \text{ \AA}$	$\pm 0.1 \text{ \AA}$
OSCILADOR DE CUARZO	SI	NO	CUALQUIERA	NINGUNO	$\geq 0.1 \text{ \AA}$	$\pm 0.01 \text{ \AA}$
RESISTENCIA ELECTRICA	SI	NO	MATERIAL CONDUCTOR	NINGUNO		$\pm 5\%$
CAPACITANCIA	SI	NO	MATERIAL DIELECTRICO			
INTERFERENCIA CON PLANOS OPTICOS	NO	SI	CUALQUIERA	TOTAL	$\geq 20 \text{ \AA}$	$\pm 8 \text{ \AA}$
INTERFEROMETRO DE MICHELSON	NO	SI	TRANSPARENTE	NINGUNO	$\geq 15 \text{ \AA}$	$\pm 6 \text{ \AA}$
ELIPSOMETRIA	NO	SI	TRANSPARENTE	NINGUNO	$\geq 1000 \text{ \AA}$	$\pm 1 \text{ \AA}$
EROSION IONICA	NO	SI	CUALQUIERA	TOTAL	100 a 10000 \AA	$\pm 10\%$
PERFILOMETRIA	NO	SI	CUALQUIERA	POCO	$\geq 25 \text{ \AA}$	$\pm 25 \text{ \AA}$

TABLA 1.1

FIGURAS CAPITULO II

FIGURA 2.1

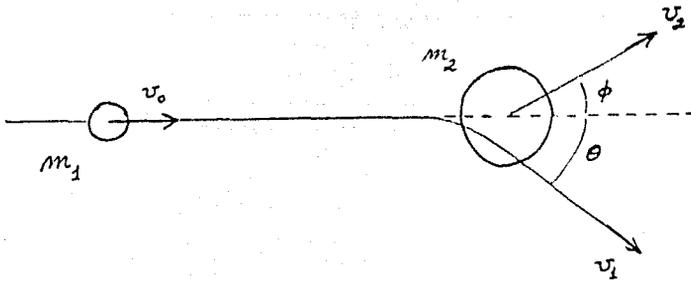


FIGURA 2.2

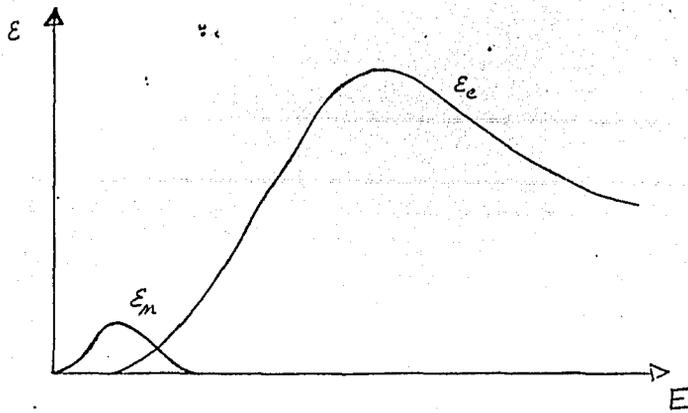


FIGURA 2.3

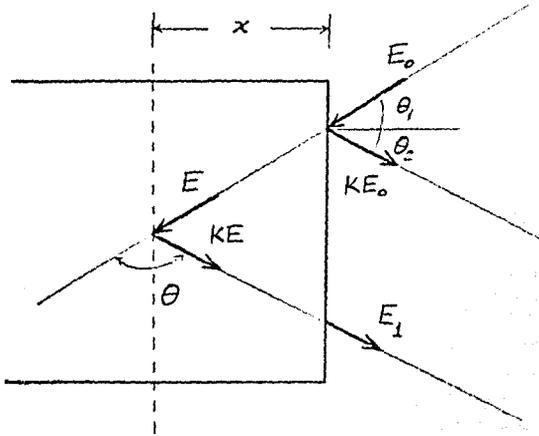
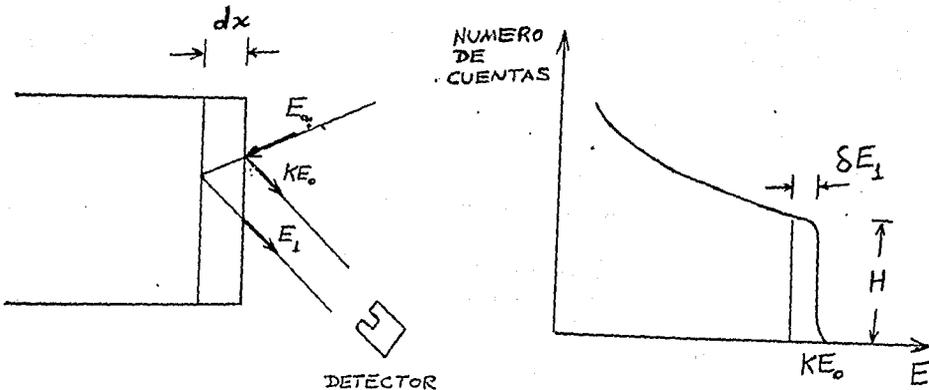


FIGURA 2.4



(a)

(b)

FIGURA 2.5

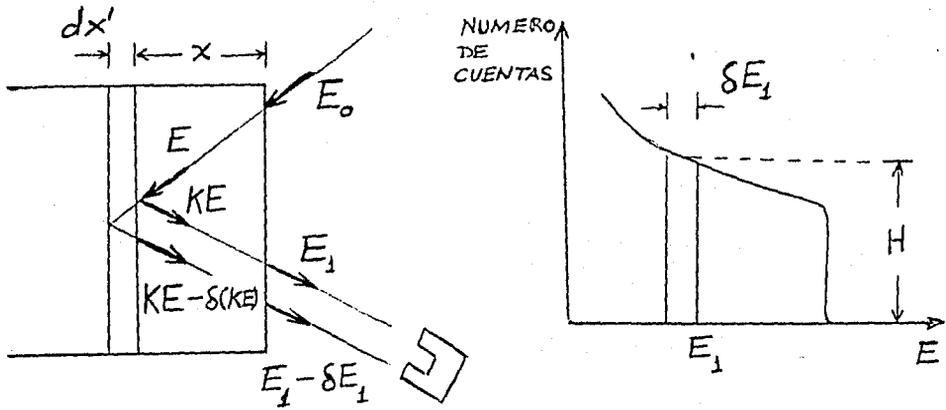
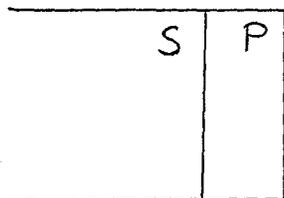
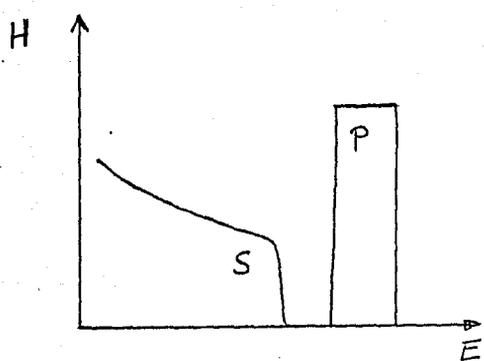


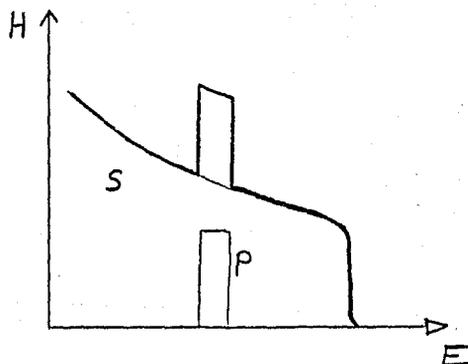
FIGURA 2.6



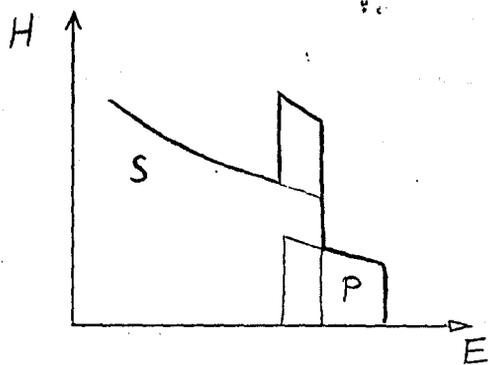
(a)



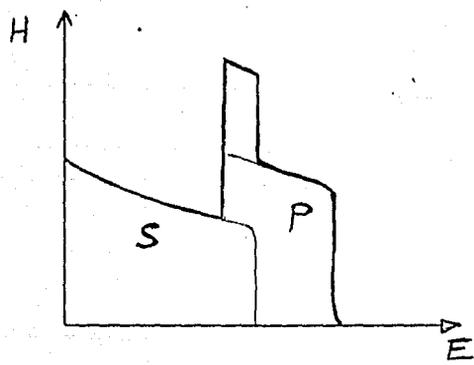
(b)



(c)



(d)



(e)

FIGURA 2.7

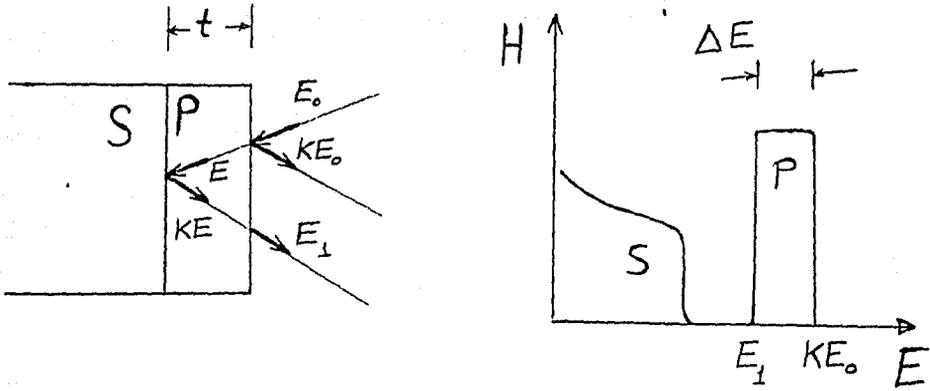


FIGURA 2.8

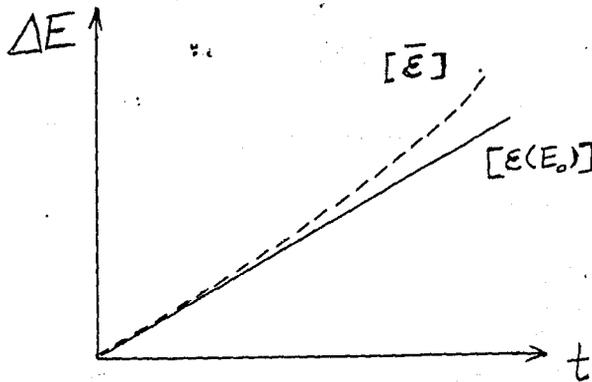


FIGURA 2.9

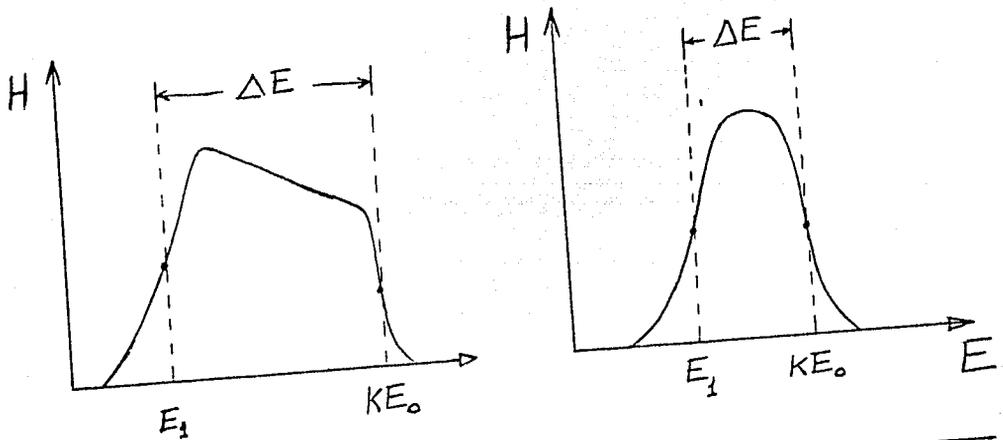


FIGURA 2.10

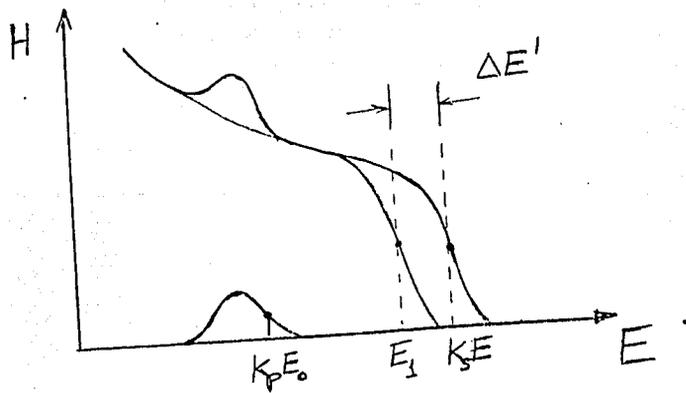
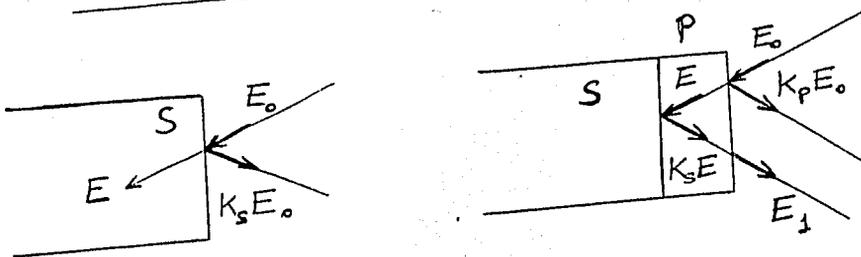


FIGURA 2.11

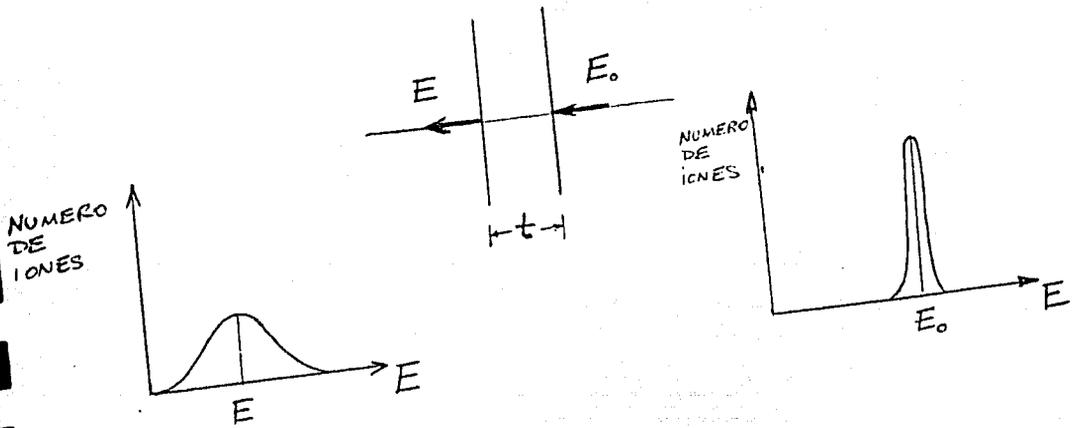


FIGURA 2.12

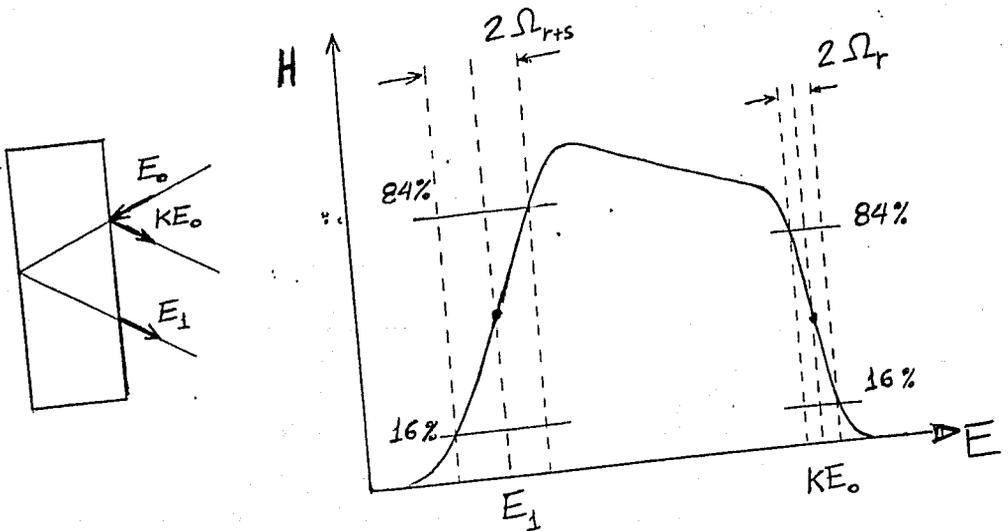


FIGURA 2.13

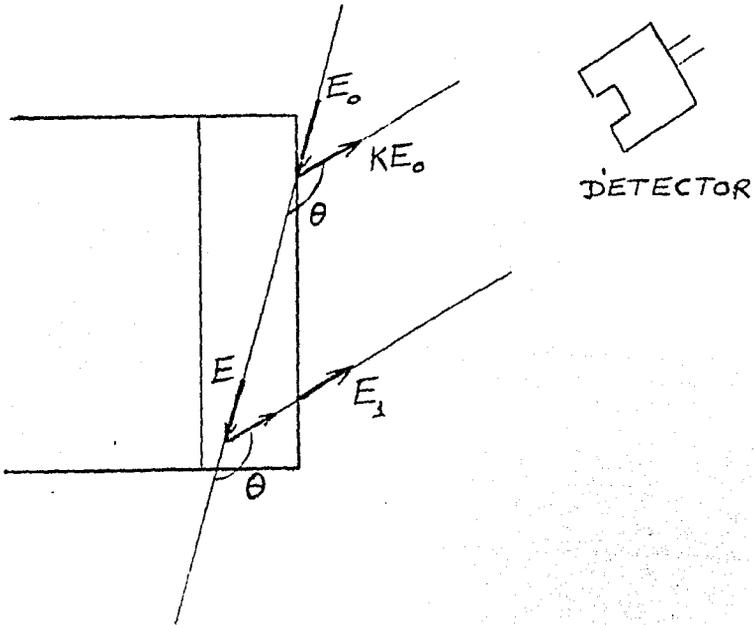


FIGURA 2.14

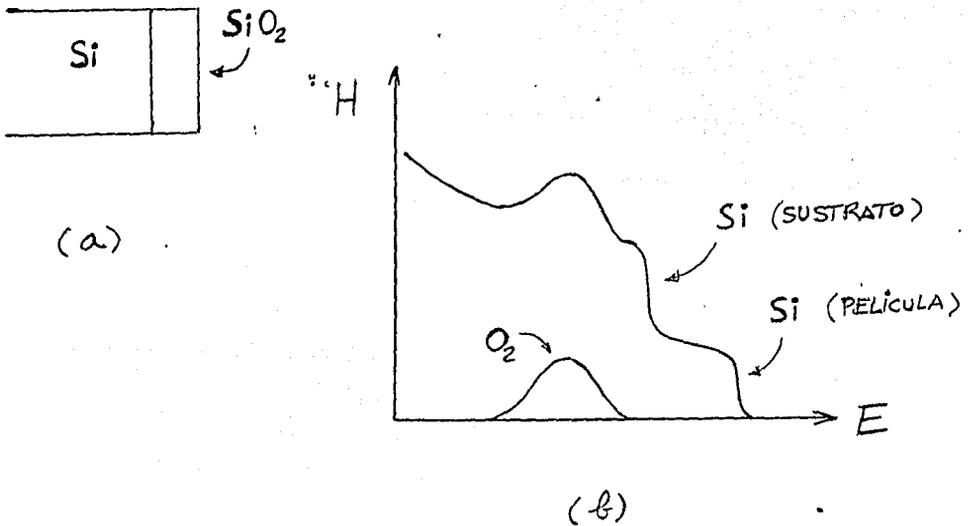


FIGURA 2.15

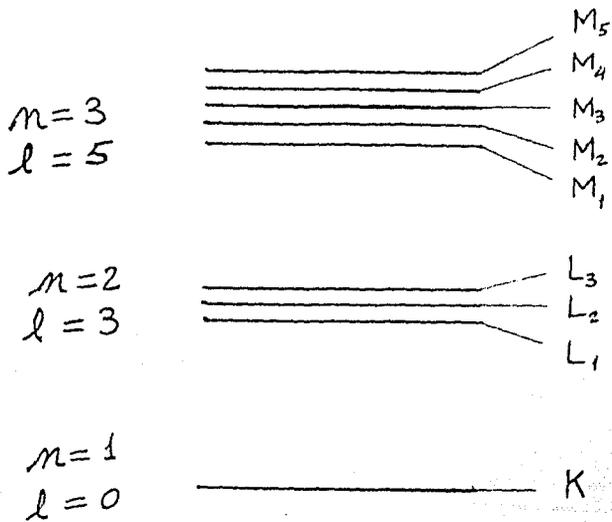


TABLA 2.1

GRUPO	SUBGRUPO	NOMBRE DE LAS TRANSICIONES DOMINANTES	TRANSICION
K	K_{α}	$K_{\alpha 1}$	$L_3 \rightarrow K$
		$K_{\alpha 2}$	$L_2 \rightarrow K$
	K_{β}	$K_{\beta 1}$	$M_3 \rightarrow K$
L	L_{α}	$L_{\alpha 1}$	$M_5 \rightarrow L_3$
		$L_{\alpha 2}$	$M_4 \rightarrow L_3$
	L_{β}	$L_{\beta 1}$	$M_4 \rightarrow L_2$
		$L_{\beta 2}$	$M_5 \rightarrow L_2$
		$L_{\beta 3}$	$M_3 \rightarrow L_1$
		$L_{\beta 4}$	$M_2 \rightarrow L_1$

FIGURA 2.16

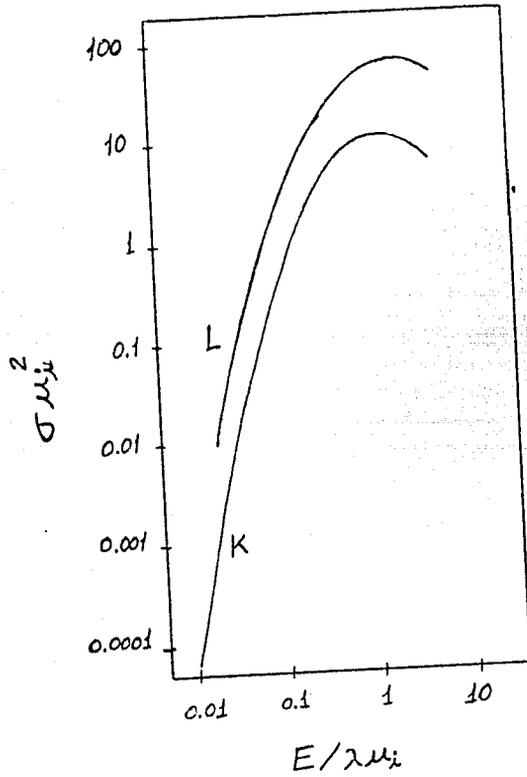


FIGURA 2.17

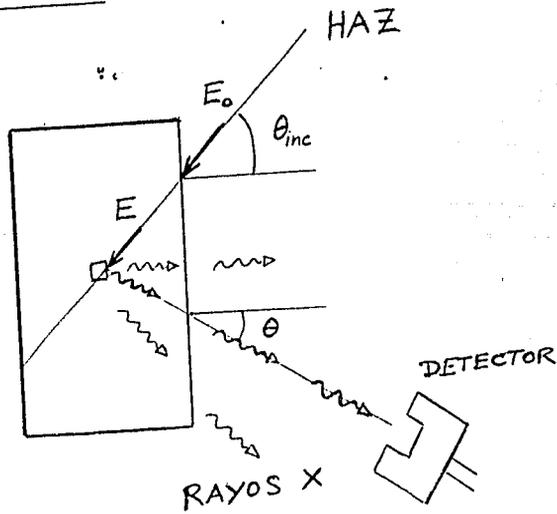


FIGURA 2.19

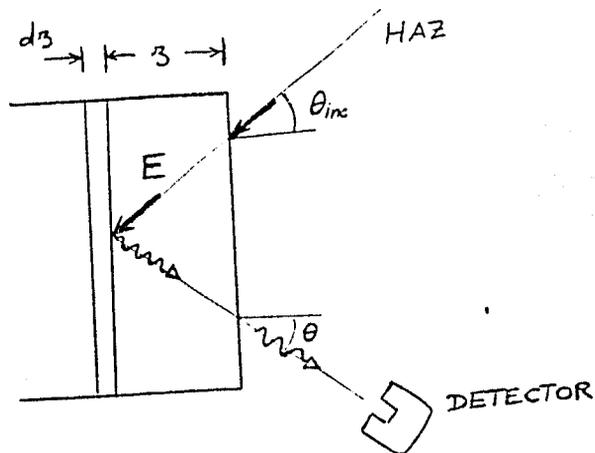


FIGURA 2.20

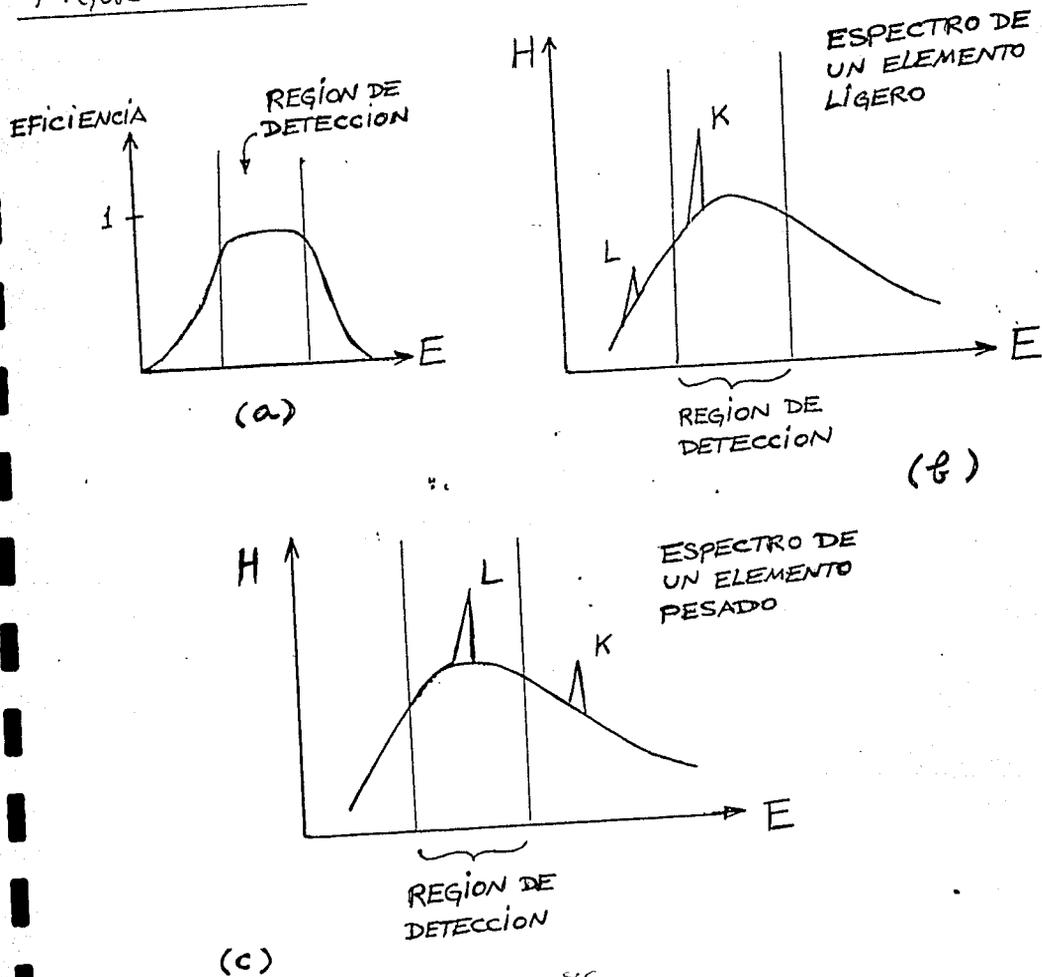


FIGURA 2.21

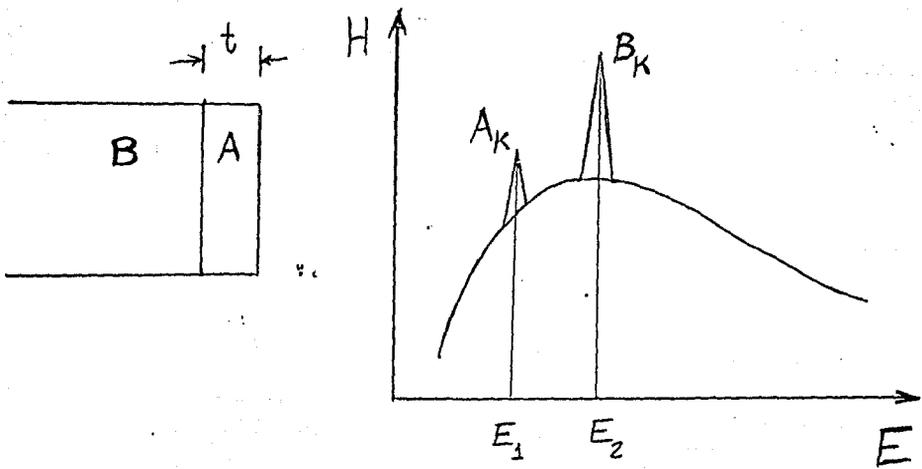
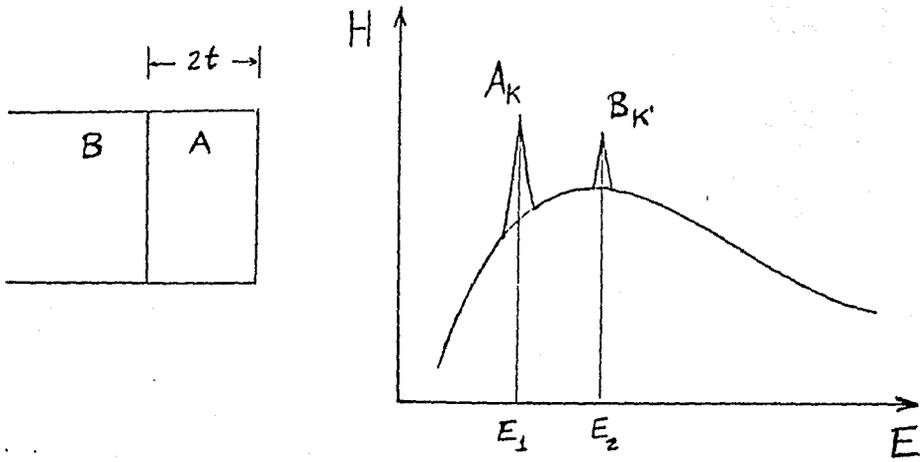


FIGURA 3.1

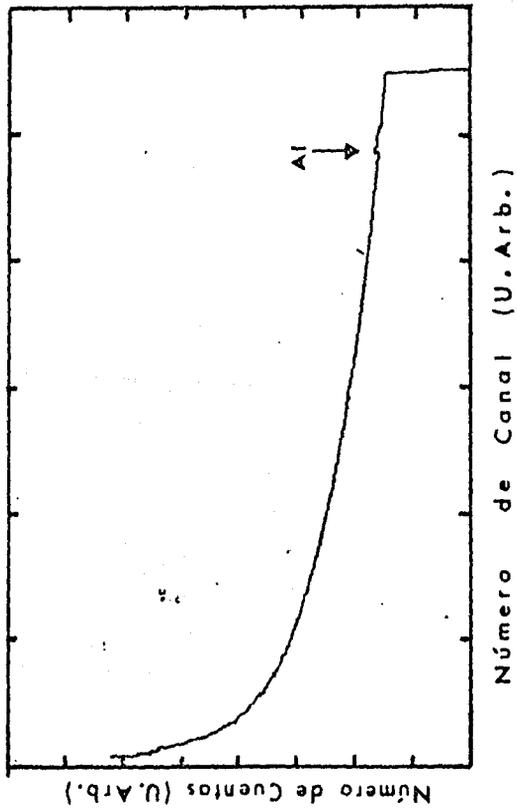
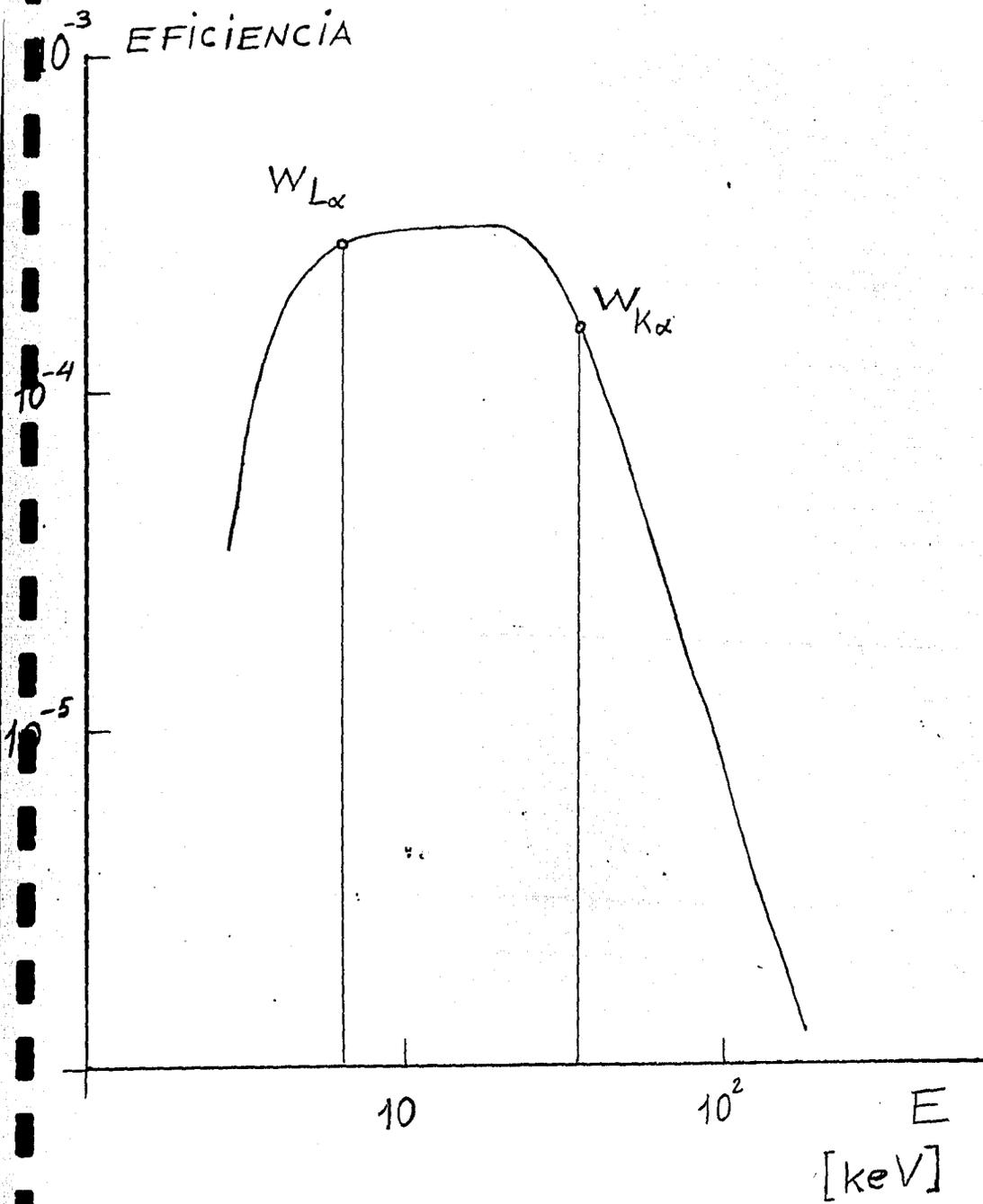


FIGURA 3.2



CAPITULO IV

TABLA 4.1

ENERGIA DE INCIDENCIA E_0	NUMERO DE CANAL CORRESPONDIENTE AL VALOR MEDIO DE LA CAIDA DEL ESPECTRO	ENERGIA DE RETRODISPERSION ASIGNADA AL CANAL
300 keV	49 ± 3	293.7 keV
400	68 ± 3	391.6
500	86 ± 3	489.5
600	105 ± 5	587.4
700	124 ± 4	685.3

TABLA 4.2

E_0	CANAL	ENERGIA DE RETRODISPERSION ASIGNADA AL CANAL.
300 keV	46 ± 3	278 ± 5 keV
400	65 ± 4	377 ± 3
500	84 ± 4	477 ± 3
600	102 ± 6	571 ± 3
700	120 ± 5	665 ± 4

TABLA 4.3

E_0 [keV]	ESPESOR ESTIMADO [10^3Å] t
300	0.60 ± 0.30
400	0.68 ± 0.15
500	0.83 ± 0.15
600	1.10 ± 0.20
700	1.45 ± 0.30

TABLA 4.4

E_0 [keV]	R
600	0.904 ± 0.004
550	0.888 ± 0.005
500	0.892 ± 0.007
450	0.863 ± 0.010
400	0.781 ± 0.012
350	0.793 ± 0.017
300	0.719 ± 0.021

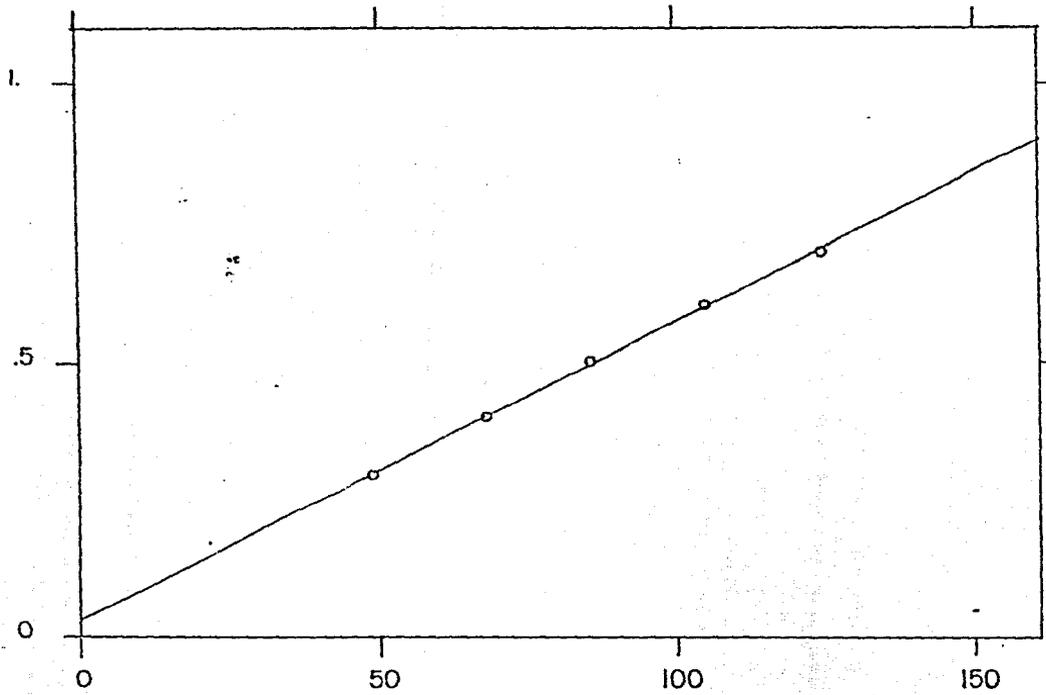
TABLA 4.5

E_0 [keV]	t [10^3Å]
600	1.37 ± 0.07
550	1.45 ± 0.07
500	1.15 ± 0.07
450	1.24 ± 0.09
400	1.02 ± 0.10
350	1.16 ± 0.08
300	1.20 ± 0.11

TABLA 4.6

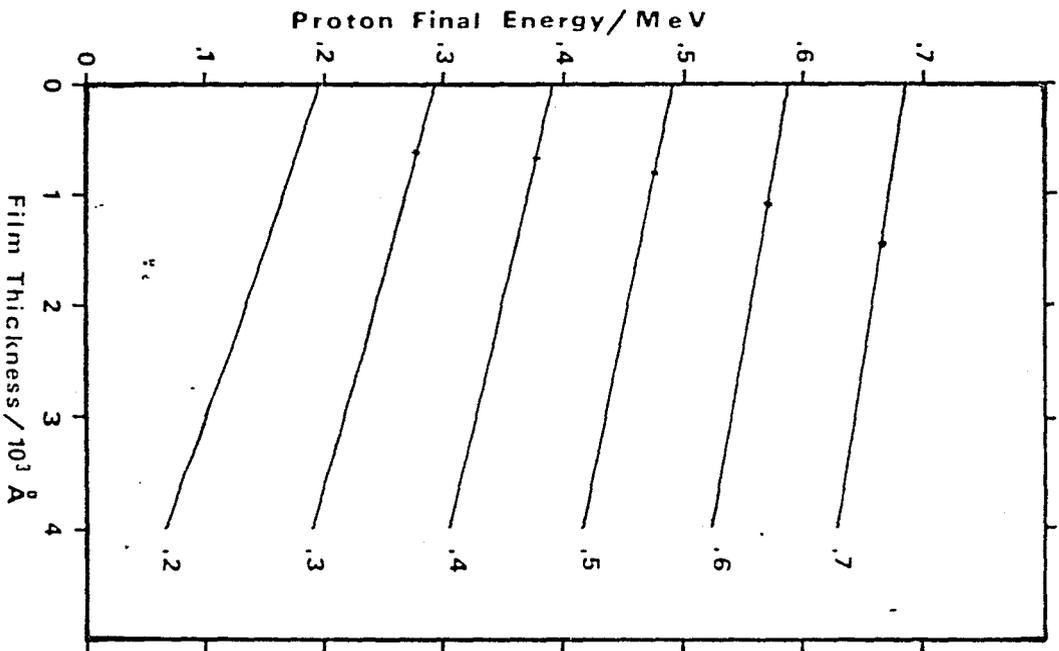
E_0 [keV]	t [10^3Å]
600	1.51
550	1.58
500	1.29
450	1.36
400	1.19
350	1.46
300	1.47

KE₀
(MeV)

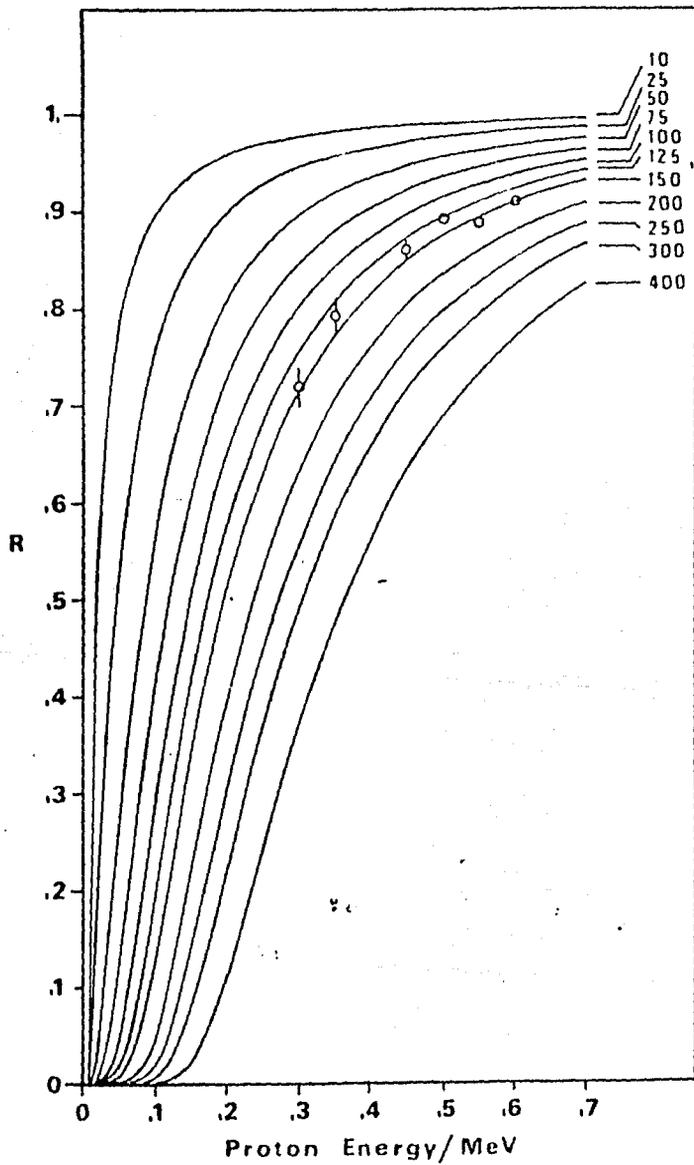


Numero de Canal

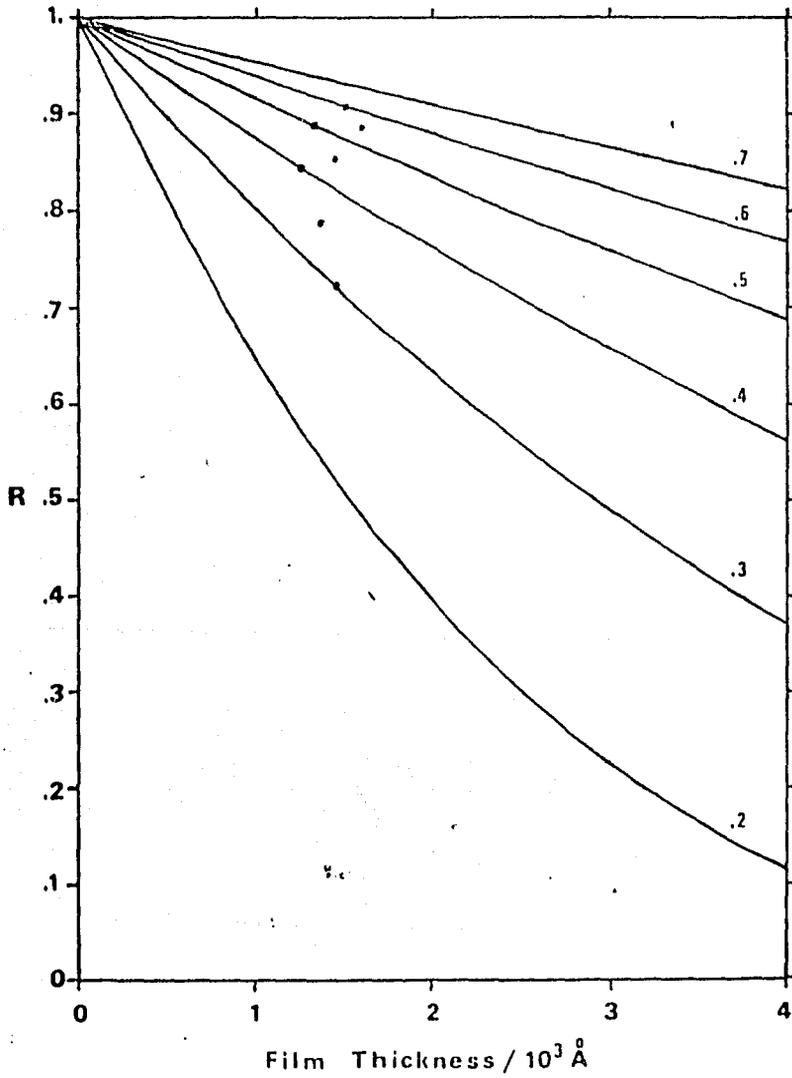
GRAFICA 4.1



GRAFICA 4.3



GRAFICA · 4.4



GRAFICA 4.5

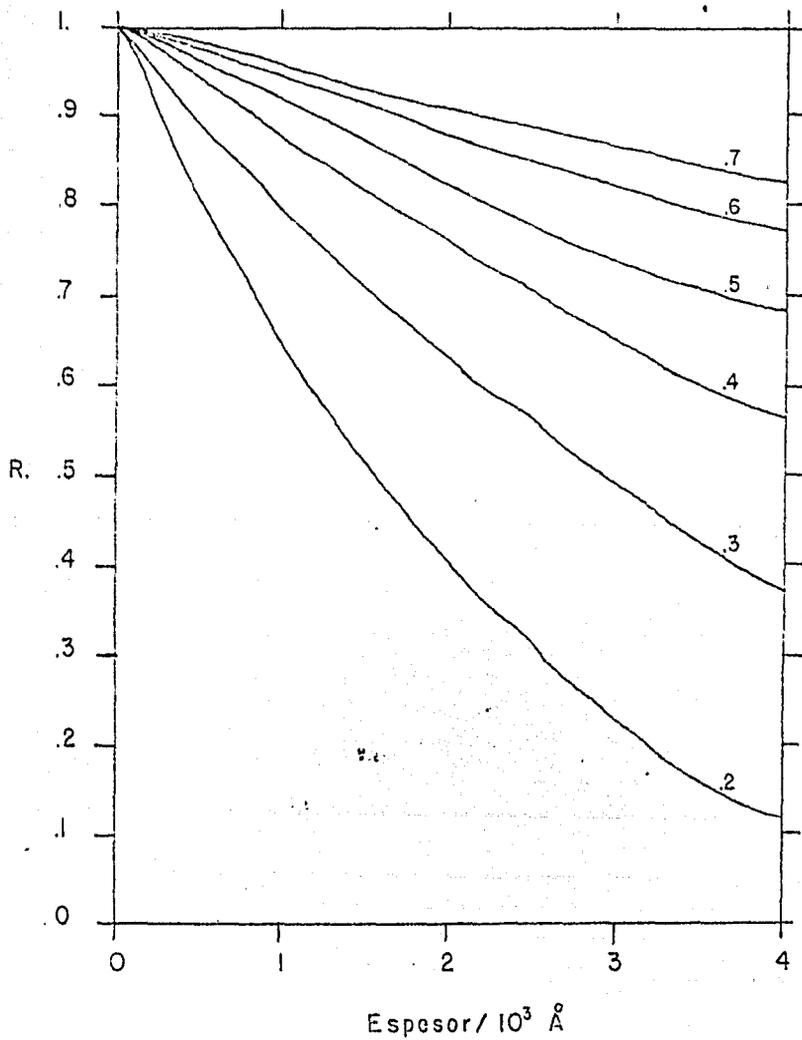


FIGURA 4.1

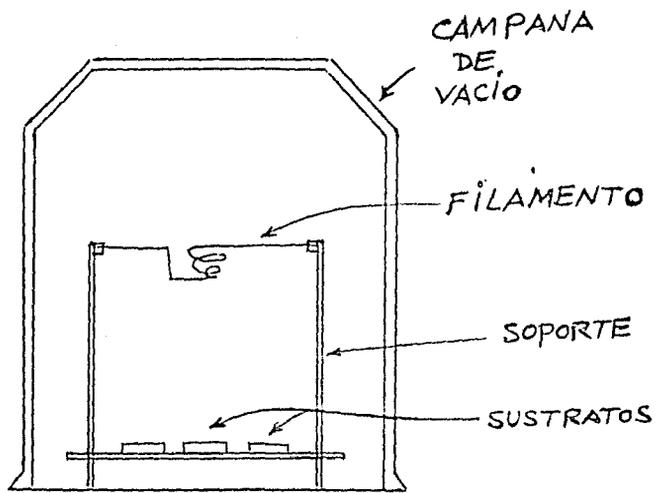


FIGURA 4.2

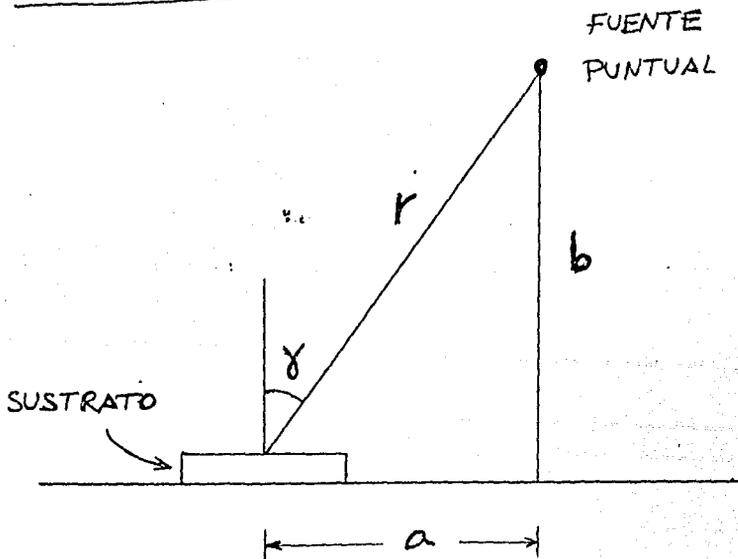


FIGURA 4.4

CAMARA DE RETRODISPERSION

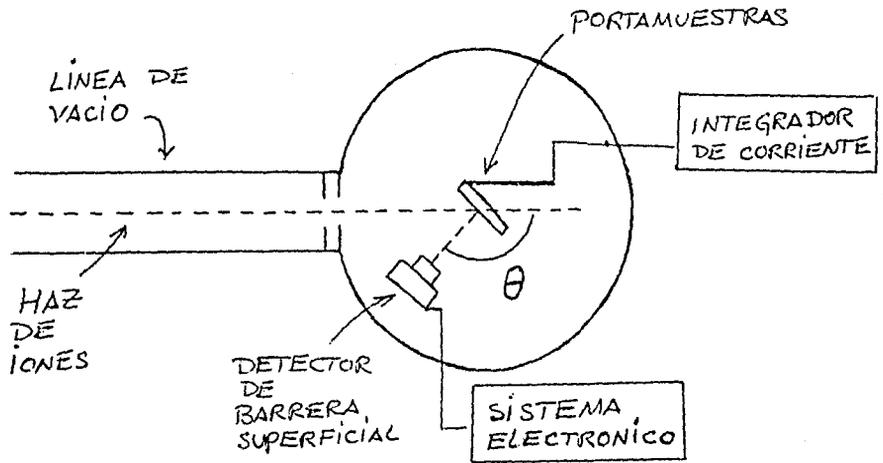
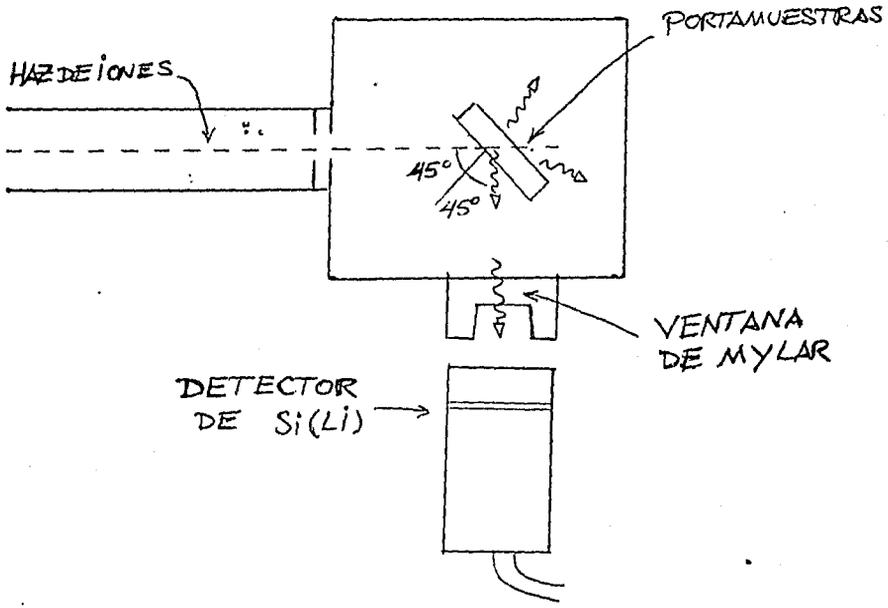


FIGURA 4.5

CAMARA PIXE



101

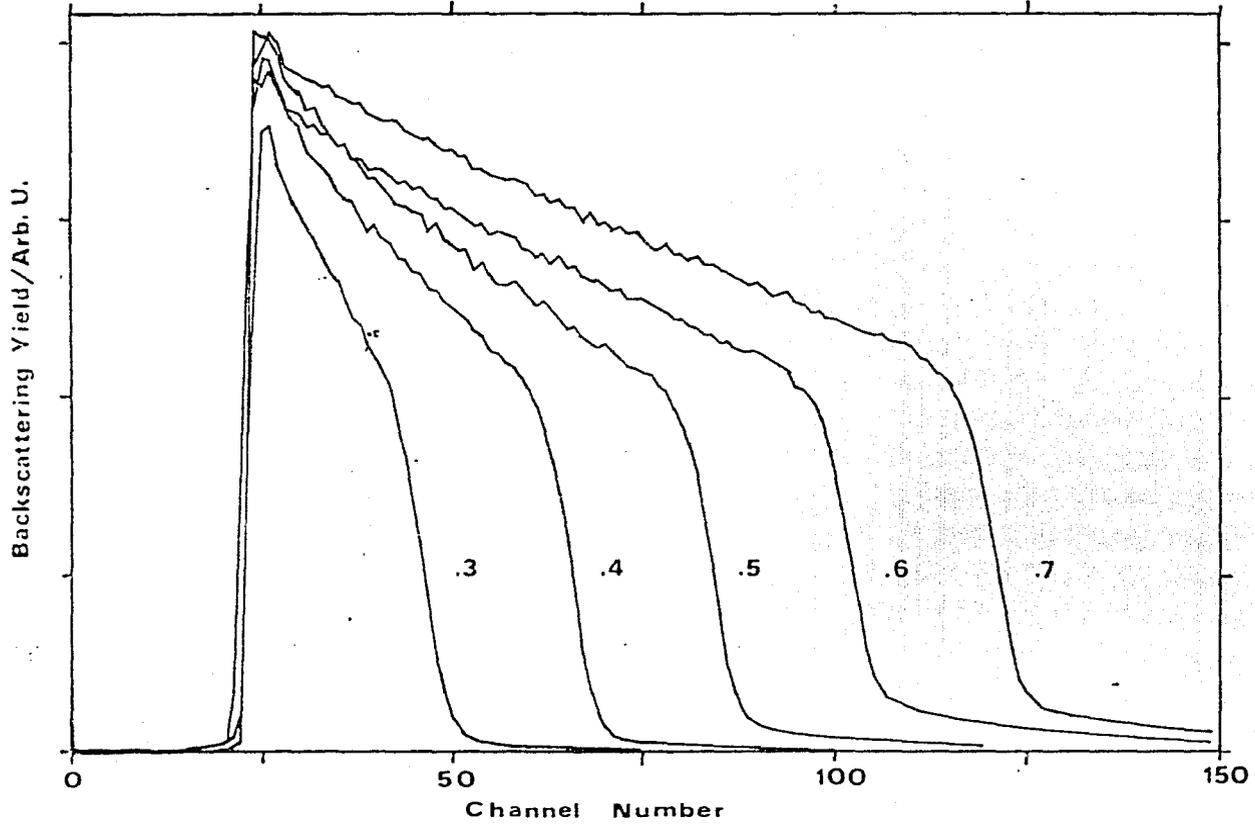


FIGURA 4.6

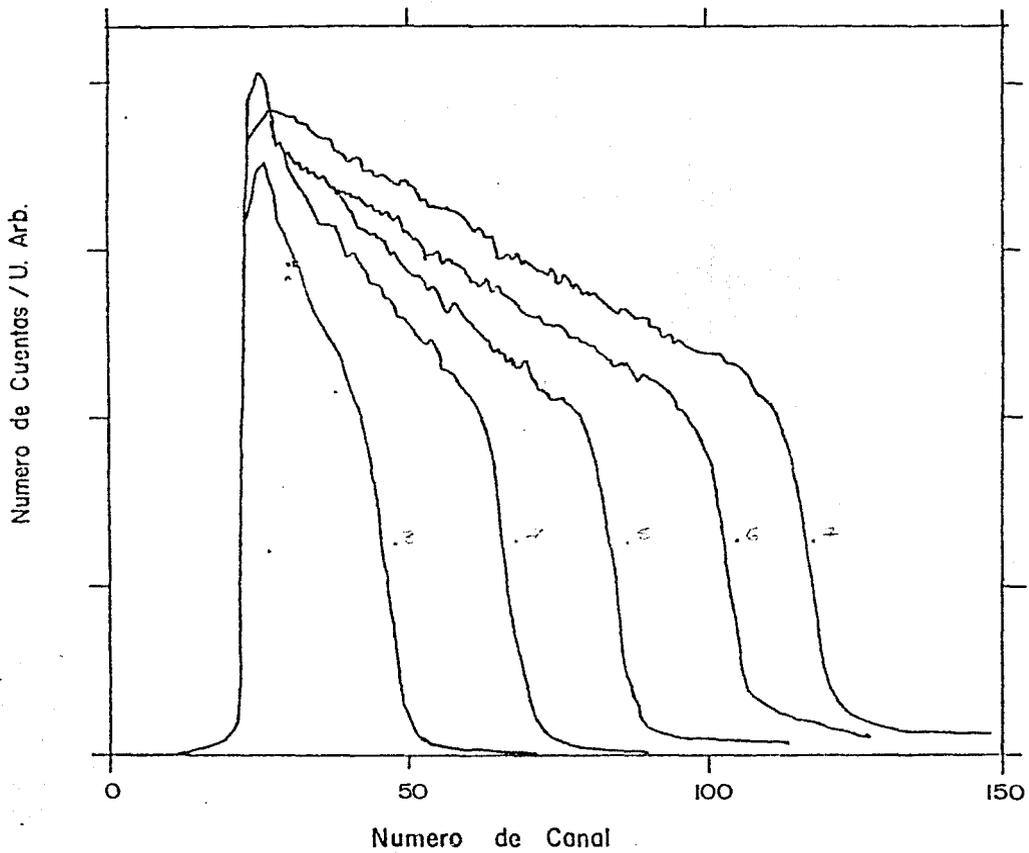


FIGURA 4.7

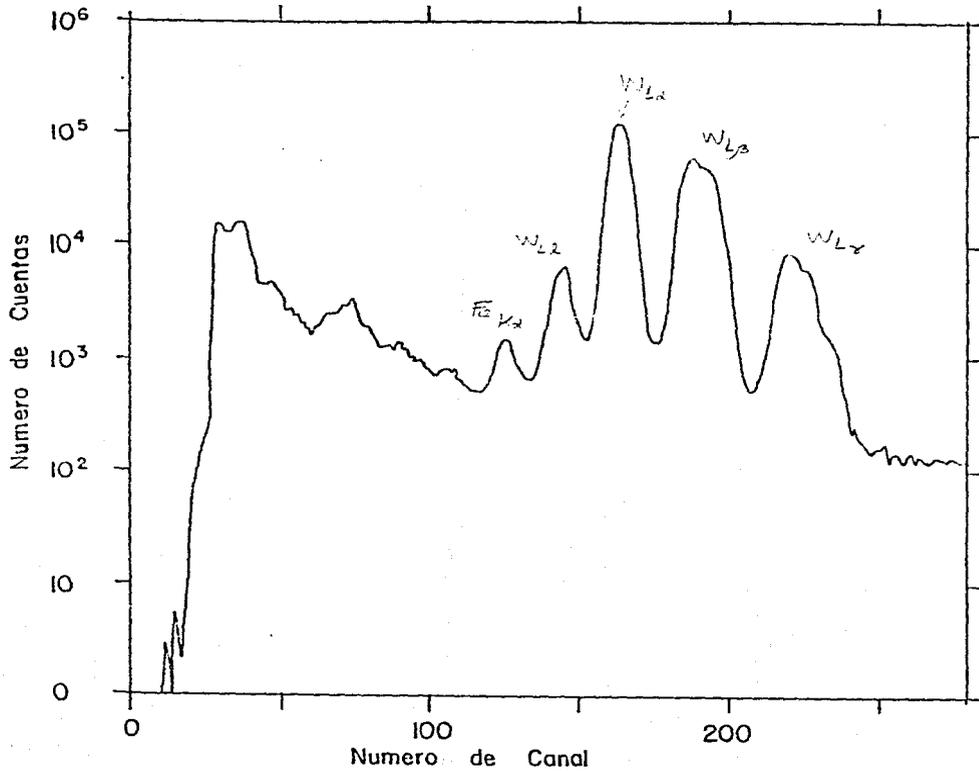


FIGURA 4.8