



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO
FACULTAD DE CIENCIAS

"MEDICION DE EROSION IONICA DE PELICULAS DELGADAS CON PIXE"

T E S I S

Que para obtener el grado de:

F I S I C O

P R E S E N T A

FRANCISCO JOSE RUIZ SANCHEZ





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.

Índice General

Introducción

1

Capítulo Primero

Erosión iónica

1.1 Historia	4
1.2 Rendimiento de erosión	6
1.3 Propiedades sobre el rendimiento de erosión	7
1.4 Modelos teóricos de la erosión iónica	10
1.5 poder de Frenamiento	13
1.5.1 Aproximación de impulso	14
1.6 modelo de Thompson	17
1.7 modelo de Sigmund	18
1.8 Simulador UFROM	21

Capítulo Segundo

Producción de haces de Iones

2.1 Generalidades	22
2.2 Producción de Iones	23
2.2.1 Ionización	
2.2.2a Fuentes de Iones	
2.2.2b Plasma como Fuente de Iones	24
2.2.3 Tipos de Fuentes de Iones	25
1) Arco en Electrodo Móvil.	
2) Superficie de Ionización	
3) Impacto Electrónico	26
4) Ionización Térmica	27
5) Radio-Frecuencia	28
6) Plasmatrón y Duo-plasmatrón	29
7) Ionización de Campo	
8) Fotoionización	30
9) Otros Tipos	
2.2.4 Fuentes de Impacto Electrónico	31
2.3 Extracción de Iones	
2.3.1 Cañón de Iones	33
2.3.2 Efecto de Espacio-Carga	35
2.3.3 Efecto de Lente de los Electrodos de Extracción	35
2.3.4 Electrodos de Pierce	36
2.3.5 Lentes de Aceleración-Desaceleración	37
2.4 Conducción de Iones	38
2.4.1 Separación de Masas	39
2.4.1a Sector Magnético	40
2.4.1b Separador de Campos Cruzados	
2.4.2 Acelerador Electroestático	41
2.4.3 "Stigmator"	43
2.5 Comentario Final del Capítulo	43

Capítulo Tercero

PIXE

3.1 Principios de PIXE	44
3.2 Análisis Cualitativo	46
3.3 Análisis Cuantitativo	48
3.3.1 Sección Eficaz de Ionización	49
3.3.2 Absorción de Radiación en la Muestra	51
3.3.3 Total de Fotones Emitidos	52
3.4 Propiedades del Análisis PIXE	

Capítulo Cuarto

Desarrollo Experimental

4.1 Dispositivo Experimental	
4.1.1 Acelerador Electrostático de Partículas	
4.1.2 Analizador de Partículas	
4.1.3 Línea de Conducción	
4.1.4 Cámara de Dispersión	
4.1.5 Sistema de Detección	
4.2 Cañón de Iones	
4.2.1 Características	
4.2.2 Funcionamiento	
4.2.3 Montaje y Caracterización	
4.3 Evaporación de Muestras	
4.4 Procedimiento Experimental	
4.4.1 Bombardeo de Muestras	
4.4.2 Análisis de Gráficas	

Capítulo Quinto

Resultados y Conclusiones

5.1 Análisis de Resultados	
5.1.1 Desarrollo experimental	
5.1.2 Cuantificación del Rendimiento de Erosión con PIXE	
5.2 Análisis de Resultados	
5.2.1 Predicciones teóricas para el Experimento	
5.2.2 Datos Experimentales Reportados en la Literatura	
5.2.3 Rendimientos de Erosión Obtenidos en el Experimento	
5.3 Conclusiones	

Apéndice 1
Modelos Teóricos de Thompson y Sigmund

Apéndice 2
Defectos Ópticos Asociados a la Conducción de Iones

Apéndice 3
Programa para calcular los cocientes C de producción de rayos-X

Apéndice 4
Datos Experimentales

Apéndice 5
Cañón de Iones

INTRODUCCION

El estudio de materiales es una de las ramas de la Física que ha cobrado gran importancia en los últimos años. El interés en su estudio está relacionado totalmente a las aplicaciones que tienen los nuevos materiales obtenidos mediante tratamientos físicos, los cuales cambian sus propiedades originales convirtiéndose en materiales más versátiles.

Muchas veces, al tratar un material, se busca cambiar solamente sus propiedades superficiales, dejando las volumétricas inalteradas. Así, se puede obtener un material resistente a la corrosión y a la fricción, y al mismo tiempo flexible y capaz de resistir grandes esfuerzos mecánicos sin romperse o deformarse permanentemente. Estas características son muy apreciadas y tienen aplicación inmediata en ramas tan diversas como en medicina, con la fabricación de prótesis resistentes y durables, incapaces de producir una reacción de rechazo por parte del organismo humano. En mecánica, con la construcción de piezas resistentes a esfuerzos, que presentan poca fricción y que pueden ser usadas en medios en donde abundan substancias corrosivas. El cambio de las propiedades ópticas del material, le dan características de polarización, de reflexión y de absorción, muy útiles en la fabricación de espejos y lentes, para la construcción de láseres y de celdas solares.

El estudio de estos nuevos materiales se realiza en el laboratorio, sometiendo pequeñas muestras del material de interés a diferentes tratamientos físicos en condiciones controladas, es decir, regulando las variables que pueden tener una influencia importante en la obtención del nuevo material.

Para cuantificar y conocer las propiedades de estos materiales, es necesario contar con técnicas de análisis sistemáticas, que puedan proporcionar información sobre la composición y distribución de los elementos en la muestra.

Aprovechando el hecho de que algunos elementos responden de manera característica a diferentes estímulos físicos, se diseñaron formas de cuantificar esta respuesta y así obtener información sobre la estructura del material. Uno de estos estímulos físicos, que es muy utilizado, es la radiación, en cualquiera de sus

formas, ya sea de ondas electromagnéticas o de partículas cargadas. Por ejemplo, si un haz de partículas ionizadas incide sobre una superficie, puede producir en ésta, entre otros efectos la expulsión de partículas neutras o ionizadas del blanco (erosión iónica o sputtering), la emisión de electrones secundarios y de fotones, la reflexión de las partículas incidentes, implantación de impurezas y reacciones químicas en la superficie (formación de capas o compuestos). Todos estos fenómenos ocurren simultáneamente, sólo que la probabilidad de que ocurran depende fuertemente de las condiciones bajo las cuales incide la radiación, es decir, de la masa, energía, ángulo de incidencia del proyectil, y masa, temperatura, estructura del blanco.

Este hecho dio origen a las diferentes técnicas de análisis, las cuales se fundamentan en el tipo de radiación que registran. Por ejemplo, RBS (Retrodispersión de Rutherford), analiza solamente los iones retrodispersados; AES (Espectroscopia de Electrones Auger) la existencia de electrones Auger; SIMS (Espectroscopia de Iones Secundarios) los iones arrancados del material, y PIXE (^{Masa de} Emisión de Rayos-X Inducida por Partículas) los rayos X producidos por la muestra. Ahora bien, a diferencia de RBS, AES y SIMS, PIXE no ha sido totalmente desarrollada y su resolución aún no bien definida. ^{así} Es por esto que la intención de este trabajo es la de aportar resultados que ayuden a conocer las cualidades de esta.

Por otra parte, el fenómeno de erosión iónica o Sputtering ha sido muy estudiado debido a su importancia en el desarrollo tecnológico de mediados de siglo hasta nuestros días, por lo que se cuenta en la actualidad con resultados, tanto teóricos como experimentales que lo describen y caracterizan de una manera confiable.

La posibilidad de contar con un cañón de iones, y una cámara de dispersión diseñada especialmente para realizar análisis PIXE, hizo pensar en la ^{factibilidad} posibilidad de medir la erosión iónica en una muestra por medio de PIXE, y comparar los resultados con los obtenidos por otros investigadores para valorar la confiabilidad y resolución de PIXE para medir espesores.

El estudio de los elementos que forman parte de un dispositivo experimental para manejar haces de iones es necesario.

ya que la planeación del experimento depende en gran medida del equipo con el que se cuenta y de la capacidad de éste para ser modificada. Basados en lo anterior se efectuó una revisión de las propiedades generales del equipo utilizado en la óptica de iones y del equipo con el que se cuenta en el laboratorio, para diseñar un experimento realizable en el laboratorio.

En el presente trabajo el primer capítulo está dedicado a la erosión iónica, sus propiedades y características más importantes, haciendo hincapié en la necesidad de un desarrollo tecnológico, tanto en la producción de iones como en la obtención de vacíos limpios y rápidos, para realizar experimentos confiables y reproducibles que puedan servir de base en la elaboración de teorías que describan los mecanismos que intervienen en el fenómeno.

A continuación se hace una breve revisión de los elementos más usuales en la producción y conducción de haces de iones, tan importantes en el estudio de materiales.

Los principios básicos de la técnica de análisis PIXE son expuestos en el tercer capítulo, en donde se observa la importancia de contar con valores confiables de parámetros como la sección eficaz de ionización, el poder de frenamiento y el coeficiente de absorción de radiación. La obtención de los cuales es complicada, tanto teóricamente como experimentalmente, por lo que se acostumbra usar fórmulas semiempíricas, ajustes polinomiales a datos experimentales o resultados teóricos, que día con día resultan ser más confiables.

En el cuarto capítulo son descritos el equipo experimental utilizado, y el desarrollo del experimento. Esta información es importante para valorar los resultados experimentales y las mejoras que se deben realizar en futuros experimentos para optimizar los resultados.

Por último se presentan los resultados y se discute la importancia que éstos tienen, su validez y su concordancia con los datos obtenidos por medio de otras fuentes como son los publicados en la literatura, resultados obtenidos por desarrollos teóricos y los obtenidos por simulación en computadora. También se discute un poco sobre los posibles alcances de la técnica PIXE y sobre las futuras aplicaciones del cañón de iones de argón.

CAPITULO PRIMERO

EROSION IÓNICA (SPUTTERING)

La erosión iónica es un fenómeno conocido desde hace más de 125 años y siempre ha sido considerado como un efecto nocivo, asociado al desgaste que sufren las superficies expuestas a un bombardeo de partículas. El auge en su estudio comenzó con la construcción de reactores nucleares y naves espaciales, en los cuales se buscaba disminuir al máximo los efectos de la erosión causada por partículas producto de las reacciones nucleares o por aquellas que golpean la superficie externa de un vehículo en movimiento. Recientemente, con la industria de los semiconductores y el estudio de superficies, cambió el concepto que se tenía de la erosión iónica, considerándolo ahora como una herramienta tanto en la fabricación de micro-circuitos como en el estudio de películas delgadas. Gracias a esto el estudio de la erosión iónica creció en interés, poniéndose ahora modelos teóricos que la describen y la predicen de manera tal que concuerdan satisfactoriamente con los resultados experimentales.

En este capítulo se describen de una manera general las características y propiedades de la erosión iónica, sobre todo aquellas que son importantes para entender y justificar los resultados del experimento que se realizó.

1.1 HISTORIA

Como erosión iónica o sputtering se denomina al fenómeno de emisión de átomos de una superficie causado por el bombardeo de partículas, que pueden ser iones, átomos neutros, neutrones, electrones o moléculas.

Desde 1852 existen reportes de los primeros intentos por cuantificar el daño producido por la erosión iónica, pero se veían limitados por la falta de una buena tecnología, tanto para alcanzar un buen vacío como para producir el tipo y la cantidad de iones necesarios para el experimento.

Grove [1], en 1882, realizó bombardeo de superficies para tratar de evaluar la erosión iónica; pero debido a que usó presiones muy altas, del orden de 0.1 Torr, sus resultados no son significativos. Después de él, el experimento de Guntherschulze y Meyer [2] fue uno de los pocos que se realizaron con parámetros reproducibles. Usaron una cámara de descarga y para medir la erosión producida en el cátodo lo hicieron a través de las diferencias de peso. Penning y Moubis [3], también con una cámara de descargas, obtuvieron datos para proyectiles como Ar^+ , Ne^+ , N_2^+ , H_2^+ en un blanco de plata a una presión de 10^{-3} Torr, y una energía de 500 eV, siendo estos 2.3, 1.8, 1.4 y 6 átomos expulsados por ion incidente, respectivamente. En 1961 Weijsendfeld y Hoogendoorn [4] obtuvieron para argón en cobre un rendimiento de erosión de 3.2. Fetz [5], descubrió la dependencia angular del rendimiento de erosión al observar que cátodos con radio pequeño se desgastaban más que cátodos con un radio mayor. Esta dependencia fue expresada por Seeliger y Sommermeyer [6] como una función del coseno del ángulo de incidencia.

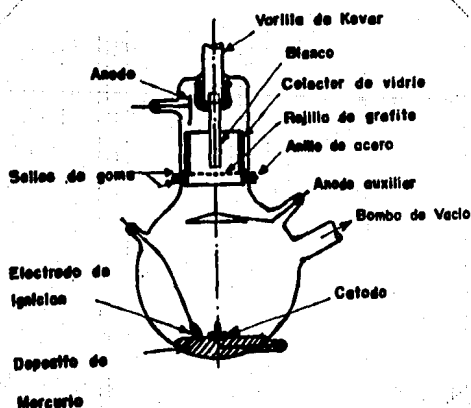


Figura 1.1 Cámara de descarga con depósito de mercurio

Smith et al. [7] descubrieron que la formación de compuestos, principalmente carburos y óxidos, en la superficie del blanco lo protegía de la erosión. Esto fue un logro importante y de aplicación inmediata, ya que con esto se pudieron proteger el casco de las naves espaciales y los reactores nucleares de los efectos de la erosión.

Basados en estos primeros experimentos, se llegó a la conclusión de que para estudiar el fenómeno de erosión iónica es necesario que se cumplan las condiciones siguientes para considerar que el experimento sea reproducible:

1) Tener presiones menores a 10^{-9} Torr de forma tal que el camino libre medio de los iones sea comparable a las dimensiones del tubo de descarga.

2) Una alta densidad de corriente y una presión de fondo baja, es decir combinar las magnitudes de la densidad de corriente (j) y de la presión (P_b) de forma tal que cumplan con $j/P_b > 10^9$ ($[j] = \mu A/cm^2$ y $[P_b] = Torr$).

3) Determinación del ángulo de incidencia del haz sobre la superficie.

4) Pequeña dispersión en la energía del haz incidente.

5) Tener un haz de iones con carga unitaria.

A partir de 1950 se tenían dos formas para estudiar la erosión iónica: sistemas de descarga con depósito de mercurio y haces de iones. Ambas poseían ventajas y desventajas unas con respecto a otras, relacionadas con la intensidad y estabilidad de la corriente del haz obtenible, y la presión mínima alcanzable, pero que gracias a las consideraciones anteriores, éstas fueron valoradas, lo que ha hecho que los datos recientes experimentales sean más congruentes unos con otros y esto a su vez ha ayudado a los cálculos teóricos, ya que cuentan con una fuente confiable de datos.

1.2 RENDIMIENTO DE EROSION (SPUTTERING YIELD)

Una manera de evaluar la erosión iónica es por medio de lo que se ha nombrado rendimiento de erosión (Sputtering Yield), que

se define como el número de átomos removidos de la superficie de un sólido por partícula incidente¹.

$$Y = \frac{\text{Átomos emitidos}}{\text{Átomos incidentes}} \quad (1.1)$$

Esta expresión solo tiene sentido si el número de átomos expulsados es proporcional al número de partículas incidentes, que es lo que ocurre normalmente a corrientes bajas, pero tan pronto como una concentración considerable de átomos implantados refuerza a la superficie, es necesario definir rendimientos de erosión parciales para los diferentes componentes del blanco. Tal definición también es necesaria para flujos pequeños cuando se erosiona una aleación.

Otra excepción a este comportamiento son las moléculas que inciden en el blanco con energías mayores a 10 KeV, las cuales producen cascadas transpuestas [8] que hacen que el rendimiento de erosión dependa de la intensidad del haz incidente, fenómeno que será explicado más adelante.

1.3 PROPIEDADES SOBRE EL RENDIMIENTO DE EROSION

El rendimiento de erosión depende de varios factores relacionados tanto al proyectil como al blanco. De estos los mas importantes son: energía, número atómico, masa y ángulo de incidencia del proyectil, masa, número atómico, cristalinidad, orientación del cristal y energía de ligadura del blanco.

En una curva típica del rendimiento de erosión se puede observar que a bajas energías el rendimiento crece rápidamente con la energía (zona umbral 20-40eV); después presenta un crecimiento lineal para energías de cientos de eV hasta llegar a un máximo formando una meseta (100-10keV), que finalmente disminuye.

La determinación de la energía umbral depende del estado del material y de la sensibilidad del detector que se utilice. Originalmente, Henschke [9] definió dos energías umbral; Full-Plane, que es la energía para arrancar un átomo del blanco, y

¹ Algunos autores, principalmente los primeros en tratar este tema, denotan al coeficiente de erosión como S.

minimum bond (mínima ligadura), que corresponde a la energía necesaria para desalojar un átomo que se encuentra aislado en la superficie. Ambas pueden ser diferenciadas fácilmente, sabiendo que la primera no depende del tiempo de bombardeo, lo cual ocurre con la segunda, ya que una vez liberados todos los átomos aislados de la superficie el rendimiento de erosión se vuelve cero.

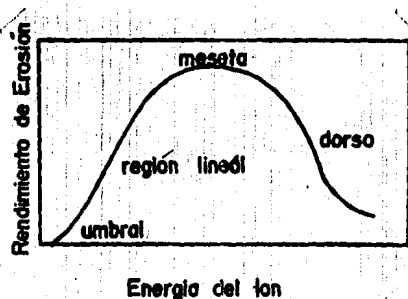
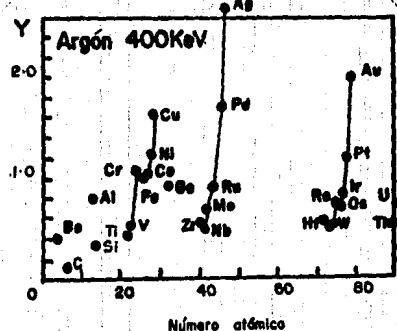


Figura 1.2 Forma típica del rendimiento de erosión al cambiar la energía.

La meseta es una región donde la transferencia de energía es máxima y que va disminuyendo al aumentar la energía del ion, porque al penetrar más en el blanco, se aleja de la superficie, disminuyendo su probabilidad de colisión cerca de ésta.

El valor típico del rendimiento de erosión para iones pesados [Y], está entre uno y cinco ($1 < Y < 5$); pero existen valores para ciertas combinaciones de blanco-proyectil que van de seis a cien ($6 < Y < 100$).



A baja energía se ha encontrado que el rendimiento de erosión está relacionado con la distribución electrónica en la capa d del material del blanco, aumentando según la capa electrónica d se va llenando. Esto es debido a que el alcance de las partículas en el blanco es mayor cuando éste está formado por átomos con estructura electrónica abierta. Se ha encontrado que los elementos con mayor coeficiente de erosión son cobre, plata, oro y gases nobles [12].

El rendimiento de erosión aumenta también al aumentar la masa de la partícula incidente. Para iones muy ligeros, como protones, el rendimiento de erosión Y , es muy pequeño, del orden de 10^{-3} , por lo que este proceso es despreciable cuando se están realizando análisis como RBS o PIXE, y por tanto el daño a la muestra es mínimo.

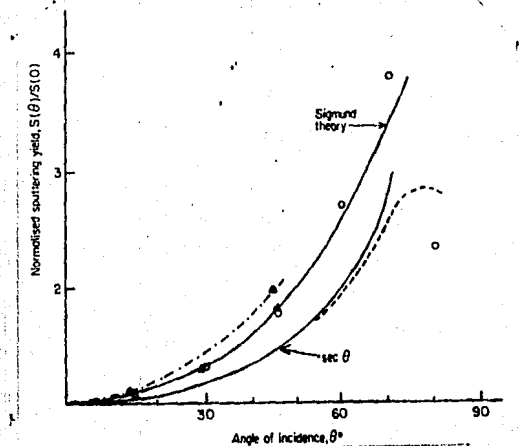


figura 1.4 Dependencia del rendimiento de erosión con el ángulo. Se comparan la predicción de Sigmund y la curva de $\sec \theta$, con los datos experimentales de los trabajos de Cheney et al. (1965)(○); Dupp et al. (1966)(▲); Colombie (1964)(▲); Molchanov et al. (1961)(-); Rol et al. (1960)(-), para cobre bombardeado por argón.

En sólidos amorfos o policristalinos el rendimiento de erosión crece al aumentar el ángulo de incidencia hasta alcanzar un máximo entre los 70 y los 80 grados con respecto a la normal a la superficie. Según Almén y Bruce [10], el rendimiento de erosión es proporcional a las funciones $\sec \theta$, $\sec^{3/2} \theta$ y $\sec^2 \theta$, para energías del ion incidente de 10-20, 20-60 y 60-110 KeV respectivamente y esto fue corroborado por Molchanov y Tel'kovskii

[11]. La posición del máximo depende de la superficie de la muestra, por ejemplo, para una superficie de cobre, si fue pulida mecánicamente, el máximo se encuentra a 80° y si el pulido fue electrolítico, en 75° .

La estructura del blanco es otro parametro importante, ya que en monocristales existen direcciones para las cuales el rendimiento es mayor que para otras, en particular las direcciones de máxima expulsión son, las llamadas arreglo de empaquetamiento compacto.

La información publicada hasta 1983 acerca de la dependencia de la erosión iónica con el incremento de la temperatura es contradictoria. Algunos reportan que la erosión crece al aumentar la temperatura, pero algunos han encontrado un comportamiento totalmente diferente [11,12]. Para explicar lo anterior, se ha sugerido que la temperatura de templado del blanco es un punto crítico a partir del cual el rendimiento de erosión disminuye al aumentar la temperatura. Por lo contrario, si la temperatura es menor al punto de templado, la erosión iónica aumenta al aumentar la temperatura.

En particular, para cobre bombardeado por argón, el rendimiento de erosión es constante al variar la temperatura desde 20 a 600°C [10,11]. Esto es importante ya que es en el intervalo de temperaturas en el cual se lleva a cabo la mayor parte de los experimentos.

Por ultimo, hay que decir que la formación de compuestos en la superficie del blanco, como óxidos y carburos principalmente, disminuyen el rendimiento de erosión, por lo que es importante tomar en cuenta este proceso al valorar los resultados de un experimento realizado con una determinada combinación de proyectil-blanco.

1.4 MODELOS TEORICOS DE LA EROSION IONICA

En un principio existía el problema de cómo explicar la transferencia de energía del ion incidente a los átomos de la superficie, de forma tal que pudieran ser expulsados de esta. No era fácil comprender como ocurría esta transferencia en un volumen

tan pequeño en la superficie del blanco, lo que propicio que surgieran varias teorías, que van desde la "teoría de la mancha caliente" de Von Hippel [13], basada en la evaporación del blanco por el calor generado por el haz incidente, hasta imaginar el proceso como una serie de colisiones en cascada, lo que fue sugerido al observar la distribución angular de las partículas expulsadas por un monocristal, que solamente podía ser explicado mediante la transferencia de momentos. Existió también el modelo de picos térmicos (thermal spikes), que fue desechado en los primeros años, y que últimamente fue rescatado para explicar ciertos procesos en los que la alta densidad de energía de las colisiones en cascada hacen válido este modelo.

Una colisión en cascada consiste en un conjunto de colisiones causadas por el proyectil, que produce una serie de retrocesos en los átomos de la superficie, que a su vez, producen otros retrocesos y así sucesivamente hasta que algunos de estos átomos se acercan tanto a la superficie con una energía superior a la energía de ligadura que logran escapar y ser expulsados.

Hoy en día se considera que la erosión iónica, dependiendo en la forma en que se produce, puede pertenecer a cualquiera de los siguientes tres procesos:

- 1) Eventos de colisión simple o doble colisión.
- 2) Colisiones en cascada lineales.
- 3) Colisiones en cascada no-lineales.

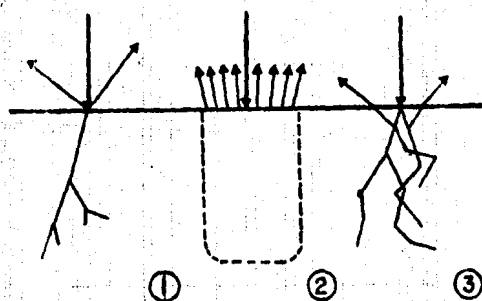


Figura 1.5-10. Erosión producida por la interacción entre el ión y la superficie.
 2) Evaporación de un pico térmico.
 3) Erosión producida por una colisión en cascada.

El primer proceso se refiere al desalogo de átomos que no se encuentran totalmente integrados a la superficie, y ocurre principalmente en la zona de umbral, en donde la energía para crear una colisión en cascada no es suficiente. Esta región es la que Henschke [9] definió como región de mínima ligadura (*minimum-bond*).

La región de colisiones en cascada lineales, es aquella en la que la interacción con las partículas del blanco y con las del proyectil pueden tratarse como colisiones binarias, las cuales son descritas por medio de las ecuaciones de transporte. Estas ecuaciones describen la distribución angular y energética de las partículas en el blanco, relacionando parámetros como el poder de frenamiento, densidad y energía de ligadura del blanco.

Cuando la densidad de las colisiones es muy alta, y el modelo de interacción binaria pierde su validez, entonces se utiliza el modelo de colisiones no-lineales. Esta región predomina cuando la densidad de energía dentro de la cascada es alta, en las cuales el poder de frenamiento nuclear es máximo, y también cuando se utilizan blancos pesados en los cuales los intervalos de retroceso son muy cortos.

Las colisiones en cascada no-lineales, es un fenómeno que cobra importancia en la descripción de la erosión iónica cuando ocurre a una energía superior a la energía umbral. Dichas energías dependen de la combinación de blanco-proyectil que se utilice.

La aplicación de las regiones para las cuales es válida la teoría de cascadas lineales es ilustrada en la figura por dos cortes planos del espacio (E, Z_1, Z_2).

Para tener una idea de las dimensiones del proceso, hay que mencionar que una cascada típica tiene un radio de 100 Å y que si cada evento de colisión dura 10^{-14} segundos, entonces la transferencia de energía a lo largo de la cascada tiene una duración del orden de 10^{-11} segundos.

La densidad de energía en una cascada no lineal es alta y tiene un tiempo de duración superior a una cascada lineal. Esto hace que un número mayor de átomos que rodean a la superficie sean expulsados.

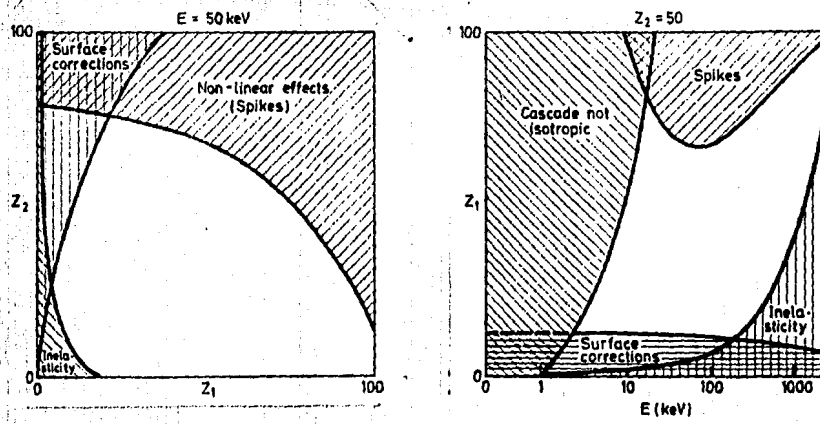


figura 1.6 La región de aplicación de la teoría analítica lineal de la erosión iónica es ilustrada en dos cortes planes del espacio (E, Z_1, Z_2) .

Ahora bien, el número total de desplazamientos depende del estado de excitación de la región bombardeada, por eso es que si se producen cascadas superpuestas, el rendimiento de erosión aumenta, como ocurre con las moléculas cuando son usadas como proyectil. Esto explica por qué las moléculas no se ajustan completamente a la definición del rendimiento de erosión.

1.5 PODER DE FRENAMIENTO

Antes de empezar a tratar con los modelos de erosión iónica es necesario mencionar un poco sobre el poder de frenamiento, que es un parámetro importante en la descripción teórica de la erosión iónica que describe la transferencia de energía del proyectil a la superficie.

Al penetrar cualquier ion en un sólido, pierde energía al irse desplazando a través de este. La pérdida de energía depende principalmente de la energía del ion, siendo menor a energías altas, donde la interacción con el sólido es principalmente electrónica.

La sección eficaz de frenamiento S_n está definido como:

$$\frac{dE}{dx} = S_n C E \cdot N \quad (1.2)$$

Donde E es la energía del ion, x la distancia recorrida en el sólido y N es la densidad atómica del blanco.

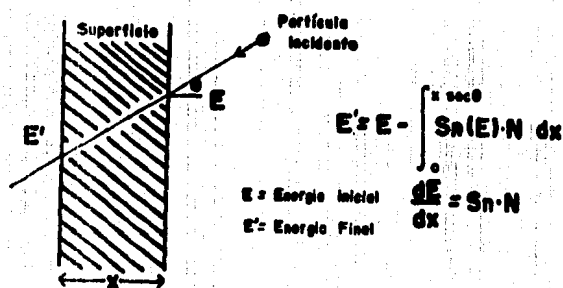


Figura 1.7 Esquema del poder de frenamiento de una partícula en una superficie.

Existen aproximaciones, tablas y fórmulas semiempíricas para hallar los valores de S_n [15,16,17,43], de las cuales se describirá brevemente la aproximación de impulso, que es un desarrollo que ilustra la importancia de los parámetros que intervienen en el proceso.

1.5.1 Aproximación de Impulso

La aproximación de impulso es una aproximación hecha utilizando dos aproximaciones importantes relacionadas con el potencial de interacción entre el proyectil y el núcleo, y el cambio en la velocidad del proyectil dentro de la sólido, las cuales limitan su aplicación a un intervalo finito de energías del proyectil.

Las dos suposiciones son las siguientes:

- 1) La aproximación del potencial de interacción entre Z_1 y

Z_2 , se escribe como un potencial de Coulomb apantallado, usando la función χ de apantallamiento, es decir:

$$V(r) = \frac{Z_1 Z_2 e^2}{r} \chi\left(\frac{r}{a}\right) \quad (1.3)$$

con radio de Thomas-Fermi de Apantallamiento para la colisión,

$$a = \frac{0.885 a_0}{(Z_1^{1/2} + Z_2^{1/2})^2} \quad (1.3a)$$

siendo a_0 el radio de Bohr.

La función $\chi(r/a)$ puede ser aproximada por $\chi(a/r) \approx a/2r$, lo cual es válido si $r/a \gg 1$. Esto, en el proceso de erosión iónica que nos concierne, es cierto por la baja energía de sus iones.

2) La aproximación de impulso con el potencial anterior produce:

$$\Delta p = \int_{-\infty}^{\infty} F_{\perp} dx = \frac{1}{v} \int_{-\infty}^{\infty} F_{\perp} dt \quad (1.4)$$

$$F_{\perp} = \frac{\delta V(r)}{\delta y} = - \frac{\delta V([r^2 + b^2]^{1/2})}{\delta b} \quad (1.4a)$$

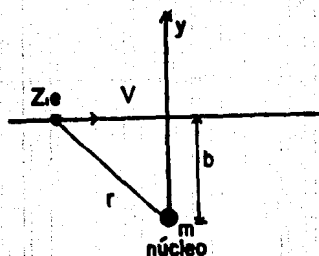


figura 1.8 Aproximación de impulso

Combinando las ecuaciones 1.4 y 1.4a obtenemos:

$$\Delta p = \frac{\pi Z_1 Z_2 e^2 a}{2rb^2} \quad (1.4b)$$

Entonces la energía transferida al átomo removido es:

$$T = \frac{\pi^2 Z_1^2 Z_2^2 e^4 a^2}{8M_2 v^2 b^4} \quad (1.4c)$$

La sección eficaz de transferencia de energía está dada por:

$$d\sigma = -2\pi b db \quad (1.4d)$$

que al combinarla con la ecuación 1.4c, expresándola en función de la máxima energía de transferencia $T_m = \frac{4 M_1 M_2}{(M_1 + M_2)^2} E$ e integrando, nos da el valor para el poder de frenamiento.

$$S_n = - \int T d\sigma = \frac{\pi^2 Z_1 Z_2 e^2 a M_1}{2 (M_1 + M_2)} \quad (1.5)$$

Este poder de frenamiento es constante una vez especificados el proyectil y el blanco, y no depende de la energía de incidencia del ion, como ocurre experimentalmente. Durante su desarrollo se vió que esta aproximación depende fuertemente de que tan válido es aproximar el potencial por una función que dependa de r^{-2} , lo cual es cierto en un 80% para energía reducida ϵ^* comprendida entre 1×10^{-1} y 1 eV [14,15].

Sabiendo que:

$$\epsilon^* \frac{(M_1 + M_2)}{M_2} \frac{Z_1 Z_2 e^2}{a} = E \quad (1.6)$$

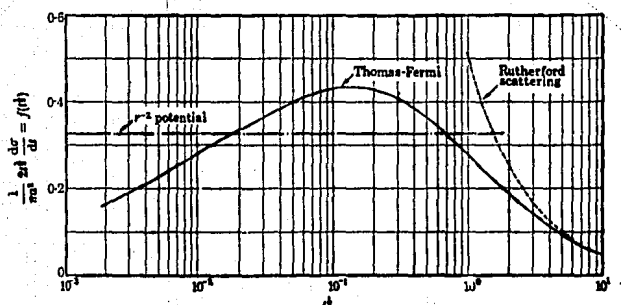


figura 1.2 comparación del Potencial $(1/r^2)$ con el potencial de Thomas-Fermi.

El intervalo de validez es de 17.25 KeV a 118 KeV para la energía del ion incidente, es decir, es posible utilizar el poder de frenamiento obtenido mediante la aproximación de impulso obteniendo una buen resultado, si se usa una energía de ion dentro de ese intervalo.

1.6 MODELO DE THOMPSON (1968)

El modelo desarrollado por Thompson [18] es el inmediato predecesor del modelo de Sigmund. primer trabajo en donde es utilizada la ecuación de transporte de Boltzmann que demuestra la madurez alcanzada en el tratamiento teórico de la erosión iónica.

Thompson utiliza el modelo de colisión en cascada, y considera que la expulsión es generada por una colisión en cascada provocada por el ion incidente. Supone que la energía en la cascada es transferida por medio de colisiones binarias y que el camino libre medio de las partículas es independiente de la energía, esto conduce a un espectro de energías de la forma E^{-2} , siendo una buena aproximación para energías entre 10 eV y 10^3 eV .

Supone también que el potencial de interacción entre el proyectil y el blanco es de la forma $\frac{1}{r}$, y por ultimo que los

átomos son refractados al abandonar la sólido. Obteniendo como resultado un rendimiento de erosión dado por la siguiente expresión:

$$Y = \frac{\pi^2 a_0^2 N^{2/3}}{8e} \frac{E_R}{E_B} \frac{M_1(Z_1 Z_2)^{5/6}}{(M_1 + M_2)} \sec \theta \quad (1.80)$$

Donde a_0 es el radio de Bohr, E_R y E_B son la energía de Rydberg y la energía de ligadura de la sólido, M_1 y M_2 son la masa del proyectil y del blanco respectivamente, Z_1 y Z_2 son sus números atómicos y θ el ángulo de incidencia del proyectil.

Esta relación está limitada, debido a las aproximaciones hechas, a un intervalo de energías que va de 10 a 10^3 eV, para ángulos menores a 60° y para $M_2 \gg M_1$.

1.7 MODELO DE SIGMUND (1969)

Sigmund [19] considera la transferencia de energía de un ion primario a los átomos de un sólido isotrópico por medio de una colisión en cascada.

Sigmund observa el hecho de que en la curva de la distribución de daño en el sólido, existe una región fuera de la superficie que aumenta a medida que la masa del proyectil es mayor con relación al blanco. Entonces, busca una forma de expresar Y como una dependencia en la sección eficaz de frenamiento $S_n(E)$, la eficiencia en la transferencia de energía $\alpha(M_2/M_1)$ y la energía de ligadura de la superficie U_0 .

Utiliza la ecuación de transporte de Boltzmann para obtener el alcance y la distribución de la función de transferencia de momento entre la partícula incidente y el blanco.

La validez en el uso de esta ecuación en la solución del problema, está supeditada a que tanto se aproxima la situación real al modelo en el cual se hacen las siguientes suposiciones [23]:

Un desarrollo más extenso puede ser visto en el apéndice 1

- 1) La sección eficaz de dispersión es la suma de las secciones nuclear y electrónica.
- 2) La dispersión es producida por colisiones binarias independientes, por lo que la contribución de los elementos en blancos compuestos es simplemente aditiva.
- 3) El frenamiento electrónico es una fuerza que remueve energía continuamente de la distribución.
- 4) Sólo los eventos nucleares causan retrocesos a desviaciones significativas.
- 5) Es posible usar la mecánica de dos cuerpos para describir las colisiones.

Sigmund resolvió la ecuación resultante usando polinomios de Legendre y la aproximación al potencial del modelo atómico de Thomas-Fermi, que le permitió obtener una expresión para la sección eficaz de transferencia de energía y así llegar a proponer:-

$$Y = \frac{3 F(E)}{4\pi^2 N C_0 U_0} \quad (1.9)$$

Donde N , C_0 y U_0 son determinadas para cada blanco, pudiéndose aproximar $C_0 = \pi a^2 \lambda_0 (1/2)$ con $\lambda_0 = 24$ para cualquier blanco. El proyectil se toma en cuenta dentro de la función $F(E)$ que está dada por:

$$F(E) = \alpha (M_2/M_1) \left(\frac{dE}{dx} \right)_h = \alpha (M_2/M_1) N S_n(E) \quad (1.10)$$

La concordancia con los resultados experimentales es excelente para $M_2 \leq M_1$. Pero la teoría sobre-estima α para blancos pesados.

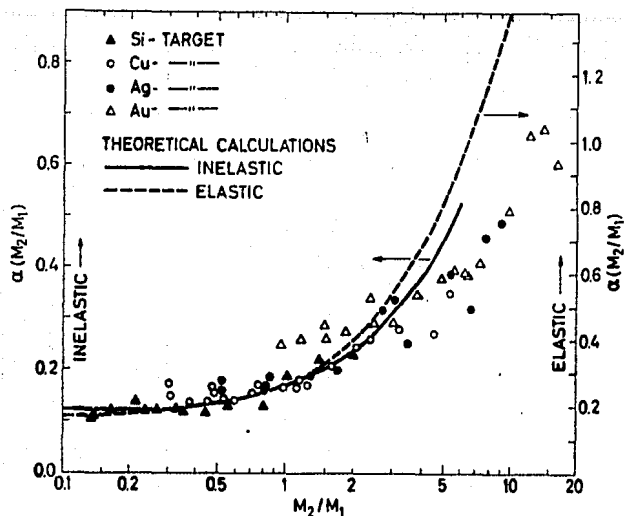


figura 1.10 valores teóricos y experimentales de la función $\alpha(M_1/M_2)$

En particular para la combinación argón-cobre, se ha obtenido la siguiente gráfica.

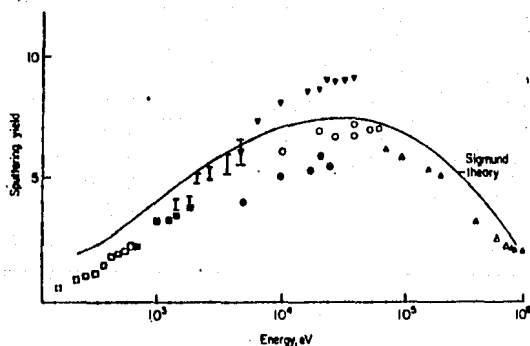


figura 1.10 Comparación de los resultados obtenidos por Sigmund y los datos experimentales de los trabajos de Almén et al. (1961)(○); Dupp et al. (1966)(△); Guseva (1960)(●); Southern et al. (1963)(×); Wehner et al. (1966)(□); Weijzenfeld (1967)(*) y Yonts et al. (1960)(*) para cobre bombardeado por argón.

El modelo de Sigmund predice además la dependencia angular de rendimiento de erosión, ya que a mayores ángulos con respecto a la normal la cascada de colisiones es más superficial y hay mayor probabilidad de que los átomos sean expulsados, hasta un ángulo

máximo a partir del cual rendimiento de erosión disminuye, que es cuando la transferencia de energía es muy pequeña. Si $M_2 \gg M_1$ la dependencia es $\sim \sec \theta$, pero si $M_2 \sim M_1$, ésta cambia a ser $\sec^{5/3} \theta$.

1.8 SIMULADOR TRIM (1987)

La simulación TRIM es un programa de computadora que simula el fenómeno de erosión iónica por medio del cálculo de Monte-Carlo, que le permite evaluar el rendimiento de erosión causado en un blanco de material conocido por un haz de iones.

El simulador tiene como ventajas que es ampliamente aplicable, produce resultados numéricos más precisos que la teoría y ocupa menos memoria en una máquina que la solución numérica a la ecuación integral de transporte.

Toma en cuenta la mayoría de los efectos físicos que intervienen en el transporte de iones o retrocesos en un material amorfo, basado en colisiones binarias con el blanco en reposo, que puede ser extendido para incluir interacciones múltiples.

Considera colisiones binarias al igual que la teoría de ⁿtransporte, es decir, la historia del ion es determinada por una serie de encuentros binarios subsecuentes con los átomos del blanco. Esta suposición deja de ser válida a muy bajas energías en donde el proyectil ^{interactúa} ~~interacciona~~ con varios átomos del blanco al mismo tiempo, lo que introduce errores en los resultados, pero prácticamente los resultados obtenidos del rendimiento de erosión concuerdan satisfactoriamente con los datos experimentales disponibles.

La historia de cada ion comienza con una cierta posición, dirección y energía del ion antes de entrar en el material blanco. Al penetrar el ion sufre una serie de colisiones binarias, en las que se hace la suposición de trayectorias rectilíneas entre colisiones, perdiendo energía por la interacción electrónica ⁶ y nuclear, ésta última se refiere a la energía transferida al átomo del blanco en la colisión. Si el átomo blanco recibe suficiente energía como para liberarse de su ligadura retrocede siguiendo el mismo proceso del ion incidente y causando que un mayor número de átomos del blanco retrocedan integrándose al proceso. La historia -

de cada una de estas partículas termina cuando su energía es tan pequeña que ya no pueden producir más desplazamientos o cuando son renovados de la solida anterior o posterior del blanco. — ?

El programa considera al blanco como una solida amorfo. — despreciando las propiedades direccionales que presentan los cristales.

Los avances en parámetros físicos como el poder de frenamiento electrónico y el potencial de interacción atómico, importantes en las cascadas a bajas energías, han permitido la obtención de rendimientos de erosión, distribución angular y en energía para la mayoría de los metales sin utilizar parámetros ajustables.

Como función de apanatallamiento al potencial de interacción utiliza la siguiente relación:

$$\bar{E} = 0.1818e^{-3.2x} + 0.5099e^{-0.9423x} + 0.2802e^{-0.429x} + 0.02817e^{-0.2016x}$$

con $x = r/a$, a diferencia de aquéllas que usan un potencial apantallado, como es el caso de la ecuación 1.3 de la aproximación de impulso. A altas energías es mejor utilizar potenciales coulombianos que dependan de r^{-n} con $1.5 \leq n \leq 2$ para facilitar los cálculos.

Para calcular las ángulos de deflexión de las partículas utiliza la relación llamada "mágica" que se basa en simples consideraciones geométricas:

$$\cos\theta = \frac{p+p+\delta}{p+ro} \quad (1.11)$$

con p el parámetro de impacto, p el radio de curvatura, ro mínima distancia de aproximación y δ término de corrección. Esta función reproduce la integral de dispersión con un error menor al 2% para todos los potenciales comunes, y que aumenta su precisión a bajas energías con respecto a los que utilizan aproximaciones del potencial por $V \sim r^{-n}$.

El poder de frenamiento electrónico no lo desprecia, ya que si lo hiciera produciría rendimientos de erosión mucho mayores a los obtenidos experimentalmente. Lo considera formado de dos partes, a las que llama local y no local, que se refieren al poder

de frenamiento electrónico durante la colisión, o en la trayectoria entre colisiones, respectivamente.

Los estudios realizados con UROM han tenido una buena concordancia con los resultados experimentales, teniendo algunos problemas en las regiones en las cuales existe una gran densidad de colisiones para las cuales se pierde la linealidad y el modelo de colisiones binarias deja de ser válido. También se han tenido problemas cuando se trabaja con blancos de carbón o con carburos, porque con ellos se han obtenido cambios en la zona umbral y con los rendimientos de erosión, lo que hace suponer que existen cambios en la energía de ligadura cuando éstos son irradiados.

Para la combinación de argón sobre cobre no existen problemas en cuanto a la utilización del simulador UROM, ya que por las propiedades del blanco y del proyectil, y la energía a la que se produce el bombardeo, el modelo de colisiones binarias es válido y por tanto su predicción es confiable.

CAPITULO SEGUNDO

PRODUCCION DE HACES DE IONES

Como se puede observar a lo largo del desarrollo de la física, existe una dependencia entre el desarrollo tecnológico y los avances científicos. En el caso de las técnicas de análisis de películas delgadas no ha ocurrido una excepción, principalmente con los sistemas de producción de iones, de detección y los de vacío, herramientas necesarias para la realización de los estudios, que muchas veces se ven limitados en su alcance por cuestiones meramente técnicas.

Debido a su importancia, una breve descripción de las características y propiedades de los principales elementos relacionados a la producción de haces de iones se hace necesaria. Además es importante mencionar que para realizar la erosión iónica regulada se montó un pequeño cañón de iones, por lo que se realizó una revisión de las principales propiedades de las fuentes y cañones de iones para asegurar un funcionamiento óptimo y poder enfrentar los problemas que pudieran surgir durante su utilización.

2.1 GENERALIDADES

El equipo necesario para producir haces de iones consta esencialmente de tres partes fundamentales; fuente, cañón y óptica asociada, que están relacionadas con la producción, extracción y conducción de los iones, respectivamente. El diseño de estas etapas está regido principalmente por las siguientes características generales [29,30].

- 1) Tipo de iones que se desea producir;
- 2) Cantidad de iones ó intensidad de la corriente de cierto tipo de ion;
- 3) Divergencia angular del haz una vez que ya ha salido de la fuente. Esta es una característica asociada con el coeficiente de aberración esférica de la fuente, al cual se hace referencia en el

apéndice 2;

4)Brillantez, o densidad de corriente emitida por unidad de ángulo sólido de la divergencia del haz;

5)Emitancia, definida como el area bajo la curva del plano fase de las partículas que forman parte del haz, la cual tiene la propiedad de ser constante a lo largo del haz. Esta propiedad es una forma de evaluar la dispersión y la divergencia angular de un flujo de partículas;

6)Distribución o dispersión en energía que se crea en los iones desde su formación y su transporte, hasta llegar al blanco;

7)Eficiencia en la ionización, es decir, la razón entre los átomos que son suministrados a la cámara y el número de ellos que son ionizados;

Todas estas características están relacionadas unas con otras, existiendo el compromiso de que al optimizar alguna se haga en perjuicio de las demás. Esto debe ser valorado por el diseñador — teniendo en mente la utilidad para la cual se construye la fuente.

2.2 PRODUCCION DE IONES

2.2.1 IONIZACION

Hay que recordar que cualquier proceso mediante el cual se suministra energía suficiente a un átomo para lograr que de este se desprenda uno o más electrones, es conocido como proceso de ionización. Existen varias formas de transferir la energía al átomo, siendo las más importantes la colisión con electrones, las interacciones electromagnéticas y las interacciones térmicas. Estos procesos son utilizados en las diferentes fuentes de iones, de manera tal que se cuenta con una gran variedad de éstas con las que se pueden obtener cualquier tipo de ion, sin importar el estado físico del material (sólido, líquido o gaseoso).

2.2.2a FUENTES DE IONES

La fuente de iones es la región de donde son extraídos los iones que van a formar parte del haz. Existen una infinidad de modelos cuyos detalles en el diseño están realizados para resaltar

alguna de las características mencionadas en la sección de generalidades, las cuales determinan su forma, tipo de ionización, materiales de construcción, etc.,

Una de las clasificaciones más importantes es la que se refiere a su forma, es decir, si ésta es fija o variable. Uno de los ejemplos más importantes de fuentes con forma variable es el plasma.

2.2.2b PLASMA COMO FUENTE DE IONES

En ciertos tipos de fuentes, pero principalmente en las de impacto electrónico, los iones producidos son contenidos en una región espacial finita, en donde se concentran formando un plasma, para después ser extraídos.

Un plasma es un gas de partículas cargadas en equilibrio cuya distribución está influenciada por las interacciones electromagnéticas que existen entre ellas y el exterior [29,30]. Sus propiedades son múltiples y complicadas en su descripción, pero para nuestros objetivos basta con conocer las siguientes para poder entender la influencia de campos eléctricos y magnéticos en su estabilidad y en las características finales del haz producido.

1) El plasma es una región en equilibrio, por lo que es necesario que la densidad de electrones y de iones se mantenga, es decir, la recombinación debe ser balanceada por el proceso de ionización, lo que implica que una fuente externa de energía es necesaria.

2) El campo eléctrico perpendicular a la frontera del plasma es nulo.

3) La frontera es una superficie equipotencial.

Para que estas condiciones sean cumplidas, el plasma debe sufrir reajustes ante cualquier perturbación electromagnética, por lo que su forma es variable [28] y depende de los electrodos que lo contienen. Esta variabilidad en su forma produce que el haz de partículas extraídas del plasma tengan una dispersión alta en energía, un pobre enfoque, alta aberración y un diámetro grande en el haz producido.

2.2.3 TIPOS DE FUENTES DE IONES

1) Fuente de Arco en Electrodos Móviles

Este tipo de fuente fue diseñado para producir iones de materiales sólidos. Trabaja utilizando una chispa en el vacío entre dos electrodos, siendo uno de ellos del elemento que se desea ionizar. Los electrodos son acercados y alejados mecánicamente para producir un arco eléctrico, de donde son extraídos los iones en una dirección perpendicular a los electrodos.

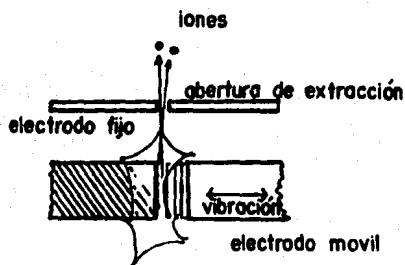


figura 2.1 Esquema de chispa de descarga (Spark discharge).

Esta técnica tiene como ventajas que crea iones de elementos sólidos mono-cargados con alto grado de pureza, puede producir átomos cuádruple y quintuplemente ionizados, y puede formar plasmas muy densos; pero, sus desventajas son la dispersión en energía de los iones que produce, su inestabilidad en el tiempo, la corta vida de sus electrodos, el cambio de posición de la chispa y el calentamiento del electrodo.

2) Fuente con Superficie de Ionización

Su funcionamiento se basa en el hecho de que una partícula, con bajo potencial de ionización, puede ser ionizada por contacto con una superficie que tenga una alta función de trabajo y una temperatura tal, que no sea lo suficientemente alta como para

producir emisión de sus propios átomos ionizados.

Esta técnica se utiliza principalmente para combinación de metales alcalinos (Cs, Rb, K, Na y Li) y átomos con alta afinidad electrónica (F, Cl, Br y I), que forman los iones y la superficie, respectivamente.

La forma en que es suministrado el vapor de gas a ionizar depende de la aplicación que se le quiera dar al haz, siendo la más efectiva aquella en la que los átomos a ionizar son dirigidos de un horno, en donde son evaporados, a la superficie de ionización [14,29,30], la cual es calentada por una resistencia eléctrica. Una vez ionizadas las partículas en la superficie, los iones son extraídos en trayectoria curvilínea usando un arreglo complejo de electrodos, con lo que los átomos no ionizados son separados del haz y dirigidos a una superficie fría para condensarlos.

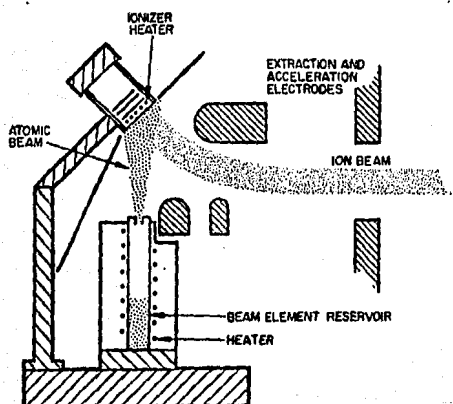


figura 2.2 fuente de Superficie de Ionización.

Los iones generados de esta forma presentan una baja dispersión en energía y una eficiencia muy buena, que puede optimizarse escogiendo la combinación adecuada de la superficie de ionización y de los átomos a ionizar. Una desventaja es la limitación de los elementos que pueden ser utilizados.

3) Fuentes de Impacto Iónico

Aquí la ionización es causada por el impacto de un ion contra un átomo cuando su energía (10 KeV a 10 MeV), es igual o mayor a la energía de ionización de este último. Los iones pueden ser emitidos también de un sustrato mediante el proceso de erosión iónica, esto es, se introduce una muestra del material que se quiere ionizar, polarizado negativamente con respecto al ánodo. Iones del plasma son acelerados contra el sustrato, que es erosionado, emitiendo partículas en su mayoría neutras, pero que tienen una probabilidad finita de ser ionizadas antes de condensarse en las paredes de la cámara.

Algunas veces el calor generado en la muestra la vaporiza, aumentando la emisión de los iones, llegando a producir una descarga autosostenida pero poco estable.

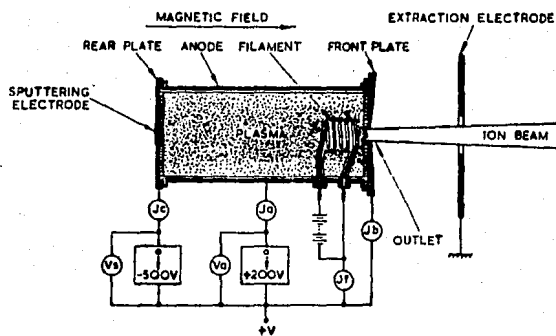


figura 2.3 Fuente de impacto iónico.

La producción de iones mediante este procedimiento es pequeña y forma un haz mal definido, además existe un deterioro del sustrato, el cual hay que estar reemplazando constantemente.

4) Fuentes de Ionización Térmica

Utilizando la ionización que ocurre cuando la energía cinética térmica de las partículas que colisionan es mayor que la energía de ionización, es decir, cuando un gas es calentado a una temperatura suficientemente alta, la cola de la distribución

térmica de energía crece tanto que puede producir un alto grado de ionización.

Los problemas que causa usar este tipo de ionización son las altas temperaturas a las que se debe trabajar, la pobre definición de la energía de los iones producidos y la posible contaminación del volumen de gas.

5) Fuentes de Radiofrecuencia

Una fuente de radio frecuencia puede ser usada para crear un campo eléctrico oscilante a lo largo de la nube de átomos que se quiere ionizar, obligando a los electrones y a los iones a moverse, pero debido a la diferencia de masas existente, los electrones se mueven más y con mayor velocidad [28], produciendo colisiones ionizantes a su paso, generando un plasma del que se extraen los iones, principalmente positivos, por medio de potenciales fijos.

La radio frecuencia puede ser aplicada a un par de electrodos o a una bobina que rodea la cámara de descarga. La densidad del plasma es regulada por la presión del gas o por la potencia de la radio frecuencia. Su geometría esta determinada por las características óptimas de funcionamiento, es decir, en forma empírica.

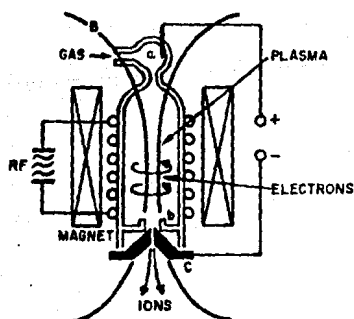


Figura 2.4 fuente de radiofrecuencia.

Este tipo de fuentes es ideal para obtener iones de gases ligeros como $^1\text{H}^+$, $^2\text{D}^+$, $^3\text{T}^+$, $^4\text{He}^+$, etc., con una alta eficiencia.

produciendo corrientes mayores a los 100 mA, con presiones de 10^{-3} a 10^{-2} Torr a frecuencias entre 10 y 30 Mhz.

El problema que presenta el uso de esta fuente de radio frecuencia es la alta dispersión de la energía en los haces de iones que produce.

6) Plasmatrón y Duoplasmatrón

Es una extensión de la fuente de arco de descarga, con la diferencia de que el plasma producido es atrapado en una región cónica intermedia, que se encuentra a un potencial intermedio entre el del cátodo y el del ánodo. En el duo-plasmatrón el plasma es además comprimido con un campo magnético uniforme, lo que le da una eficiencia mayor, de 50 a 95%, comparada con el 10 a 20% del uno-plasmatrón.

Con este tipo de fuentes se pueden obtener haces de alta densidad con gran eficiencia, pero a un alto costo debido a una geometría complicada, a la limitación en los materiales de construcción y a la corta vida en sus electrodos, ya que la gran disipación de calor que se produce en los electrodos, hace que la selección de los materiales para su construcción, sea de aquellos con un alto punto de fusión, como por ejemplo molibdeno.

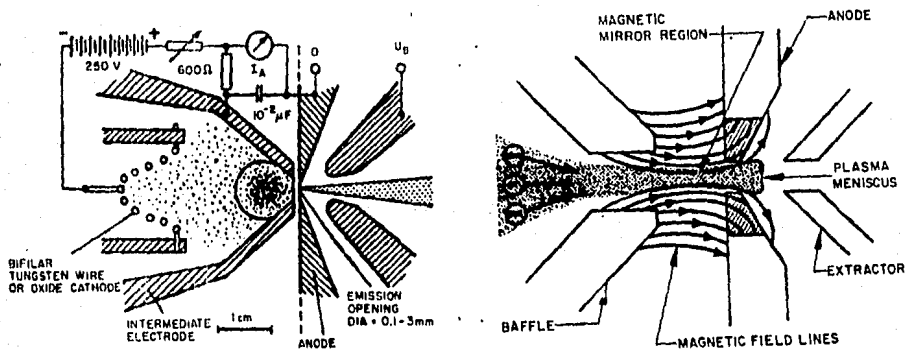


figura 2.5 uno-plasmatrón y duo-plasmatrón.

7) Fuentes de Ionización de Campo

Es una fuente que utiliza la ionización que ocurre cuando átomos o moléculas son ionizadas al pasar por una superficie que

se encuentra a un potencial muy elevado.

Presenta las mismas ventajas que las fuentes con superficie de ionización, pero también siendo una limitante la poca variedad de iones que se pueden producir.

8) Fuente de Fotoionización

Aprovecha la ionización causada por la incidencia de fotones con energía mayor a la energía de ionización, que a diferencia de la ionización por impacto electrónico, la probabilidad de foto-ionización disminuye al aumentar la energía sobre el nivel umbral.

Para este tipo de ionización son necesarios grandes flujos de fotones y altas presiones de gas, pero se tiene la ventaja de no necesitar filamento o cátodo, y que se pueden producir iones muy específicos.

9) Otros Tipos de Fuentes

Existen otros tipos de fuentes de iones, las cuales utilizan algunos fenómenos auxiliares en combinación con los ya descritos para producir los haces de iones. El intercambio de carga, la captura electrónica y las emisiones nucleares, son solo algunos de los fenómenos que pueden aumentar la versatilidad de las fuentes ya existentes.

En el intercambio de carga, en sentido estricto no se crean iones durante una colisión, pero se ionizan los átomos del tipo deseado. Este fenómeno puede causar problemas cuando ocurre en regiones de la conducción del haz, contaminándolo con otros tipos de iones que no son bien enfocados y que pueden dañar los electrodos.

La captura electrónica consiste en que mediante ciertas condiciones que influyen en la probabilidad de ionización dadas por la energía de las partículas a ionizar, densidad electrónica y la electronegatividad del material se puede lograr que los átomos atrapen electrones produciendo así iones negativos.

Por último, es interesante mencionar que algunas veces es posible aprovechar el hecho de que ciertos iones son producidos por un decaimiento nuclear, o son productos de la fisión. La ventaja que presenta este tipo de obtención de iones es que estos

iones tienen energías muy altas, del orden de MeV y son emitidos de manera isotrópica por el núcleo emisor.

2.2.4 FUENTES DE IMPACTO ELECTRONICO

La fuente utilizada en el experimento funciona utilizando como medio para producir la ionización, el impacto electrónico, y de los iones producidos se forma un plasma, del cual son extraídos los iones, es por eso que se dedica un mayor espacio a la explicación de este tipo de fuente.

Un haz de electrones que pasa a través de un gas puede perder energía de varias formas, ya sea mediante colisiones elásticas en las que sólo existe un intercambio de momento con los átomos del gas, o bien por colisiones inelásticas en las que produce ionización, excitación o disociación, entre otros fenómenos (28).

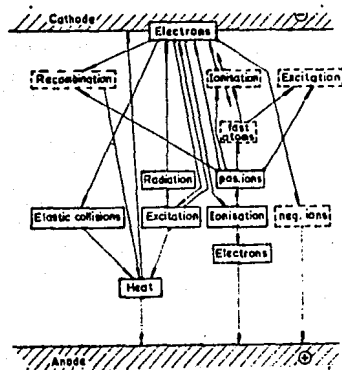


figura 2.6 Procesos elementales en una descarga en un gas.

La transferencia de energía cinética en una colisión elástica, debido a la diferencia de masa, es mínima, no así para colisiones inelásticas en donde la transferencia de energía interna es máxima. La energía cinética del gas no se ve alterada en forma considerable, e incluso puede suponerse que toda la transferencia de energía se utiliza para producir ionización. Gracias a esto y a que cuando se produce una ionización, el

electrón incidente y el emitido continúan colisionando, se produce una gran cantidad de iones, mayor que la obtenida por cualquier otro método.

Colisión Elástica

$$\frac{E_2}{E_1} = \frac{\Delta m z m_1}{(m_1 + m_2)^2} \cos^2 \theta$$

Colisión inelástica

$$\frac{\Delta U}{E_1} = \frac{m_2}{(m_1 + m_2)} \cos^2 \theta$$

figura 2.7 comparación de la transferencia de energía entre dos partículas que colisionan. E_1 , E_2 son las energías inicial del ión incidente y la final del blanco, U es la energía interna del átomo. m_1, m_2 son las masas del proyectil y del blanco, respectivamente y θ el ángulo de dispersión.

Una cantidad que resulta útil en la descripción de la producción de iones por medio de colisiones electrónicas es el coeficiente diferencial de ionización S_0 , definido como la cantidad de colisiones ionizantes que sufre un electrón que pasa a través de un gas, por unidad de longitud recorrida, por unidad de presión. Este coeficiente depende tanto de la energía del electrón como de las propiedades del gas. Experimentalmente se ha descubierto que este coeficiente es máximo cuando el electrón tiene una energía ligeramente superior a la energía de ionización del gas.

El flujo inicial de electrones es originado normalmente por medio de producción termiónica (*hot cathode*), o usando el llamado cátodo frío (*cold cathode*). El funcionamiento de este último aún no ha sido explicado de una manera satisfactoria.

Ahora bien, el número de iones por centímetro cuadrado, por segundo ($\dot{n}_+$), producidos por una densidad de corriente electrónica (j A/cm²), a lo largo de la distancia (l cm) en un gas a una presión p (torr) esta dada por [29,30]:

$$\dot{n}_+ = \frac{j p l S_0}{e} \quad (2.1)$$

donde S_0 puede aproximarse por $S_0 \approx a(W_0 - eV_i)$ a energías aproximadamente tres veces menores que la energía de ionización del gas.

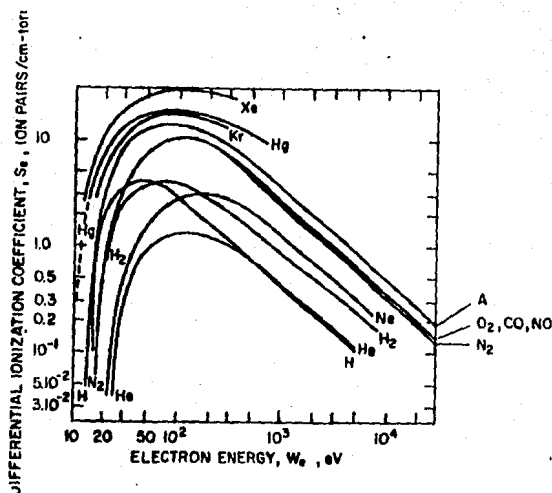


Figura 2.0 Coeficiente diferencial de ionización vs energía de los electrones.

De esta relación es claro que para maximizar la producción de iones es necesario que los electrones permanezcan el mayor tiempo posible en el gas, hasta que su energía sea tan pequeña que no puedan producir mas ionizaciones. Es por eso que se utilizan campos magnéticos, que además de aumentar la densidad del plasma — mantienen a los electrones moviéndose en trayectorias circulares — durante mayor tiempo en el gas.

2.3 EXTRACCION DE IONES

2.3.1 CAÑON DE IONES

El cañon de iones es en si el arreglo de electrodos que extrae a las partículas ionizadas que forman el haz. La extracción de la fuente debe realizarse en forma apropiada, ya que de esto depende que el haz adquiera aberraciones, muchas de las cuales ya no pueden ser corregidas por medios ópticos posteriores, por lo que es necesario un cuidadoso diseño de los electrodos.

Un parámetro que es conveniente mencionar es *perveance* P ,

variable que relaciona el voltaje extractor y la corriente del haz obtenido. Definida como la razón entre la corriente del haz y su voltaje extractor elevado a $3/2$:

$$P = \frac{I}{V^{3/2}} \quad (2.2)$$

El diseño de los electrodos debe tomar en cuenta la geometría usada para generar los iones, que por ejemplo, en las fuentes de superficie de ionización es fija, no así en las de impacto electrónico en donde la fuente es un plasma.

La extracción de los iones de un plasma puede realizarse paralela o perpendicular al eje de la columna del plasma, en las que solamente existe diferencia en la práctica, ya que teóricamente son indiferentes [29]. Normalmente extracción axial o paralela ha sido utilizada para producir haces con sección transversal circular y con baja densidad de corriente, y los de extracción lateral o perpendicular para haces planos con alta densidad de corriente.

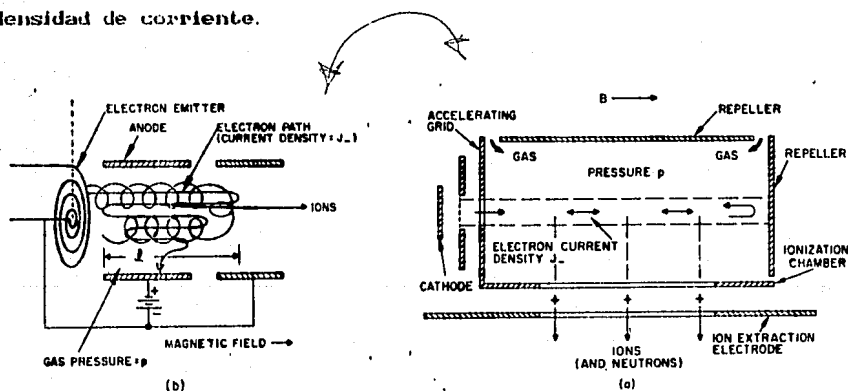


Figura 2.5 extracción axial y lateral de la fuente de iones

Cuando la fuente de iones es de geometría variable, como es el caso de un plasma, existen dos problemas principales en la extracción de los iones que dificultan la obtención de un haz laminar: el efecto de lente de la abertura y el efecto de espacio-carga.

2.3.2 EFECTO DE ESPACIO-CARGA

Los iones dentro del haz, debido a su carga, generan un campo eléctrico transversal, que produce una dispersión del haz en forma transversa expandiendo el diámetro del haz.

Una aproximación en la descripción de la forma del haz puede hacerse suponiendo una distribución de carga uniforme en un haz cilíndrico en el cual se puede calcular el campo eléctrico por medio de la ley de Gauss [29], obteniéndose una dependencia del radio mínimo alcanzable por el haz, de la Perveance y de la trayectoria inicial de los iones. Esta solución, ^{cuando} ~~que~~ ^{es} ~~aproximada,~~ da una idea general del comportamiento de un haz de iones. Por ejemplo, de esta relación se puede observar que los haces de iones pesados se ensanchan más rápidamente que los haces de iones ligeros como consecuencia directa de la diferencia de masas.

2.3.3 EFECTO DE LENTE DE LOS ELECTRODOS DE EXTRACCION

Debido a las propiedades del plasma que ya fueron mencionadas, los electrodos de extracción causan una perturbación que es compensada en parte con un cambio en la forma de la frontera que limita con la abertura de extracción en forma de menisco. Los iones al salir experimentan fuerzas transversales que los desvían de sus trayectorias paralelas, enfocándolos en un punto, es decir, produciendo el efecto de una lente [29,30].

Si la abertura es pequeña comparada con la distancia que existe entre el extractor y la fuente, puede obtenerse el foco de dispersión mediante la siguiente relación:

$$f = \frac{4V_0}{E_z - E_g} \quad (2.3)$$

con V_0 voltaje extractor, E_z campo axial fuera del extractor y E_g — dentro del extractor.

Si lo que interesa es el ángulo total de dispersión entonces se usa:

$$2\alpha = 2.35 \, t \, \frac{(d-d_0)}{d_0^2} \quad (2.4)$$

donde 2α es la divergencia total del haz, t el ancho de la abertura de extracción, d la distancia entre los electrodos de

aceleración y d es la distancia entre los electrodos de extracción para un plasma con frontera plana.

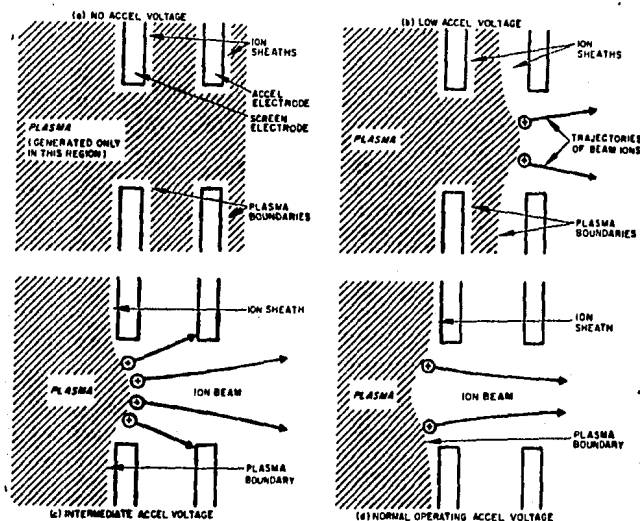


figura 2.9 Efecto de lente de la abertura

Estas relaciones dan una aproximación al comportamiento del haz, pero no existe otra forma para calibrar una fuente para que produzca un haz laminar que hacerlo empíricamente variando la distancia y el voltaje de los electrodos de extracción.

2.3.4 ELECTRODOS DE PIERCE

Para disminuir en parte los efectos del ensanchamiento del haz al salir de la fuente, Pierce [29,30] consideró que los electrodos de extracción deberían ser curvos, con una forma tal que el campo total generado por el haz y los electrodos, en el interior y en la frontera del flujo de partículas cargadas, carezca de componente transversal al flujo de los iones, para lograr que las partículas sigan una trayectoria rectilínea con un flujo laminar.

En 1940, diseñó este tipo de electrodos para producir haces

de baja *Perveance* $\approx 10^{-4} * 10^{-5} \text{ A/V}^{3/2}$, que fue diseñado sin considerar los efectos de carga espacial del haz, los cuales son importantes para haces con *Perveance* mucho mayor a 100 veces el valor anterior. Su diseño ha sido la base para cañones con alta densidad de corriente y haciendo una extensión pueden ser utilizados para haces cilíndricos y planos [29].

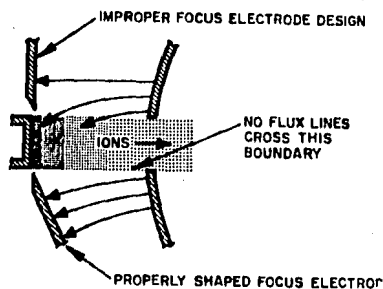


figura 2.10 diagrama de cañón tipo Pierce

2.3.5 LENTES DE ACCELERACION-DESACELERACION

Aunado al cañón tipo Pierce para corregir los efectos de carga espacial, de un haz cilíndrico se puede utilizar un tipo de lente llamada de aceleración-desaceleración o lente Einzel, que tiene la característica de enfocar el haz sin cambiar su energía.

Consiste de una lente electrostática compuesta por tres electrodos: dos externos, los cuales se encuentran a un mismo potencial V_1 (que se acostumbra sea referido a Tierra), y uno interno a un potencial V_2 . La lente es convergente para casi cualquier combinación de V_1 y V_2 , pero puede convertirse en un espejo si V_2 es de polaridad opuesta a V_1 y si se cumple que $V_2/V_1 \geq 0.10$.

Las dimensiones de la lente son críticas en la determinación de las características focales, principalmente el ancho y el diámetro del electrodo central y su relación con la distancia, entre los electrodos externos. Una distribución clásica es aquella en la cual la distancia entre los electrodos extremos es igual al ancho de la abertura del electrodo interno.

Una característica importante de esta lente es que su coeficiente de aberración esférica, al cual hago referencia en el

apéndice, aumenta rápidamente al aumentar la distancia focal, es decir, $c = \alpha l^{2.2}$ así que la lente debe ser diseñada para dar la menor distancia focal posible, y así reducir el efecto de aberración esférica.

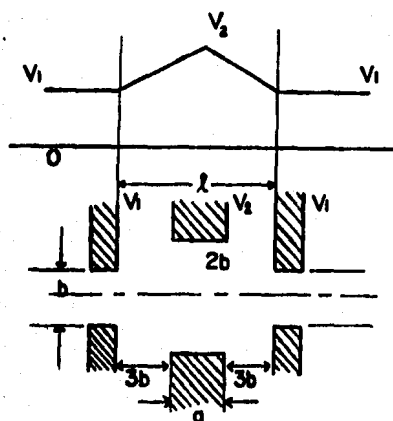


figura 2.11 Esquema de un lente Einzel

2.4 CONDUCCION DE IONES

El haz que se obtiene de la fuente y del cañón de iones, puede ser objeto de múltiples manipulaciones que cambian sus propiedades por aquéllas que son deseadas al momento de impactar en el blanco.

Enfoque, aceleración, separación de masas y deflexiones son algunos de los cambios que puede sufrir el haz a lo largo de su trayectoria, causadas por aparatos que aprovechan las propiedades electro-magnéticas de las partículas que lo forman. El diseño final de estos aparatos se hace generalmente de una manera semiempírica, ayudados por la simulación por computadora, por lo que antes de diseñarlos es necesario conocer las características particulares del haz que se desea manejar, es decir, el producido por la fuente.

Una técnica por medio de la cual se puede hacer un diseño

teórico aproximado de estos elementos se logra utilizando la aproximación paraxial, que es aplicable a haces para los que el efecto de carga espacial sea despreciable y sus trayectorias formen un ángulo pequeño con respecto al eje principal. Esto permite asociar un vector bidimensional y matrices de transformación al haz y a cada elemento que toma parte en la conducción del haz (29).

2.4.1 SEPARACION DE MASAS

Para lograr la separación de masa existen dos instrumentos que son los más usados: el sector magnético y el separador de campos cruzados.

2.4.1a SECTOR MAGNETICO

Es la configuración más sencilla de los separadores de masa, formado por una sección de disco encerrada en dos placas de acero entre las cuales se crea el campo magnético B constante.

La relación que guardan el radio de curvatura de la trayectoria de la partícula y su momento es:

$$\frac{1}{\rho} = \frac{eB_0}{P_0} = 0.69 \frac{B}{(M V)^{1/2} \text{ m}} \quad \psi = \frac{1}{\rho} \quad (2.1)$$

donde B se mide en Gauss y V en Volts.

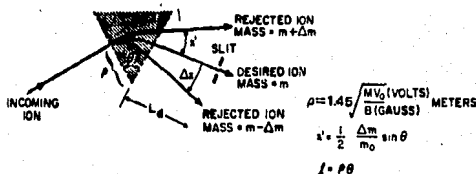


figura 2.12 diagrama de una sección de magneto.

Si la entrada del haz no es perpendicular al magneto, se

producirá un efecto de lente en donde el objeto, la imagen y el centro de curvatura están en una línea recta [29].

Los haces monoenergéticos no existen en la realidad y su dispersión es amplificada al pasar por el separador, produciendo un ensanchamiento del haz.

2.4.1b SEPARADOR DE CAMPOS CRUZADOS (ExB)

También llamado "análizador de velocidad" o "filtro Wien" es otra clase de separadores de masa que utiliza un campo eléctrico perpendicular a un campo magnético en donde la selección de las partículas se hace balanceando las fuerzas producidas por los campos sobre las partículas permitiendo el paso libre de las partículas de interés y desviando el resto.

El potencial entre los platos se escoge de tal manera que el plano equipotencial central se encuentra a potencial de tierra. Las líneas equipotenciales tienen forma de barril debido a que el ancho de las placas es comparable a la separación que existe entre ellas, esto causa una ^{distorsión} distorsión del haz si no se hace una corrección de campo eléctrico.

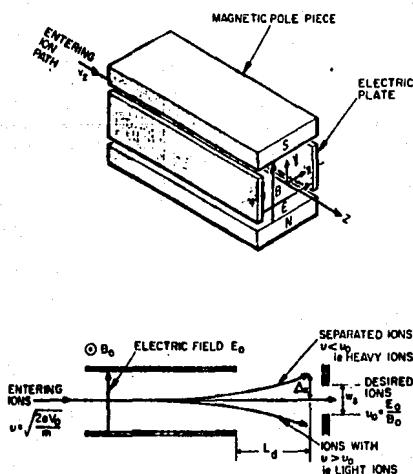


figura 2.13 separador de ExB

Un problema de operación de este tipo de separador son los iones que se depositan en las paredes produciendo corrientes de fuga entre las placas disminuyendo el campo a niveles inferiores al necesario para separar las masas.

El campo magnético y el eléctrico están relacionados en la situación de equilibrio por $E_0 = V_0 B_0$ con $V_0 = (2enV/m)^{1/2}$, donde E_0 es el campo eléctrico, B_0 el campo magnético, e la carga del electrón, n y m , el número atómico y la masa del ion, respectivamente. Como un problema de construcción es el máximo campo eléctrico obtenible, se acostumbra expresar esta ecuación como función del campo eléctrico en lugar del magnético.

Dispersiones en la velocidad pueden ser producidas por voltajes de rizo en las fuentes de voltaje y por la no-uniformidad del campo eléctrico, que al tener el haz un espesor finito hace que las diferentes partes del haz experimenten diferentes fuerzas eléctricas. La corrección a esto último se puede hacer con un diseño no uniforme de campo magnético en el cual la normal a dichos planos magnéticos forman un ángulo cuyo valor depende de la separación entre los planos magnéticos. Con esta corrección se logra compensar en parte los efectos de la no uniformidad del campo en la dirección paralela a la normal a los planos electrostáticos pero con la aparición de una componente perpendicular a estas, lo que crea un compromiso entre los valores de ambos.

Una característica importante que es necesario destacar es el efecto de lente convergente que produce en el haz, con una distancia focal $L_f = \frac{L_m}{(bL_m)^2}$.

La forma ideal de un separador de campos cruzados se obtiene de una manera semiempírica, cambiando las dimensiones y la forma de un modelo experimental hasta obtener las características deseadas para un equipo en particular. ←

2.4.2 ACELERADOR ELECTROSTATICO

Un elemento muy importante de la óptica de iones son los aceleradores, encargados de aumentar la energía cinética del haz desde 1 a 20 KeV, que es la energía típica de extracción de las partículas de la fuente.

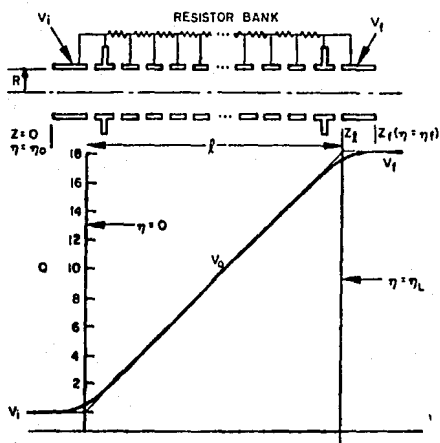


Figura 2.14 Diagrama de un tubo acelerador electrostático

Está formado por una o varias etapas aceleradoras, cada una de las cuales produce un campo axial uniforme a lo largo del tubo, con una región de transición al inicio y al final del tubo. La primera región actúa como lente convergente y la segunda como lente divergente, siendo la primera mayor por un factor que relaciona los voltajes inicial y final, $(V_f/V_i)^{1/2}$. La distancia focal depende de los potenciales, por lo que se complica mantener un enfoque fijo en el blanco para un intervalo grande de voltajes, lo que se puede solucionar utilizando una lente auxiliar entre el acelerador y la fuente.

El efecto del acelerador sobre el haz de iones puede ser evaluado utilizando un tanque electrostático con un modelo a escala, por simulación por computadora o mediante el manejo de la aproximación paraxial, observándose que el efecto de carga espacial limita su longitud. Los potenciales pueden ser expresados analíticamente utilizando la ecuación del potencial entre dos placas paralelas infinitas en las cuales existe una perforación a lo largo del eje.

2.4.3 "STIGMATOR"

Es un elemento óptico para corregir defectos de astigmatismo en el haz, defecto que será discutido más adelante. Está formado por cuatro electrodos hiperbólicos ortogonales que producen un efecto convergente y divergente en direcciones perpendiculares del haz, haciendo que un haz de sección transversal elíptica regrese a una forma circular.

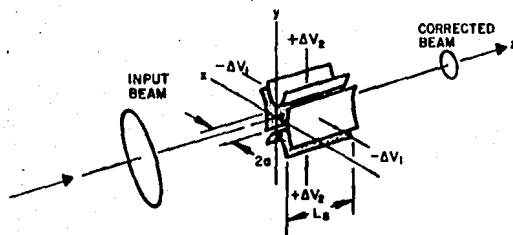


Figura 2.14 Diagrama de un "Stigmator"

2.5 COMENTARIO FINAL DEL CAPITULO

Una vez que se han revisados los elementos más utilizados en el manejo y conducción de iones, es importante conocer ahora la técnica de análisis PIXE para establecer sus requerimientos experimentales.

CAPITULO TERCERO

PIXE

Es el acrónimo de las siglas en inglés de *Particle Induced X-Ray Emission*, que es el nombre con el cual se designa a la técnica de análisis de superficies, basada en la emisión de rayos-X que produce un átomo al regresar a su estado base, después de haber sido excitado por medio de una colisión con una partícula.

Es una técnica que puede complementar [24,25] a otros métodos de análisis como RBS (Retrodispersión de Rutherford), AES (Espectroscopía de Electrones Auger), etc., que permite, en principio, obtener perfiles de concentración de una muestra sin destruirla. ^{PIXE} ~~La cual~~ en los últimos años ha tenido un gran desarrollo gracias en parte a los avances en la tecnología de detectores de estado sólido.

3.1 PRINCIPIOS DE PIXE

Cuando una partícula proveniente de un acelerador, interactúa con un átomo de una muestra, puede producir entre otros fenómenos, la expulsión de un electrón de las capas internas del átomo blanco, dejándolo en un estado excitado.

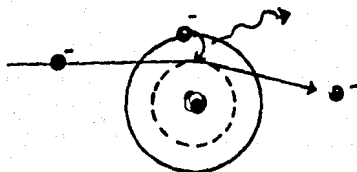


figura 3.1 Diagrama del fenómeno PIXE

Uno de los procesos que puede seguir para regresar a su estado base, es que un electrón de alguna capa superior ocupe esa vacante. El exceso de energía en el átomo es eliminado mediante la emisión de un fotón o de un electrón, ^{las cuales constituyen} la ~~la~~ ~~cual~~ ~~que~~ constituye la fuente de información para las técnicas PIXE y AES respectivamente.

La vacante puede ser creada en cualquiera de las capas internas, ya sea por el ion incidente o por un electrón que abandona su lugar para ocupar otra vacante en cualquier otro nivel o subnivel inferior. Los electrones que llenan las vacantes pueden provenir de cualquier otra capa superior a las originalmente vacías, lo que produce una gran variedad de transiciones, con la salvedad de que algunas de estas transiciones son más probables que otras. Gracias a esto podemos clasificarlos utilizando la siguiente notación:

 X_{yz}
 $X \in \{K, L, M, \dots\}$
 $y \in \{\alpha, \beta, \gamma, \dots\}$
 $z \in \{1, 2, 3, \dots\}$

En donde X, es la capa donde se produjo la ionización, el subíndice y, indica su probabilidad de ocurrencia, siendo α más probable que β , β más probable que γ ¹, y así sucesivamente y por último el subíndice z, es una subclasificación de los anteriores, ya que al aumentar la resolución de los detectores se descubrió que en los espectros algunos picos se subdividen.

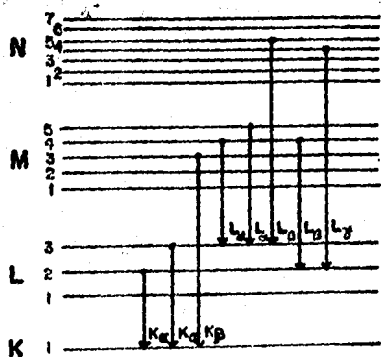


figura 3.2 Diagrama de transiciones de las diferentes capas del átomo.

¹ Existiendo algunas excepciones como por ejemplo la línea L₁.

Las emisiones que se producen con las transiciones a la capa K tienen la característica de ser isotrópicas, a diferencia de las líneas L, debido a la asimetría de ésta capa. A pesar de esto, las transiciones L más importantes pueden ser consideradas como isotrópicas con un error máximo del 2%.

3.2 ANALISIS CUALITATIVO

Las transiciones de los electrones para desexcitar al átomo producen una serie de fotones con diferentes energías y en diferentes proporciones, que en un espectro típico, en la gráfica de energía contra número de fotones, está formado por una serie de picos con diferentes alturas a intervalos irregulares, que corresponden a las energías de emisión de los fotones de la muestra. Cada elemento tiene un espectro característico, lo que es usado para identificar su presencia en una muestra.

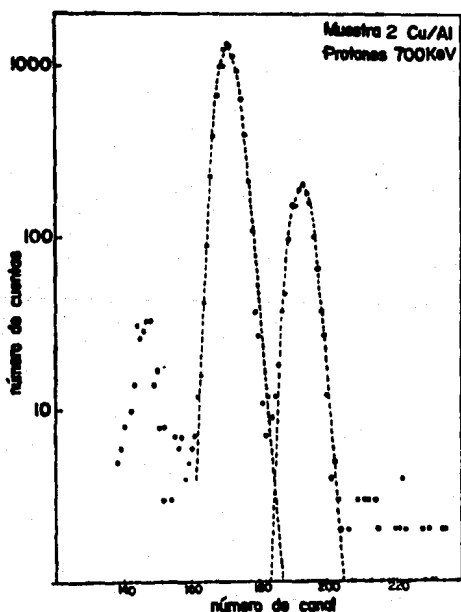


figura B.3 Espectro de una película de cobre depositada sobre aluminio.

Si la muestra está formada por más de un elemento, la curva que resulta es la suma de los rayos X producidos por cada uno de los elementos que lo forman, dando lugar a un espectro complejo, del cual se puede obtener información sobre la composición de la muestra.

Los picos tienen en general una distribución en energía de forma Gaussiana, debido principalmente a procesos asociados al funcionamiento del detector de estado sólido, en donde ocurren fenómenos como la producción de pares y la colección de carga. El número relativo de cuentas que forman cada pico depende principalmente de la concentración del elemento que lo produce en la muestra. Esto nos permite identificar elementos y la proporción en la que éstos se encuentra en la muestra. Además, la profundidad a la que se encuentre un elemento dentro de la muestra no cambia la posición y forma de sus picos en el espectro de energías, ya que los fotones al atravesar un material, no cambian su energía, sino que solamente disminuyen su intensidad de una manera exponencial con respecto a la distancia que tienen que recorrer al atravesar el material.

El número relativo de cuentas que existen en cada pico, no deben tomarse como un dato absoluto sobre la proporción de determinado elemento en la muestra, ya que no debe ser olvidada la posibilidad de emisiones secundarias de rayos X, es decir, los rayos X producidos por un átomo pueden ser absorbidos por otro de diferente elemento, que a su vez emite sus fotones característicos. Lo anterior pueden distorsionar la información que se obtiene del espectro dando proporciones equivocadas; pero existen formas de recuperar la información [24].

Puede darse también el caso de que los picos característicos de dos elementos estén muy cercanos uno del otro, los cuales se pueden separar por métodos gráficos, en los que se recuperan el número ~~xxx~~ original de cuentas correspondientes a cada pico. —

Normalmente el espectro de energías aparece montado en una señal llamada ruido de fondo, que es producido principalmente por dos fenómenos; el Bremsstrahlung o radiación de frenado de las partículas y electrones secundarios al incidir en la superficie, y por la dispersión Compton de rayos X [26]. Esta radiación es emitida de una manera anisotrópica, siendo menor en la dirección

contraria a la del ion incidente, de ahí la importancia de la posición del detector con respecto al haz de partículas.

3.3 ANALISIS CUANTITATIVO

El número de rayos X detectados que fueron producidos por un elemento de volumen $dx \, dy \, dz$, que se encuentra a una profundidad x de la superficie de la muestra está dado por la siguiente relación:

$$dN_x = \frac{\Omega}{4\pi} \epsilon \sigma_x(E(x)) \rho(y,z) n(x,y,z) e^{-\mu \cos\phi x} dx \, dy \, dz \quad (3.1)$$

En donde cada uno de los términos significa lo siguiente:

Ω es el ángulo sólido subtendido por el detector.

ϵ es la eficiencia del detector.

σ_x es la sección eficaz de producción de rayos-X, que es una función de la energía del ion.

$\rho(y,z)$ es la distribución espacial de la intensidad del haz.

$n(x,y,z)$ es la distribución del elemento de interés en la muestra.

$e^{-\mu \cos\phi x}$ es la absorción de la radiación por las capas externas de la muestra, siendo μ el coeficiente de absorción de masa y ϕ el ángulo de detección.

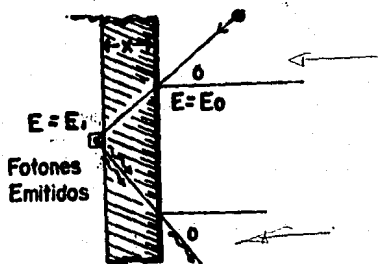


figura 3.4 Esquema de la emisión de radiación por el elemento de volumen $dx \, dy \, dz$ inmerso en la superficie.

3.3.1 SECCION EFICAZ DE IONIZACION

La sección eficaz de producción de rayos-X está relacionada con la sección eficaz de ionización para la capa K de la siguiente forma:

$$\sigma_x(E) = \sigma_i(E) \omega_k P_i \quad (3.2)$$

donde ω_k es la producción de fluorescencia o probabilidad de producir rayos-X y P_i es la intensidad relativa de todas las posibles transiciones que producen radiación en la línea i. Esta relación aumenta en complejidad para las capas L y superiores porque están divididas en subcapas y hay que considerar las posibles transiciones no radiativas entre éstas y las provenientes de capas superiores. Así, por ejemplo para las líneas $L\alpha$, $L\beta$, $L\gamma$ y $L\eta$ sus secciones eficaces están dadas por:

$$\sigma_{x,L\alpha} = (\sigma_{L_1 19} f_{19} + \sigma_{L_1 12} f_{12} f_{23} + \sigma_{L_2 23} f_{23} + \sigma_{L_3 3\alpha}) \omega_3 F_{3\alpha} \quad (3.3)$$

$$\sigma_{x,L\beta} = \sigma_{L_1 11} \omega f_{11\beta} + (\sigma_{L_1 12} f_{12} + \sigma_{L_3 22}) \omega_3 F_{2\beta} + (\sigma_{L_1 19} f_{19} + \sigma_{L_1 12} f_{12} f_{23} + \sigma_{L_2 23} f_{23}) \omega_3 F_{3\beta} \quad (3.3a)$$

$$\sigma_{x,L\gamma} = \sigma_{L_1 11} \omega F_{1\gamma} + (\sigma_{L_1 12} f_{12} + \sigma_{L_2 22} f_{22}) \omega_3 F_{2\gamma} + \sigma_{L_2 23} f_{23} \omega_3 F_{3\gamma} \quad (3.3b)$$

$$\sigma_{x,L\eta} = (\sigma_{L_1 19} f_{19} + \sigma_{L_1 12} f_{12} f_{23} + \sigma_{L_2 23} f_{23} + \sigma_{L_3 3\eta}) \omega_3 F_{3\eta} \quad (3.3c)$$

Donde las σ_{Li} son las secciones de ionización de las subcapas i, ω_i son las fluorescencias, f_{ij} la probabilidad de una transición no radiativa de la capa j a la i, F_{ni} es la probabilidad de que ocurra una transición radiativa, tomada como la fracción de rayos X originados por una vacante en la subcapa L_n , y que contribuya a la línea L_i .

En ciertas ocasiones se puede definir una fluorescencia promedio y utilizar una intensidad relativa de la línea i como en

el caso de la capa K, pudiéndose escribir:

$$\sigma_{KL} = \sigma_{LL} \bar{\omega}_L P_L \quad (3.4)$$

con σ_{LL} como la sección eficaz de ionización total de la capa L, P_L la intensidad relativa y $\bar{\omega}_L$ la fluorescencia promedio. —

La forma analítica de la sección eficaz de ionización es el resultado de desarrollos teóricos que pueden hacerse utilizando el modelo cuántico o por aproximaciones clásicas. Los más importantes son la aproximación de onda plana de Bohr (PWBA), la aproximación semiclásica (SCA), la aproximación de encuentro binario (BEA) y PWBA con corrección por pérdida de energía, deflexión coulombiana, efectos relativistas y perturbación de estados estacionarios ECPSSR [26].

La teoría ECPSSR desarrollada por Brandt et al. [26] es una mejora a la PWBA y SCA porque toma en cuenta efectos de pérdida de energía (E) y la deflexión coulombiana del proyectil en la colisión (C), el aumento en la energía de ligadura del electrón expulsado por la presencia del proyectil que es estudiada con la teoría de estados estacionarios perturbados (PSS), y la descripción relativista del electrón activo (R) [26]. La concordancia que se ha encontrado entre la esta teoría y los datos experimentales es mayor a un 90%.

La sección eficaz de ionización es una función de la energía de la partícula al atravesar el material. Está relacionada al poder de frenamiento ^{por medio} ~~atraves~~ de la siguiente ecuación:

$$E(x) = E_0 - \int_0^x \frac{dE}{dx} dx \quad (3.5)$$

para la que es necesario conocer el poder de frenamiento. ^{Este} ~~El~~ ^{igual} puede ser encontrado en tablas, en ajustes polinomiales o por medio de ecuaciones semiempíricas [16,17,44].

3.3.2 ABSORCION DE RADIACION EN LA MUESTRA

Los rayos-X al atravesar cualquier material son absorbidos, disminuyendo su intensidad de una manera exponencial que corresponde a la siguiente relación:

$$I = I_0 e^{-\mu x} \quad (3.6)$$

con I_0 intensidad inicial, x la distancia recorrida por los fotones dentro del material y μ el coeficiente de atenuación.

Esta atenuación está relacionada con los efectos de la interacción de los rayos-X con el material a través de fenómenos como el efecto foto-eléctrico, Compton y fluorescencia secundaria.

$$\mu = (\sigma_{\text{foto}} + \sigma_{\text{Com}} + \sigma_{\text{fluo}}) G \quad (3.7)$$

donde G es una constante relacionada con el número de átomos que pueden interactuar con los rayos-X, y las σ son las diferentes secciones eficaces de los efectos foto-eléctrico, Compton y fluorescencia secundaria, respectivamente.

En el caso de que la muestra estuviera formada por varios elementos, entonces el coeficiente de atenuación del material es un promedio pesado de los coeficientes de cada elemento presente en la muestra.

La atenuación de rayos-X está tomada en cuenta por la ecuación (3.1) con el término $e^{-\mu \cos \phi x}$, en donde se considera que parte de los rayos-X producidos en la muestra son absorbidos por las capas exteriores antes de llegar a la superficie, disminuyendo su intensidad.

3.3.3 TOTAL DE FOTONES EMITIDOS

El número total de fotones emitidos de una línea en particular puede escribirse, a partir de la ecuación (3.1):

$$N_x = \frac{\Omega}{4\pi} c \int \sigma_x(E(x)) \rho(y,z) n(x,y,z) e^{-\mu_{sc} \cos \theta x} dx dy dz \quad (3.8)$$

Esta ecuación puede ser simplificada si se suponen que tanto el haz de partículas como la concentración de elementos en la superficie son uniformes en el plano y - z pudiéndose escribir como:

$$N_x = B \int_0^{z_{\max}} \sigma_x(E(x)) n(x) e^{-\mu_{sc} \cos \theta x} dx \quad (3.9)$$

con B, una constante que depende de la eficiencia del detector y del ángulo sólido que éste presenta con respecto a la muestra.

3.4 PROPIEDADES DEL ANALISIS PIXE

Se han mencionado ya las bases en las cuales se funda el análisis PIXE, y es claro que promete ser una técnica confiable, complementaria a las ya existentes como RBS (retrodispersion de Rutherford), AES (Espectroscopia de electrones Auger) y SIMS (Espectroscopia de masa de iones secundarios).

Con RBS se pueden estudiar muestras constituidas por elementos pesados inmersos en matrices de elementos ligeros con excelentes resultados, AES y SIMS pueden dar información principalmente sobre elementos ligeros, teniendo una buena definición en profundidad, con la salvedad de que esta última es destructiva. Las ventajas que presenta PIXE son su posibilidad para realizar análisis multielemental para elementos con número

atómico mayor igual a 10, con bajo ruido y sin destrucción de la muestra.

El problema con PIXE es que no se ha determinado su confiabilidad en la obtención de perfiles de concentración, por la falta de un conocimiento pleno de su alcance en profundidad. Los estudios actuales proponen la efectividad de PIXE con protones de bajas energías, menores a 1 MeV, región para la cual aumenta el poder de frenamiento, y la sección eficaz de ionización varía considerablemente más rápido con cambios pequeños en la energía [41,42].

Por eso es importante en este experimento cuantificar qué resolución se puede alcanzar con PIXE en la medición de espesores producidos por erosión iónica controlada.

CAPITULO CUARTO

DESARROLLO EXPERIMENTAL

Para la realización del experimento se utilizaron las instalaciones del Instituto de Física de la U.N.A.M. en el laboratorio del acelerador Van de Graaff de 0.7 MeV. Los accesorios no existentes fueron diseñados y construidos en los talleres del propio Instituto.

4.1 DISPOSITIVO EXPERIMENTAL

El dispositivo experimental utilizado en el experimento es el que aparece dibujado en la figura 4.1, en donde se han esquematizado las partes más sobresalientes del sistema, como son:

- 1) Acelerador Van de Graaff.
- 2) Analizador de partículas.
- 3) Cámara de dispersión.
- 4) Sistemas de Vacío.
- 5) Sistemas de detección.

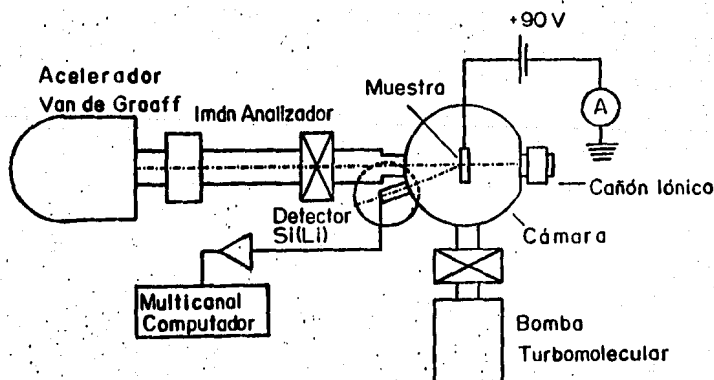


figura 4.1 Esquema del dispositivo experimental

4.1.1 ACELERADOR ELECTROSTATICO DE PARTICULAS

Para producir el haz de partículas ionizadas utilizado en el análisis PIXE, se utilizó un acelerador Van de Graaff, modelo ANS-700 fabricado por la compañía *High Voltage Engineering Corp.*, el cual es capaz de producir iones con energías que van desde 100 hasta 700 KeV, pudiéndose llegar a 1 MeV sin complicaciones técnicas en situaciones extraordinarias.

Los iones en el acelerador son producidos por una fuente de iones de radio frecuencia. La RF se aplica a un par de electrodos en una cámara de ionización fabricada en cuarzo, atravesada por un campo magnético fijo producido por cuatro imanes cilíndricos que rodean a la cámara. Esta fuente está diseñada para trabajar principalmente con Hidrógeno (H , H_2) y con Helio (He), aunque en principio se puede utilizar cualquier otro tipo de gases.

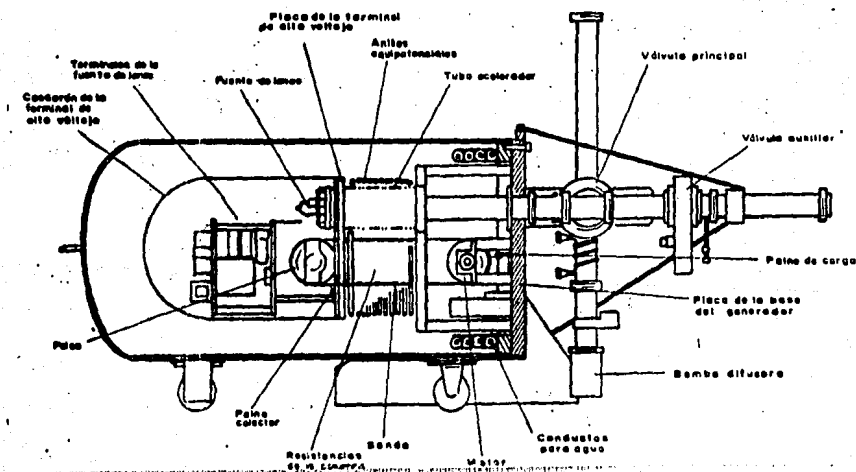


Figura 4.2 Diagrama del acelerador Van de Graaff de 700 KeV.

La aceleración de las partículas ionizadas se logra gracias a la diferencia de potencial que existe entre sus terminales, que es

producida por la acumulación de carga en una de ellas. La carga se lleva allí por medio del acarreo mecánico que proporciona una banda de material aislante que gira entre un par de poleas. La banda arrastra las cargas que le suministra una fuente de alto voltaje (20KV) por medio de un peine de carga. La carga así recogida por la banda es depositada en la terminal de alto voltaje, separada de la terminal referida a tierra por un juego de resistencias de alta impedancia.

La terminal de alto voltaje alberga en su interior a la fuente de iones y la electrónica asociada al manejo de la producción de iones, es decir, tipos, cantidad y enfoque inicial. Esta región se encuentra totalmente aislada y es alimentada por la corriente producida por un generador de corriente alterna incorporado a la polea de la banda. Este generador produce corriente alterna con una frecuencia de 400 Hz, con la única finalidad de reducir el tamaño de los elementos inductivos que forman parte de los circuitos.

La medición del voltaje entre las terminales se realiza utilizando un voltmetro generador [37], que manda pulsos proporcionales en altura al voltaje entre las terminales. La estabilidad se logra mediante un circuito retroalimentado, que corrige desviaciones detectadas en las descargas de las puntas de corona.

Las terminales de alto voltaje se encuentran inmersas en una atmósfera de hexafluoruro de Azufre, material con excelentes propiedades dieléctricas. Gracias a esto las dimensiones del acelerador son relativamente reducidas.

4.1.2 ANALIZADOR DE PARTICULAS

La selección de las partículas producidas por el acelerador se hizo por medio de un separador de masas del tipo de segmento magnético, que fue diseñado y construido originalmente para desviar protones con energías del orden de 2 MeV, lo que le da mayor versatilidad al trabajar con haces de partículas de hasta 700 KeV ya que permite el uso de iones mas pesados.

La calibración del analizador se realiza aprovechando las frecuencias de oscilación del hidrógeno sometido a un campo magnético, que se hace resonar con un campo variable producido por

una bobina por la cual pasa una corriente alterna de frecuencia conocida. El hidrógeno está contenido junto con la bobina que lo rodea, en una cápsula de acrílico que es introducida en el interior del analizador. Una forma auxiliar que también sirve para calibrar el poder deflector del magneto, es utilizando reacciones nucleares, las cuales ocurren a energías muy específicas dependiendo del proyectil y del blanco escogido. Un ejemplo de esto es la reacción $^{19}\text{F}(\text{p},\gamma)^{16}\text{O}$, la cual ocurre con una alta probabilidad a una energía de 340 KeV, emitiendo fotones con una energía de 6.14 MeV [46].

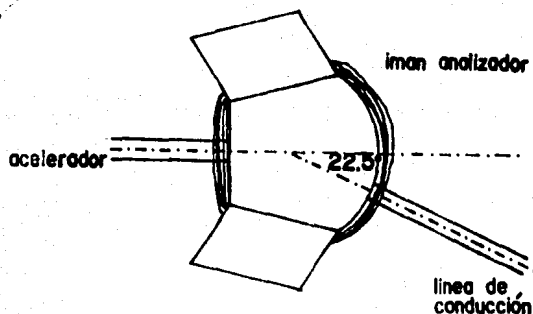


figura 4.3 Esquema del deflector de partículas

El analizador puede desviar a las partículas provenientes del acelerador a cualquiera de cuatro salidas; en particular, se utilizó la que forma 22.5° con respecto a la dirección original del haz que es la que conduce hacia la cámara de dispersión.

La tabla de calibración para desviar un haz de protones a la línea que forma 22.5° es la siguiente:

Energía (KeV)	Frecuencia (KHz)	Campo B^* (G)	Desviación
400	3062	7192.6	22.5°
500	3433	8064.1	
600	3746	8799.4	Proyectil
700	4641	10901.7	H^+

* $B = \text{kp}$; $\text{ks}=2849 \text{ KGauss/MHz}$ valor estimado experimentalmente.

4.1.3 LINEA DE CONDUCCION

El haz de iones después de ser desviado por el analizador, es dirigido a la cámara de dispersión por medio de la línea de conducción.

Dicha línea está formada por varias secciones de tubo que se interconectan con otros accesorios, entre los cuales están la trampa de nitrógeno líquido, el sensor de retroalimentación del acelerador, válvulas electro-neumáticas y una bomba turbomolecular. La distribución de estos elementos puede verse en la figura 4.4. La línea está construida en acero inoxidable, con una longitud aproximada de 3 m y un diámetro de 0.06 m. Las uniones entre componentes se hace por medio de sellos de aluminio tipo "Comflat" de Varian.

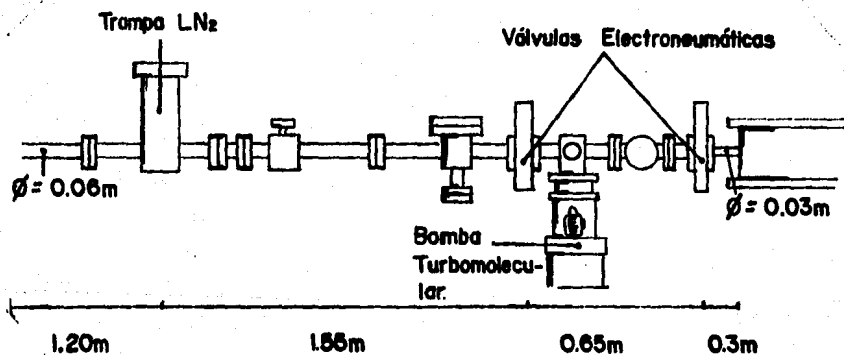


figura 4.4 diagrama de la línea de conducción

La trampa de nitrógeno líquido tiene como función condensar y atrapar gases extraños de la línea de conducción que pudieran ser ionizados o acarreados por el haz de protones.

La bomba de vacío es una bomba turbomolecular de 0.725KHz con una velocidad de bombeo de 110 L/s modelo TPU110 acoplada a una bomba mecánica modelo DU01.5A que evacua 1.5m³/hr. Ambas bombas fueron fabricadas por la compañía Pfeiffer.

Las válvulas electro-neumáticas permiten aislar la cámara de dispersión de la línea y mantener un bombeo mas lento, en caso de

ser necesario, con la bomba turbomolecular de 110 l/s. Ambas válvulas son automáticas, y en caso de falla eléctrica cierran y evitan la entrada de gases a la cámara manteniéndola limpia.

4.1.4 CAMARA DE DISPERSION

Es una cámara circular con entradas múltiples, diseñada especialmente para realizar análisis PIXE (40). Está rodeada por 9 ventanas colocadas a lo largo de la pared lateral en las cuales fue instalado el equipo de detección, medición de vacío y bombeo.

El eje de la boca de la cámara destinada para el detector de Silicio-Litio (SILD) forma un ángulo de 20° con la dirección de incidencia del haz de partículas provenientes del acelerador Van de Graaff. Esta entrada penetra en la cámara, lo que permite que el detector pueda acercarse a una distancia de 9 cm del blanco.

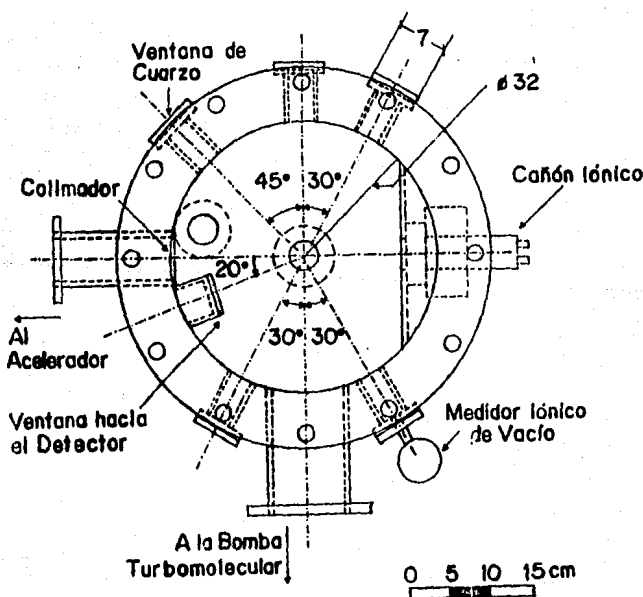


figura 4.5 Vista superior de la cámara de dispersión

El portamuestras de la cámara está formado por un prisma cuadrangular de aluminio, que está montado en un goniómetro que está graduado en grados sexagesimales, con una precisión al medir ángulos de $\pm 0.05^\circ$. Está aislado eléctricamente de la cámara por un conector de nylon, lo que permite colectar la carga del portamuestras conectándolo directamente al integrador de corriente. Su eje principal es horizontal y forma un ángulo de 90° con la dirección del haz de protones, con lo que es posible direccionar la muestra hacia el haz de protones o hacia el haz de iones pesados.

En la salida que forma 120° con el eje principal se encuentra uno de los medidores de vacío, del tipo de ionización de Bayard-Alpert, modelo RG 1000 de Veeco Instrumentation Inc., el cual puede medir vacíos a partir de 10^{-3} Torr, región en la que la corriente entre sus electrodos es proporcional a la presión en la que se encuentra [38]. Este medidor es el que se usó para obtener una medida indirecta de la presión de gas de alimentación del cañón de iones.

En la salida mayor, a 90° del eje principal, se conecta la bomba de vacío. Esta es una bomba turbomolecular marca Pfeiffer, modelo TPU-270, con una capacidad de extracción de 270 l/s, a una frecuencia de giro de su turbina de 1 KHz, que es auxiliada por una bomba mecánica Pfeiffer modelo Duo12A con una velocidad de vacío de $12\text{ m}^3/\text{h}$. Ambas bombas se encuentran separadas de la cámara por una compuerta electroneumática semiautomática. Gracias al tipo de bombas utilizadas, el vacío que se puede obtener en la cámara es rápido y limpio, a diferencia de lo que habría ocurrido si se hubieran usado bombas difusoras.

A la entrada del haz, se encuentra colocado un disco de acero con un orificio circular de 3 mm de diámetro, que tiene como función colimar el haz de protones, y que además sirvió para disminuir la velocidad de bombeo en la cámara cuando éste era realizado por la bomba que se encuentra en la línea, debido a la resistencia que presenta [28].

4.1.5 SISTEMAS DE DETECCION

Los rayos-X producidos en la muestra son captados por un detector de estado sólido de silicio-litio, que está constituido

por un cristal de silicio contaminado con impurezas de litio, que al ser atravesado por un haz de fotones, produce pares electrón-ion dentro de la red cristalina [35], que son colectados y cuantificados electrónicamente por medio de un preamplificador, un amplificador y analizador multicanal.

El cristal es mantenido a la temperatura del nitrógeno líquido junto con el FET del preamplificador para evitar que las impurezas de litio se difundan a lo largo del cristal, y para disminuir el ruido térmico en la etapa pre-amplificadora, respectivamente. La temperatura es mantenida gracias a un recipiente térmico de tipo Dewar, que contiene nitrógeno líquido conectado térmicamente al cristal y al FET.

El cristal del detector debe tener un espesor tal, que al atravesarlo los fotones sean absorbidos en su totalidad. Esto en la práctica es imposible ya que la absorción depende de la energía de los fotones, con lo que solo se puede asegurar la máxima absorción para fotones que tengan energías dentro de un intervalo finito.

Tanto el cristal como el FET se encuentran contenidos en un recipiente sellado al vacío. En el extremo por el que son recibidos los fotones tiene una ventana circular de berilio, elemento muy ligero y de poca absorción de rayos-X, pero extremadamente frágil y muy venenoso.

Para que los fotones de rayos-X producidos en la muestra puedan alcanzar al cristal, deben atravesar varias capas, primero una de mylar, que es la que aísla a la cámara del exterior. Después la ventana de berilio, seguida por una película de oro, que es la que hace el contacto eléctrico con el cristal, y por último, la zona muerta creada cuando el cristal es polarizado inversamente [35]. Cada una de estas capas disminuye la intensidad del haz de fotones incidentes con la consiguiente alteración en la información final y limitando la cota inferior del intervalo de energías de los fotones detectables. Es también frecuente que se forme una pequeña capa de hielo enfrente de la película de oro, que con el tiempo aumenta su espesor y que puede ser importante al evaluar los resultados.

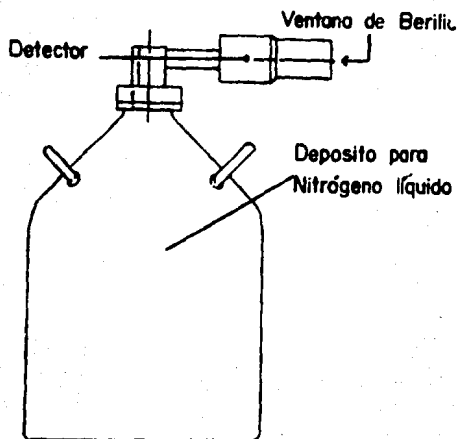


figura 4.6 esquema del detector Si(Li)

Todas estas características son consideradas en un parámetro llamado eficiencia, que está definido como la razón del número de fotones registrados sobre el número de fotones que llegó al detector. Esta eficiencia es una función de la energía de los iones incidentes y típicamente tiene la forma que aparece en la figura 4.7.

La obtención de esta curva es el resultado de un procedimiento laborioso y su forma final depende del sistema experimental del que se trate; es decir, la posición y tiempo de vida que tiene el detector funcionando. En el sistema utilizado se obtuvo una eficiencia $\epsilon = 1.13 \times 10^{-4} \text{ Torr}^{-1} \pm 6\%$ para rayos γ de 14.41 KeV (40).

En este experimento en particular se utilizó un detector ORTEC de Si(Li) modelo 7113-061656, adquirido el año de 1976, con un cristal de silicio en forma cilíndrica cuyas dimensiones son: diámetro 6.0mm y espesor 5.0mm. La ventana de berilio tiene un espesor de 0.0125mm, la película de oro de 200 Å y la capa muerta de $\sim 0.1\mu\text{m}$. Su voltaje de polarización inversa en el cristal es de $\sim 1500\text{V}$ en condiciones de operación normales.

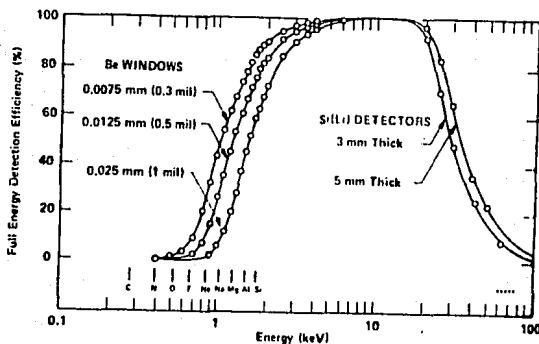


figura 4.7 gráfica típica de la eficiencia del detector como función de la energía.

El detector cuando fue adquirido (1973) presentaba una resolución de 200 eV / 6.4 KeV, y su intervalo de operación incluía fotones con energías de 1 a 60 KeV [36]. Estas características han cambiado, por lo que actualmente se realiza una nueva calibración.

Para procesar la señal producida por el detector se utiliza un pre-amplificador criogénico de bajo ruido ORTEC modelo 7016-10230. El cual amplifica y da forma al pulso producido por el detector para que la señal pueda ser amplificada por el amplificador ORTEC modelo 450, además de servir como puente en el acoplamiento de impedancias [39]. El amplificador fue utilizado bajo la siguiente parametrización:

Ganancia 25.5.

Tiempo de formación de pulso 1 μ s.

Tipo de polarización de pulso negativa.

La señal procesada por el amplificador es recibida y analizada por una tarjeta microcontroladora marca ORTEC ADCAM MCA. ~~La tarjeta~~ es en sí un analizador multicanal construido a partir del microprocesador Z-80A que presenta un tiempo muerto fijo que equivale al tiempo de la conversión analógica-digital. La tarjeta puede ser instalada a cualquier micro-computadora PC compatible, y trabaja de manera independiente, de forma tal que puede estar

trabajando simultáneamente con la computadora en tareas diferentes.

Cuando es conectado a un detector de silicio-litio para espectroscopia de Rayos-X, tiene una resolución de 180 eV.

4.2 CAÑON DE IONES

4.2.1 CARACTERISTICAS

Es un cañón de aplicación múltiple para el estudio de superficies y preparación de muestras fabricado por V6 Scientific modelo A82. Está diseñado para producir iones de gases nobles, principalmente de argón, con energías que pueden variar entre 1 KeV y 10 KeV con densidades de corriente del orden de $250 \mu\text{A}/\text{cm}^2$. La densidad ~~que~~ puede ser modificada cambiando las condiciones de operación, como son la energía, la presión del gas y el voltaje de enfoque en la lente.

Está formado por una fuente de impacto electrónico de cátodo frío con extracción axial y una lente electrostática de tipo Einzel. La fuente está confinada en un campo magnético paralelo a su eje principal, producido por un electro-íman por el que circula una corriente fija, necesario para producir un plasma estable [38].

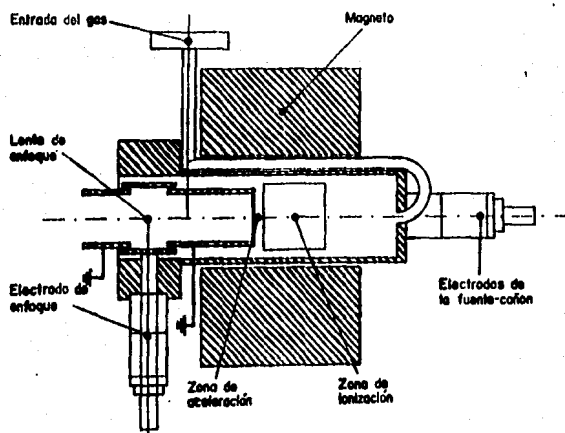


figura 4.8 diagrama de las partes del cañón de iones

El flujo de gas es controlado por una válvula de aguja de alta precisión que permite mantener la presión estable con variaciones hasta de 0.1×10^{-5} Torr¹ en la cámara.

4.2.2 FUNCIONAMIENTO

El gas inyectado en la cámara es ionizado y forma un plasma cuya distribución espacial depende de la presión de gas en la fuente. Si la presión es del orden de 3×10^{-4} Torr, el plasma se concentra en la región interior del ánodo, pero si es de 6×10^{-4} Torr se distribuye en el espacio entre los electrodos. Si la presión aumenta mas allá de 9×10^{-4} Torr, se produce un rompimiento dieléctrico con la subsecuente caída de voltaje en la fuente. Esto puede ser observado por las diferentes formas que toma la mancha del haz en el blanco, ya que al invadir el plasma las regiones externas al ánodo produce efectos de aberración óptica en el haz.

Los iones producidos en el plasma son acelerados hacia la abertura de salida, pero también parte de ellos escapan por el orificio de entrada del gas produciendo depósitos en los tubos aislantes y con esto fugas de corriente que ponen en corto a las fuentes de alimentación.

La variabilidad en la forma del plasma puede hacer que los iones salgan de él con trayectorias convergentes o divergentes según sea el potencial acelerador. Esto es corregido, al menos en parte, por la lente Einzel, que tiene la propiedad de cambiar las características focales del haz sin cambiar su energía, lo que nos permite seleccionar su diámetro.

4.2.3 MONTAJE Y CARACTERIZACION

A pesar de que en el diseño de la cámara de dispersión ya se había pensado en la instalación de un cañón de iones pesados, fue necesario construir algunos accesorios como soportes y conectores para poderlo colocar seguramente en su sitio. El cañón se localiza en la boca que forma cero grados con la dirección del haz de protones, justo enfrente de la salida de éste.

¹ Todas las presiones son el valor medido en la cámara en la cual está montado el cañón.

El soporte se fabricó en aluminio y hule espuma, materiales ligeros y capaces de soportar el peso del electroimán del cañón sin deformarse. Los conectores se hicieron de acero y latón, según se adaptaran al cañón o al tanque de gas respectivamente.

Antes de ser instalado, el cañón fue desarmado y limpiado con ultrasonido en una solución de agua con acetona. Un diagrama de sus partes principales es el que aparece en la figura 4.8. Una mayor información puede ser encontrada en el apéndice 5.

Una vez limpio, se armó y se instaló en la cámara de dispersión, y la primer tarea fue buscar posibles fugas de vacío, las que fueron corregidas con facilidad al aumentar la presión de los tornillos sujetadores. Una vez hecho esto se conectaron los electrodos de la fuente de voltaje, que fuera previamente revisada y ajustada para trabajar a 125V, y se iniciaron las pruebas de funcionamiento y caracterización.

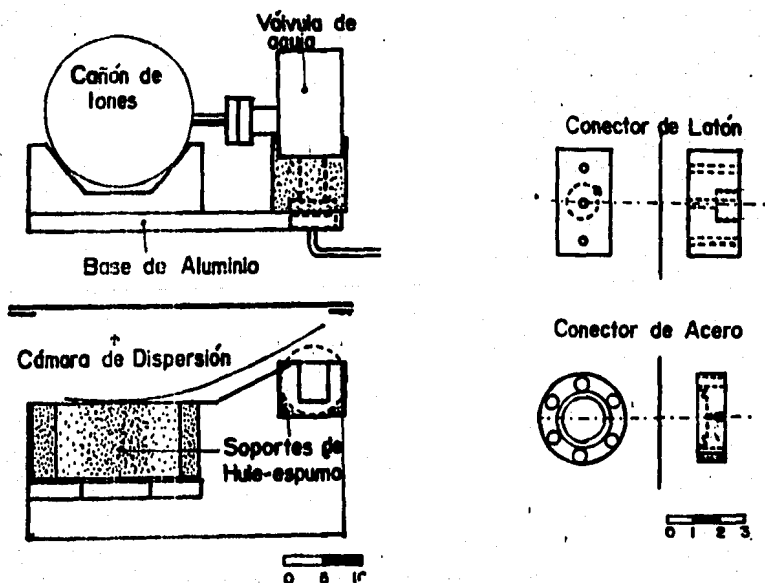


Figura 4.9 Diagrama del montaje del cañón de iones.

Para encender el cañón es necesario que la cámara de dispersión se encuentre a un vacío inicial de $\approx 10^{-4}$ Torr y que la velocidad de bombeo sea relativamente lenta, para dar oportunidad a la formación del plasma y para que no existan rompimientos dieléctricos que causen caídas de voltaje.

La velocidad de bombeo apropiada se obtuvo utilizando la bomba turbomolecular TPU110 que se encuentra instalada en la línea de conducción (figura 4.4), recordando que a la entrada hacia la cámara de dispersión existe un colimador circular con 3mm de diámetro, lo que disminuye la velocidad de bombeo efectiva en la cámara. Los mejores resultados en la obtención de vacío se obtuvieron utilizando primero la bomba TPU270, y al llegar a un vacío del orden de $\approx 10^{-6}$ Torr se realiza un cambio de bombas por medio de las compuertas electroneumáticas, dejando funcionando solamente a la bomba TPU110. Al cabo de unos minutos la presión se estabiliza, quedando del orden deseado $\approx 10^{-4}$ Torr, tardándose aproximadamente 1 hora.

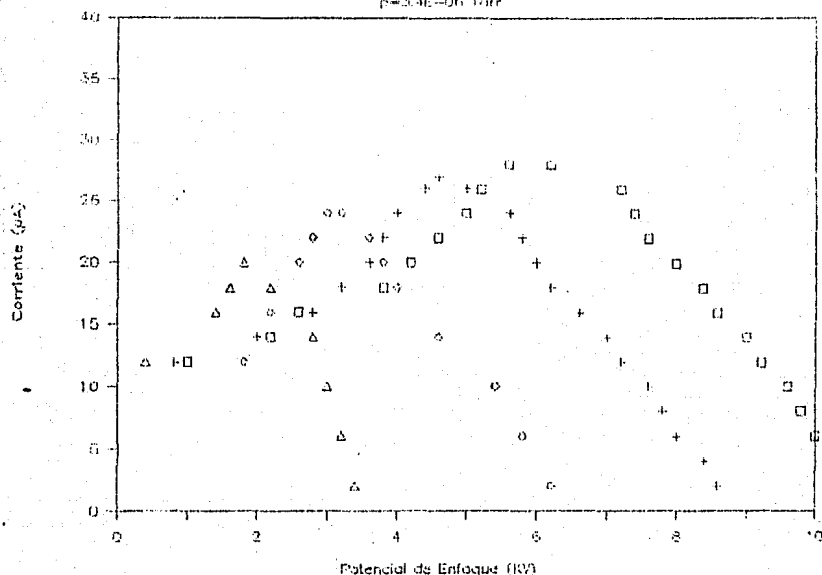
Al iniciar la caracterización del cañón se descubrió que la presión en el interior de la cámara no solo depende de la velocidad a la que es suministrado el gas en el cañón, sino también de los potenciales de enfoque y energía. Ya que estos regulan el flujo de partículas que forman el haz de iones, y por tanto el número de partículas que entran a la cámara. Así que fue necesario establecer un protocolo para determinar la presión inicial, y esto se hizo primeramente, colocando los medidores de enfoque y de energía a 5 KV, y después lentamente abriendo la válvula de aguja hasta llegar a la presión deseada, dejándola estabilizarse entre cada cambio un promedio de 10 minutos.

La existencia del plasma y por consiguiente del haz, puede ser verificada por medio de la corriente colectada en el blanco, aunque en algunos casos es posible observarlo directamente por medio de las ventanas de cuarzo de la cámara.

Se observó que la corriente en el blanco depende de su posición debido a la emisión de electrones secundarios, problema que fue resuelto polarizando el blanco a un potencial de +90V con una pila seca.

Corriente vs Potencial de Enfoque

$p=3.4E-06$ Torr



Diametro vs Voltaje de Enfoque

$p=3.4 E-6$ Torr

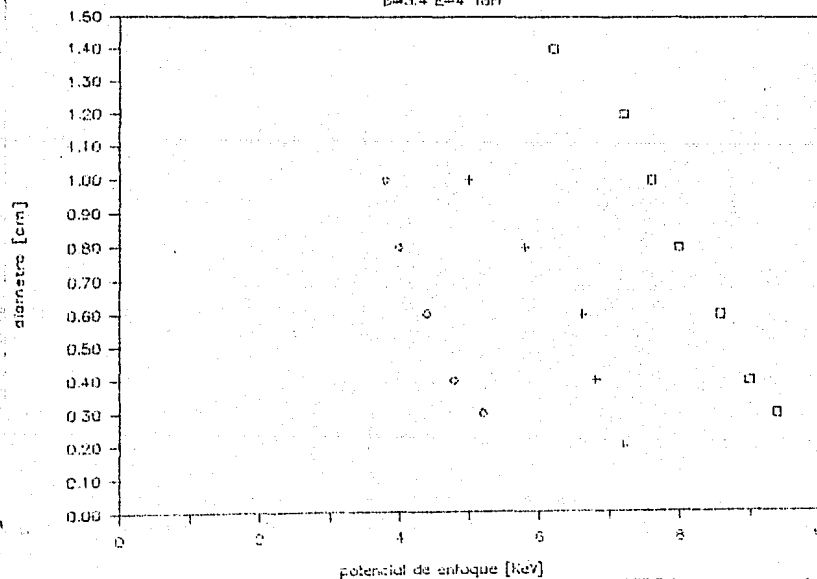


figura 4.10 gráficas de caracterización del cañón de iones cuando se trabajó con una presión de $3.4 E-06$ Torr.

Bajo estas condiciones se obtuvieron los resultados que aparecen en las gráficas que caracterizan el funcionamiento del cañón. En estas se pueden observar las curvas que relacionan la corriente y el potencial de enfoque a una energía determinada (figura 4.11).

Para determinar la densidad de corriente, se colocó una escala graduada en mm, hecha en un vidrio delgado y esmerilado. Con ella se midió el diámetro del haz de argón cuando fue — ópticamente posible.

Debido a que el haz de iones pesados tiene una ligera desviación hacia arriba con respecto al haz de protones, fue necesario construir un deflector electrostático de placas paralelas, al cual se le puede ajustar el voltaje desde una fuente externa y así hacer coincidir ambos haces. Esto fue verificado — utilizando papel filtro para marcar la región de impacto de ambos haces de iones.

4.3 EVAPORACION DE MUESTRAS

Las muestras que se utilizaron en el experimento estaban formadas por una película de cobre (Cu) sobre un sustrato de aluminio (Al). Se escogió esta combinación porque las líneas de emisión del aluminio no producen emisiones secundarias del cobre.

Su preparación se llevó a cabo mediante el uso de método de evaporación, consistente en la evaporación del material de interés por medio del calentamiento producido por una resistencia eléctrica de material refractario, que se deposita en un sustrato grueso, todo inmerso en una atmósfera limpia ($p \approx 10^{-6}$ Torr), para evitar al máximo las impurezas.

La cantidad de cobre evaporada fue de 260 ± 1 mg, con una pureza de 99.9%. El filamento estaba elaborado con alambre de Tungsteno doblado en forma de canastilla, como puede observarse en el diagrama. El vacío con el que se evaporaron las muestras fue de 10^{-6} Torr y se realizó mediante el uso de una bomba de difusión auxiliada por una mecánica.

Los sustratos (10) de aluminio fueron colocados sobre un vidrio a 13cm abajo del filamento, con la finalidad de poder

evaluar el espesor de la película midiendo con un Dek-Tak 1271 el ancho del cobre depositado en el vidrio. Cada sustrato estaba formado por placas de aproximadamente 1 cm^2 de aluminio industrial laminado, que previamente fue pulido mecánicamente y limpiado con ultrasonido en una solución de acetona con agua. El espesor obtenido* fue de $930\text{\AA}$, dato que servirá para evaluar los resultados — del método PIXE. * con el Dek-tak

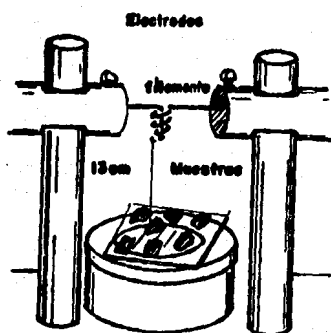


figura 4.10 Diagrama de sistema de evaporación

4.4 PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

4.4.1 BOMBARDEO DE MUESTRAS

Las muestras para ser bombardeadas se colocaron en el portamuestras junto con un sustrato grueso de cobre, sujetadas por medio de tornillos y clips de acero.

Para tener una idea del estado original de las muestras, se procedió a realizar un análisis preliminar con PIXE, por lo que fueron bombardeadas junto con el patrón a diferentes energías, 700, 600, 500 y 400 KeV. El tiempo de bombardeo fue regulado por la acumulación de carga en el blanco, que varió en un intervalo de 10 a $70\mu\text{ C}$. Esta carga acumulada fue determinada por el número de

cuentas producidas por la muestra, el cual disminuye considerablemente al disminuir la energía de los proyectiles y por consiguiente aumentando el tiempo de conteo para producir una estadística apropiada. Los espectros producidos fueron grabados en discos magnéticos para su análisis posterior.

Terminado el bombardeo con protones, se realizó el cierre de compuertas de forma tal que la cámara de dispersión quedaba aislada de la línea y de la bomba turbomolecular TPU270, quedando la evacuación a cargo de la turbomolecular TPU110. Una vez que la presión se estabilizó aproximadamente en $p \approx 10^{-4}$ Torr, se inició la irradiación de las muestras con argón.

Con el protocolo para hacer funcionar el cañón, que ya fue explicado anteriormente, se bombardearon las muestras con argón industrial. Los parámetros que se utilizaron fueron los siguientes:

Para las muestras m1 y m2:

Presión inicial = 1.5×10^{-4} Torr

Presión final = 5.2×10^{-4} Torr

Energía de proyectil = 4600 eV

Potencial de Enfoque = 4000 V

Potencial del Deflector = 400 V

Corriente del haz = 60 μ A

T₁ = 90s

T₂ = 180s

} Tiempo de irradiación.

Diámetro del haz de argón = 1.2 cm

Para las muestras m3, m4 y m5:

Presión inicial = 2.1×10^{-4} Torr

Presión final = 5.8×10^{-4} Torr

Energía de proyectil = 5000 eV

Potencial de Enfoque = 5000 V

Potencial del Deflector = 0 V

Corriente del haz = 24 μ A

T₃ = 180s

T₄ = 55s

T₅ = no irradiada.

} Tiempo de irradiación.

Diámetro del haz de argón = 1.2 cm

Una vez que todas las muestras fueron bombardeadas, se abrieron las válvulas y se encienden las bombas para recuperar el vacío de $\approx 10^{-7}$ Torr e iniciar el bombardeo con protones para analizar las muestras ya irradiadas.

El bombardeo se realiza en la misma forma, solo que esta vez ya no se bombardea el sustrato.[?] Los espectros obtenidos, también fueron grabados en discos magnéticos.

4.4.2 ANALISIS DE ~~GRAFICAS~~ ^{ESPECTROS}

Los espectros de rayos-X obtenidos se grafican en papel semilog, tomando solamente el intervalo de interés, que en este caso son los picos $K\alpha$ y $K\beta$ del cobre. Para nuestros cálculos posteriores el número de cuentas del pico referente a las emisiones $K\alpha$ es el que nos interesa por lo que para recuperar la forma de éste, que se ve alterada por la superposición del pico $K\beta$, se utilizaron métodos gráficos. Los cuales consisten en ajustar curvas Gaussianas a ambos picos aprovechando las regiones de no interferencia, y restando tanto las aportaciones del ruido como aquellas debidas al traslape de picos adyacentes. — Afortunadamente en los espectros obtenidos los picos de las líneas $K\alpha$ y $K\beta$ del cobre aparecieron muy claros y con poco ruido lo que facilitó el ajuste y el conteo.

CAPITULO QUINTO

RESULTADOS Y CONCLUSIONES

5.1 ANALISIS DE RESULTADOS

5.1.1 DESARROLLO TEORICO

La técnica PIXE, por ser una técnica de análisis multielemental que puede ser utilizada para obtener perfiles de concentración, es capaz de dar información sobre el espesor de una película de material conocido. Se han realizado un sinnúmero de intentos por utilizar esta técnica en la medición de espesores de películas delgadas [26,32,33], pero, el método debido a Musket y Bauer [45] presenta ventajas, ya que con él no es necesario conocer la eficiencia del detector ni el ángulo sólido que éste presenta para la colección de rayos-X.

Ellos utilizan el cociente C del número de rayos-X producidos por la superficie que se desea medir N_x , con el número de los emitidos por un patrón grueso sin sustrato del mismo elemento que la película N_x^p , es decir:

$$C = \frac{N_x}{N_x^p} \quad (5.1)$$

o escrito de una manera completa utilizando la ecuación (3.9):

$$C = \frac{\int_0^L \sigma_x(E(x)) n(x) e^{-\mu \cos \theta x} dx}{\int_0^{\infty} \sigma_x(E(x)) n(x) e^{-\mu \cos \theta x} dx} \quad (5.2)$$

En donde t es el espesor de la película y $Z_{\text{máx}}$ es la máxima profundidad a la cual las partículas incidentes tienen suficiente energía para producir ionizaciones. Como puede observarse, el cociente C es una función del espesor t , y que, por medio de cálculos numéricos se puede obtener un conjunto de curvas que relacionan la razón C con el espesor de la muestra.

Experimentalmente se puede conocer el cociente C de producción de rayos-X y por medio de la gráfica, el espesor t de la muestra. Las curvas obtenidas para películas de cobre bombardeadas a diferentes energías, con un haz de protones de incidencia normal y colectando los fotones a 20° , pueden observarse en la figura 5.1, y el programa de computadora que se utilizó para efectuar los cálculos aparece en el apéndice 3.

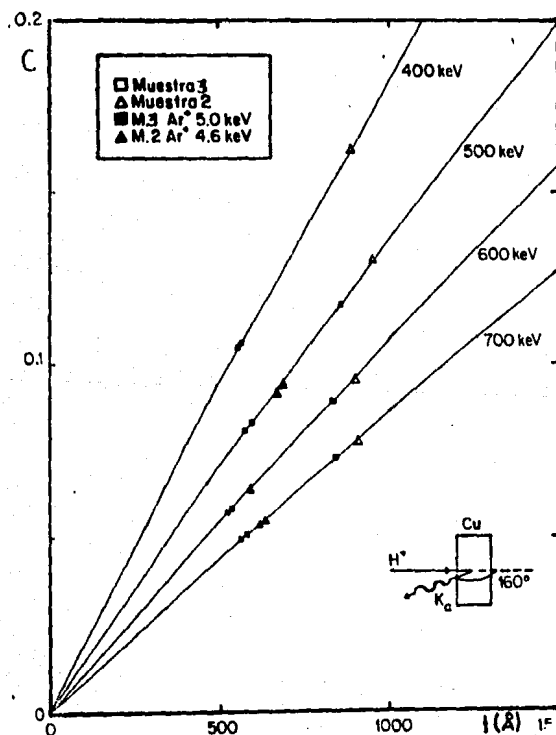


figura 5.1 Conjunto de curvas obtenido de R vs Δt , para un blanco de Cu bombardeado con un haz de protones con energías de 400,500,600,700 KeV.

Los parámetros utilizados para los cálculos numéricos fueron, la sección eficaz de ionización obtenida con la teoría ECPSSR [46], el poder de frenamiento de las tablas de Janni [43], aunque éste último pudo haber sido calculado con la fórmula semiempírica MCV (Montenegro/Cruz/Vargas) [16,17], y el coeficiente de absorción μ el cual se obtuvo de las tablas de Burr [44].

Como puede verse en este conjunto de líneas, todas presentan una región semi-lineal para espesores menores a 1000 Å, lo cual concuerda con lo obtenido en experimentos anteriores reportados por Musket y Bauer [32], y Christensen y colaboradores [33].

5.1.2 CUANTIFICACION DEL RENDIMIENTO DE EROSION CON PIXE

El número de partículas expulsadas de la superficie está relacionado directamente con el cambio en el espesor del material bombardeado. Por lo anterior, se puede obtener una fórmula sencilla que exprese el rendimiento de erosión como una función del cambio en el espesor de la película.

Supongamos que se tiene un haz de partículas uniforme con una corriente I , formado por iones con carga unitaria $+e$. Entonces, el número de partículas que golpean a la superficie del blanco durante un intervalo de tiempo T está dado por:

$$N_t = \frac{I T}{e} \quad (5.3)$$

Estas partículas al incidir en el blanco producen la expulsión de átomos del material, haciendo que este cambie su espesor en una cantidad Δt .

Supongamos que el volumen desalojado del material está formado por el cilindro que tiene por diámetro d , el mismo que el haz de iones y por espesor, la profundidad erosionada en la superficie Δt . Entonces, el número de átomos expulsados se puede expresar como:

$$N_o = V \frac{N_A}{\rho} = \pi \frac{d^2}{4} \Delta t \frac{N_A}{\rho}, \quad (5.4)$$

siendo N_A el número de Avogadro y ρ la densidad atómica.

Entonces, utilizando la definición de rendimiento de erosión se obtiene que:

$$Y = \frac{N_e}{N_i} = \frac{\pi N_A e d^2 \Delta t}{4 \rho l T} \quad (5.5)$$

El rendimiento de erosión puede ser conocido fácilmente a partir de esta relación. En ella se muestra que existe una proporcionalidad entre la variación en el espesor de la película, el cual se puede medir con PIXE, y el rendimiento de erosión, con una constante que depende del elemento del cual esta formado el blanco y de las características del haz de iones.

5.2 ANALISIS DE RESULTADOS

5.2.1 PREDICCIONES TEORICAS PARA EL EXPERIMENTO

Utilizando los dos modelos teóricos y el simulador TRIM descritos en el primer capítulo, se obtuvo una predicción del rendimiento de erosión para cobre bombardeado con argón con energías de 4.6 y 5 KeV. Los modelos utilizados fueron el de Thompson, el de Sigmund, y la simulación por computadora. Los datos calculados son los que aparecen en la tabla 5.1.

tabla 5.1 Predicciones teóricas para el rendimiento de erosión producido por argón en cobre.

Modelo \ Energía	4.6 KeV	5.0 KeV
TRIM	5.039	5.52
Thompson	4.7	4.7
Sigmund		
Aproximación de impulso	4.7	4.9
Tablas de Miersack-Ziegler } ?	4.52	4.53

En el modelo de Sigmund fueron utilizados los valores del

poder de frenamiento proporcionados por la aproximación de impulso y por las tablas de Biersack-Ziegler, contenidas en el simulador IIRDM version ~~V0.0~~ 4.0

5.2.2 DATOS EXPERIMENTALES REPORTADOS EN LA LITERATURA

Los resultados experimentales reportados en la literatura, fueron obtenidos en su mayoría, midiendo la pérdida de peso del cátodo en una cámara de descarga. Los resultados para la combinación cobre-argón, bombardeado a baja energía que fueron consultados aparecen en la tabla 5.2, en donde aparecen los resultados de Yonts et al. [20] Southern et al [21] y Rol et al. [22].

Tabla 5.2 Resultados experimentales publicados sobre el rendimiento de erosión producido por argón en cobre.

Equipo\Energía	4.6 KeV	5.0 KeV
Yonts et al. (1.20)	6.0	6.2
Southern et al. (1.21)	5.2 6.4	5.4 6.6
Rol et al. (1.22)	5.0	5.6

*Datos obtenidos en dos muestras de cobre diferentes.

Estos resultados guardan una muy buena concordancia con los obtenidos teóricamente.

5.2.3 RENDIMIENTOS DE EROSION OBTENIDOS EN EL EXPERIMENTO

Después de analizar todos y cada uno de los espectros, los espesores obtenidos aparecen en la tabla 5.3, en donde las muestras son denotadas por su número, con un subíndice que indica si ya habían sido irradiadas con argón o no. Una mayor información sobre estos datos puede ser encontrada en el apéndice 3.

Como puede observarse, los espesores medidos coinciden dentro

de su intervalo de validez, con la estimación del espesor hecha con el perfilómetro Dek-tak, con el cual se obtuvo un espesor aproximado de 950 Å.

A partir de estos espesores, los rendimientos de erosión que se obtuvieron, calculados a partir del cambio de espesor en las muestras fueron 4.14 ± 0.83 y 5.31 ± 1.1 , para energías de bombardeo de 4.6 KeV y 5.0 KeV respectivamente. Estos resultados aparecen en la tabla 5.3.

Tabla 5.3 rendimientos de erosión calculados a partir de la variación en espesor.

Muestra	1	2	3	4	5
Energía(KeV)	4.6	4.6	5	5	5
Espesor (Å)	810 ± 05	918 ± 22	845 ± 8	808 ± 15	813 ± 28
$\Delta t(\text{Å})$	67 ± 42	292 ± 57	281 ± 32	$40 \pm$	--
$Y(\text{cat}/\text{ion})$	--	4.14 ± 0.83	5.34 ± 1.1	--	--

* Espesor medido antes de erosionar con argón

La incertidumbre está asociada a la dispersión de los puntos experimentales.

Es importante aclarar en esta sección, que los rendimientos de erosión corresponden solamente a los obtenidos de las muestras 2 y 3. Con las demás se tuvieron problemas que invalidaron los resultados finales.

En el caso de la muestra 4 la irradiación fue incompleta y con una corriente inestable, imposible de determinar, lo que impidió medir con certeza el rendimiento de erosión producido. Pero este contratiempo se pudo aprovechar. Como la muestra 4 fue irradiada por un lapso de tiempo muy breve, aproximadamente 55 segundos era sensato suponer que el daño en la muestra había sido mínimo y que la capa removida por la erosión muy delgada. Esto sugirió que podía ser utilizado como una prueba para medir la capacidad de resolución que proporciona PIXE. Así, fue posible detectar un cambio en el espesor de 40 Å.

5.3 DISCUSION

Como puede verse, los resultados obtenidos concuerdan con los de otros investigadores publicados en la literatura, y con los obtenidos teóricamente. Todo esto dentro de los intervalos de incertidumbre, los cuales fueron asociados a la dispersión de los datos experimentales (tabla 5.4). Esto comprueba, al menos en parte, la capacidad de PIXE para medir espesores, y no solo eso, sino que es capaz de detectar cambios en el espesor del orden de decenas de angstroms.

tabla 5.4 rendimientos de erosión en cobre por argón

	4.6 KeV	5.0 KeV
URON	5.039	5.52
Thompson	4.7	4.7
Sigmund	5.4 4.52	5.4 4.53
Venta et al.	6.0	6.2
Southern et al.	5.2 6.4	5.4 6.6
Act et al.	5.0	5.6
Evaluados con PIXE	4.14 $\pm$ 0.83	5.34 $\pm$ 1.1

Observando la naturaleza del experimento, suponemos que es posible obtener aun una mejor resolución haciendo algunos ligeros cambios en el experimento, aumentando el ángulo de incidencia con la finalidad de aumentar el espesor efectivo atravesado por el haz de protones, y disminuyendo la energía del haz de protones.

El hecho de que la resolución mejore al disminuir la energía del haz de protones, esta relacionado con la variación grande que tiene la sección eficaz de producción de rayos-X y el aumento del poder de frenamiento a bajas energías. Su influencia se refleja en la gráfica que relaciona el cociente de la producción de fotones con el espesor, en la cual se observa que para menores energías la pendiente es mayor, con lo cual mejora la resolución obtenible. Sin embargo el costo a pagar por éste aumento en la resolución es

un tiempo considerablemente mayor de conteo y un aumento en la dispersión en los espectros. Esto se observó cuando se bombardearon las muestras, para las que hubo que cambiar la colección de carga de $10\mu\text{C}$ a $70\mu\text{C}$ cuando se redujo la energía de 700 a 400 KeV.

Después de haber sido corroborada la capacidad de PIXE para medir espesores, es posible afirmar que PIXE puede proporcionar información sobre perfiles de concentración en profundidad de una manera confiable y con buena resolución.

Una de las ventajas con las que se contó en este experimento fue la posibilidad de realizar la erosión y el análisis sin necesidad de exponer la muestra al medio ambiente y con minutos de diferencia, lo que da una seguridad de que los cambios detectados fueron causados solamente por el bombardeo de iones de argón.

En cuanto al cañón de iones, promete ser una herramienta muy útil para futuros experimentos.

Puede ser utilizado en la preparación de muestras, limpiando o produciendo un decapado regulado de la superficie. Esto último permite realizar estudios en una muestra a mayor profundidad que los que se podrían realizar utilizando únicamente la técnica PIXE. La desventaja de la combinación de ambos métodos es que se torna en una técnica destructiva, perdiéndose una de las ventajas que proporciona PIXE cuando es utilizado independientemente.

Existe también la posibilidad de utilizar el cañón con otros tipos de gases, teniendo como problemas el desgaste prematuro de las paredes de la cámara de ionización del cañón, la cual es dañada por la erosión iónica causada por la incidencia de los iones del plasma. También, los depósitos de material conductor, ya sea del gas o del desprendido de las paredes de la cámara de ionización, en las cerámicas aislantes. Estos contratiempos tienen una fácil solución, dando el mantenimiento apropiado al cañón, limpiando o reponiendo las partes dañadas, las cuales pueden ser construidas dentro del mismo Instituto.

Un punto que también es importante mencionar, es que se han encontrado residuos de argón en la cámara de dispersión meses después de que el cañón fue utilizado. Lo anterior debe ser tomado en cuenta cuando al realizar algún experimento exista la posibilidad de contaminación por argón.

Por último menciono que actualmente se trabaja en la realización de un nuevo experimento que complemente los resultados aquí obtenidos, cuyos resultados serán en breve publicados.

Apéndice 1

Modelos Teóricos de Thompson y Sigmund

Modelo de Thompson

Thompson utiliza el modelo de colisión en cascada. Considera que la expulsión es generada por una colisión en cascada causada por el ión incidente. Supone que la energía en la cascada es transferida por medio de colisiones binarias y que el camino libre medio de las partículas es independiente de la energía, lo que lo conduce a un espectro de energías de la forma E^{-2} que es una buena aproximación para energías entre 10 eV y 10^3 eV .

Inicia suponiendo que el número de iones primarios formados a la energía $E_z = q(E_z)dE_z$, transfieren energía E' a los iones secundarios con una eficiencia $\nu(E_z, E')$.

Entonces el número total de iones frenados a la energía E' por un retroceso de E_z es:

$$\int_E^{\infty} q(E_z) \nu(E_z, E') dE_z. \quad (A.1)$$

La velocidad del átomo secundario puede ser expresada en función de la posición como:

$$dt = \frac{dE'}{v'(dE'/dx)} \quad (A.2)$$

La densidad de átomos que tienen energías entre E' y $E'+dE'$ en un ángulo sólido a lo largo de una dirección r está expresado por:

$$\rho(E', r) dE' d\Omega = \int_E^{\infty} q(E_z) \nu(E_z, E') dE_z \frac{d\Omega'}{4\pi} dt \quad (A.3)$$

El flujo de iones que cruzan la superficie formando un ángulo θ con la normal es: $\Phi(E', r) dE' d\Omega = V' \pi(E', r) \cos \theta d\Omega' dE'$ que expresado usando la ecuación A.3 se obtiene:

$$\Phi(E', \phi) dE' d\Omega = \int \frac{q(E_z) v(E_z, E')}{dE'/dx} dE_z \frac{\cos \theta d\Omega' dE'}{4\pi} \quad (A.4)$$

Aproximando $v(E_z, E') \sim \eta E_z/E'$ y que la pérdida de energía $dE'/dx \sim E'/D$ donde D es el espacio interatómico y además que los átomos al ser expulsados de la superficie son refractados, esto es, desviados en su trayectoria al salir de la superficie, debido a la energía de ligadura de la superficie, esto es, la componente de la velocidad paralela a la superficie no se altera, mientras que la energía en la dirección normal a la superficie disminuye en la energía de ligadura. En los cálculos se consideró a la energía de ligadura E_0 , como no direccional.

Llega a que el flujo de partículas expulsadas es:

$$\Phi(E', \phi) dE' d\Omega = \frac{\eta D \cos \phi}{4\pi (1 + E_0/E)^3 E^2} \int_{E'}^{\infty} E_z q(E_z) dE_z d\Omega dE \quad (A.5)$$

Para obtener la función $q(E_z)$ Thompson propone un potencial que cambia inversamente al cuadrado de la distancia;

$$V(r) = \frac{2Er}{e} (Z_1 Z_2)^{5/6} \left(\frac{a_0}{r} \right) \quad (A.6)$$

con a_0 , radio de Bohr y E_r , energía de Rydberg, dando como resultado:

$$q(E_z) = \begin{cases} 0 & \text{si } E_z > \frac{4 M_1 M_2 E_1}{(M_1 + M_2)} \\ \frac{\pi^2 a_0^2 N E_r (Z_1 Z_2)^{5/6}}{2e E_1 E} \left(\frac{M_1}{M_2} \right)^{1/2} \Phi_1 & \text{si } E_z < \frac{4 M_1 M_2 E_1}{(M_1 + M_2)} \end{cases}$$

Y un rendimiento de erosión dado por:

$$Y = \frac{\Phi(E, \phi) d\Omega dE}{\Phi(E, \phi)} = \frac{\pi^2 a_0^2 N^{2/3}}{4e} \frac{E_r}{E_0} \frac{M_1 (Z_1 Z_2)^{5/6}}{(M_1 + M_2)} \sec \theta \quad (A.7)$$

Esta relación está limitada, debido a las aproximaciones hechas a un intervalo de energías que va de 10^{-1} a 10^3 eV, para ángulos menores a 60° y para $M_z \geq M_1$.

Modelo de Sigmund

Sigmund considera la transferencia de energía de un ión primario a los átomos de un sólido isotrópico por medio de una colisión en cascada. Busca una forma de expresar Y con una dependencia en la sección eficaz de frenamiento $S_n(E)$, la eficiencia en la transferencia de energía $\alpha(M_z/M_1)$ y la energía de ligadura de la superficie U_0 y λ una constante calculable.

$$Y = (\lambda S_n(E) \alpha(M_z/M_1)) / U_0 \quad (A.8)$$

Utilizando la ecuación de transporte de Boltzmann y el poder de frenamiento,

$$\begin{aligned} -\frac{1}{V} \frac{\delta}{\delta t} F(E, E_0, t) &= N \int d\sigma [F(E, E_0, t) - F(E-T, E_0, t) - F(T, E_0, t)] \\ &+ NS_n(E) \frac{\delta}{\delta E} F(E, E_0, t) \end{aligned} \quad (A.9)$$

$$\left. \frac{dE}{dx} \right|_n = -NS_n(E) \quad \text{y} \quad S_n(e) = \int_0^{T_{\max}} T d\sigma \quad (A.10)$$

Para eliminar la dependencia temporal utilizó Sigmund el siguiente cambio de variable:

$$G(E, E_0) dE_0 = \psi dE_0 \int dt F(E, E_0, t) \quad (A.11)$$

Sigmund resolvió la ecuación resultante usando polinomios de Legendre y la aproximación al potencial del modelo atómico de Thomas-Fermi, que le permitió obtener una expresión para la sección eficaz de transferencia de energía y así llegar a proponer:

$$Y = \frac{3 F(E)}{4\pi^2 N C_0 U_0} \quad (A.12)$$

Donde N, C_0 y U_0 son determinadas para cada blanco, las características del proyectil entra en la función $F(E)$ que está dada por:

$$F(E) = \alpha(M_2/M_1) \left(\frac{dE}{dx} \right)_h = \alpha(M_2/M_1) N S_n(E) \quad (A.13)$$

Donde α es la función de transferencia de energía.

La concordancia con los resultados experimentales es excelente para $M_2 \leq M_1$. Pero la teoría sobre-estima α para blancos $\searrow$ pesados.

El modelo de Sigmund predice además la dependencia angular de Y , ya que a mayores ángulos con respecto a la normal la cascada de colisiones es más superficial y hay mayor probabilidad de que los átomos sean expulsados. Existe un ángulo máximo a partir del cual Y disminuye, que es cuando la transferencia de energía es muy pequeña. Si $M_2 \gg M_1$ la dependencia es $\sim \sec \theta$ Pero si $M_2 \sim M_1$ esta dependencia es $\sec^{5/3} \theta$.

Apéndice 2

Defectos Ópticos Asociados a la Conducción de Iones

Algunos de los factores que limitan las características reales del haz, asociados a los elementos ópticos de conducción son:

2.5.1 ABERRACION ESFERICA

Este defecto es causado por la no uniformidad del campo eléctrico, ya que cerca de los electrodos es sensiblemente mayor, lo que ocasiona que algunas partículas sean enfocadas en un punto más cercano a la lente que la posición del foco para rayos paraxiales.

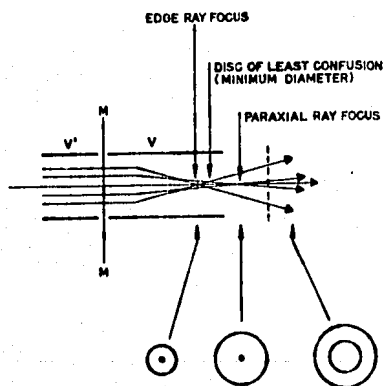


figura 2.14 diagrama de la aberración esférica

La aberración esférica es un factor crítico en la conducción del haz ya que una vez originada no se puede corregir por medios ópticos posteriores por lo que es imprescindible limitarla al máximo.

Para evaluar la aberración esférica se utiliza el disco de menor confusión, es decir el diámetro transversal menor del haz después de haber pasado por el elemento óptico, que en este caso está dado por $\phi_s = (1/4) C_s \alpha^3$, donde C_s es la constante de aberración esférica.

2.5.2 ABERRACION CROMATICA (DISPERSION DE MOMENTO)

Este efecto es referido a que tan sensible son las propiedades focales del instrumento a los diferentes valores de momentos de las partículas del haz, es decir, es un efecto que no esta relacionado únicamente con las características de la lente, sino también con las distribuciones de masa y energia del haz de iones.

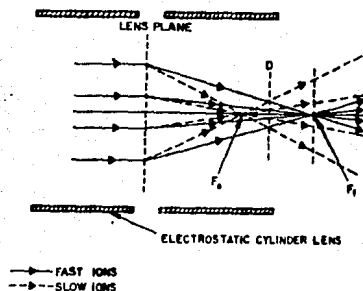


Figura 2.15 Diagrama de aberración cromática

Rizos y corrientes de fuga en la fuente de alimentación de voltaje, que pueden propiciar este tipo de aberración, pero pueden ser corregidos aprovechando que normalmente las lentes funcionan utilizando la razón entre voltajes de sus elementos deflectores, la cual será constante si la misma fuente alimenta a todas las superficies de la lente.

Para este caso el disco de mínima confusión está dado por $\delta s = C_s \frac{\Delta V}{V_0}$, donde ΔV es la dispersión de energía, V_0 la energía media de los iones y C_s la constante de aberración esférica.

2.5.3 ASTIGMATISMO ELIPTICO

Este tipo de aberración surge como resultado de que las aberturas de los lentes no sean circulares o que estén fuera del eje óptico del haz, ocasionando que la sección transversa del haz sea deformada a una elipse. Razón por la que es llamado

astigmatismo elíptico.

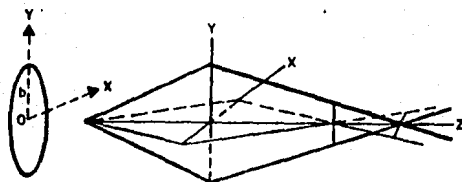


figura 2.10 diagrama de astigmatismo elíptico

Este error puede ser identificado observando la mancha del haz que en lugar de ser circular es elíptica y normalmente es debido a errores mecánicos en la construcción de la lente.

Su disco de mínima confusión está dado por $\delta_0 = C_0 \alpha$ donde el coeficiente C_0 es la constante de aberración debida al astigmatismo.

Esta forma de aberración puede ser corregida con el uso de un stigmator, que en su forma más simple, es un elemento n-polar de campos eléctricos arreglados alrededor del haz del cual se habló en la sección anterior.

2.5.4 DIFRACCION

Es el ensanchamiento del haz al pasar por una abertura pequeña. Este efecto es importante solamente en equipos de alta resolución por lo que normalmente es despreciado aunque no debe descartarse totalmente su presencia.

2.5.5 DISTORSION POR DEFLEXION —

En un haz de iones que pasa por un par de platos deflectores, debido a las diferentes velocidades de sus partículas, velocidades que dependen de su posición transversal con respecto al haz, crea que los iones sean desviados a diferentes ángulos de

entoque, actuando como una lente convergente de distancia focal f .

Este error es corregible haciendo la distancia entre el plato deflector y la lente anterior igual al foco, obteniéndose un haz — con un diámetro muy pequeño en ese punto.

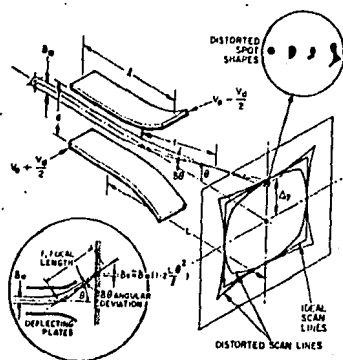


figura 2.17 diagrama de la distorsión por deflexión

Otro defecto asociado a la deflexión es la distorsión de la — línea de barrido, de una recta a una curva. Esta distorsión es — proporcional al ángulo de entrada del ion del primer juego de platos deflectores al segundo.

Cuando este efecto es severo reduce la precisión en la — localización de la mancha del haz en el blanco utilizando los potenciales de los platos deflectores.

Si los platos deflectores están muy juntos, entonces aparecen efectos de astigmatismo que distorsionan la mancha del — haz.

2.5.6 ABERRACION TOTAL

Por último, la aberración total causada por todas las anteriores, debido a que son efectos estadísticamente independientes unos de otros, es el valor cuadrático medio de su suma, es decir:

$$\text{Observada} = \left[\delta c^2 + \delta a^2 + \delta s^2 \right]^{1/2}$$

PRINT "Informe del Programa de resultados (Ext. por Opcion 1461)"; rest

err = rest + ".1461"

PRINT "Interest FOR OUTPUT AS #1"

PRINT #1; sin1;

FOR e1 = .3 TO .705 STEP .05

ene1% = ene1% + 1

PRINT USING "E1 = 1.000 Hz."; e1

PRINT #1, USING "E1 = 1.000 Hz."; e1

inc1 = 0

ae = e1

FOR ae = 0 TO .1 STEP dxs

IF ae <= 0 THEN EXIT FOR

IF UCASE\$(line) = "K" THEN sig = acpsark(e) ELSE sig = acpsar1(e)

IF ABS(e - u) / u <= .05 OR sig < 1E-25 THEN EXIT FOR

inc1 = inc1 + sig * EXP(-inc1 * dxs / COS(ang1))

sta = janni(sae, sa1, sa2, e)

ae = e - dxs * sta / COS(ang1)

NEXT ae

dxs = inc1 * dxs

FOR thk1 = 2.5 TO 40 STEP 2.5

thkn = thk1 * .000001; tk = tkk / 2.5

PRINT USING "t = 0.000001 s"; thkn

PRINT #1, USING "t = 0.000001 s"; thkn

ds = thkn / 100; ene1% = 0

e = e1

ncf = 0

FOR i = 0 TO thkn STEP ds

IF ae <= 0 THEN EXIT FOR

sta = janni(sae, sa1, sa2, e)

IF UCASE\$(line) = "K" THEN sig = acpsark(e) ELSE sig = acpsar1(e)

IF ABS(e - u) / u <= .05 OR sig < 1E-25 THEN EXIT FOR

ncf = ncf + sig * EXP(-ncf * ds / COS(ang1))

e = e - ds * sta / COS(ang1)

NEXT i

ncp = ncf * dt

r = ncp / dxs

PRINT USING " R = 2.00001"; r

PRINT #1, USING " R = 2.00001"; r

NEXT thk1

EXIT ae

LL NUBRICA

END

DE INFORMATICA

SELECT CASE ERR

CASE 0

PRINT "La Energia se Ha Vuelto Negativa."

RESUME NEXT

CASE 11

PRINT "¡Cuidado! Se Está Divitiendo Entre Cero."

RESUME NEXT

CASE 25, 27

LOCATE 1, 1

PRINT "La Inversora Está Apagada o No Tiene Fases."

RESUME

CASE 52

PRINT "Este Nombre de Archivo No es Valido. Debe Corregirlo."

PRINT "Debe Comenzar de Nuevo."

DO: LOOP UNTIL INKEY# 0

GOTO

RESUME

CASE 53

```

DO: LOOP UNTIL INKEY# < " "
RESUME
CASE 61
PRINT "El Pisco Esta Lleno, Cansado , Corria Cualquier Tacle."
DO: LOOP UNTIL INKEY# < " "
RESUME
CASE 62
PRINT "Esta Historia de Amor No es Valida, Debe Corregirse."
PRINT "Debe Comenzar de Nuevo."
DO: LOOP UNTIL INKEY# < " "
END
RESUME
CASE 63
PRINT "El Pisco no Esta Lleno."
PRINT "Introduzcalo a Baja la Palanca de la Unidad."
RESUME
CASE 76
PRINT "La Especificacion de Directorio No es Correcta."
PRINT "Debe Corregirla Después de Comenzar de Nuevo."
DO: LOOP UNTIL INKEY# < " "
END
RESUME
CASE ELSE
PRINT "Error No Detectable."
PRINT "Debe Comenzar de Nuevo."
DO: LOOP UNTIL INKEY# < " "
ON ERROR GOTO 0
END SELECT

```

FUNCTION: apasark (a)

```

a = a * 1600000 / 27.2115
atak = 2 * a / (a + 1) * 21
ak = 137.036 * SQRT(1 - 1 / (1 + a * (931.493 * a))) * 21
ak = 2 * a / (1 + a * 2)
ak = 2 * a / (1 + a * 2)
ak = 1.5 * ak = ak / csik
SELECT CASE ak
CASE IS >= 11
funk = 0
CASE 3 TO 11
funk = 2 * EXP(-2 * ak) / ak * 1.6
CASE ELSE TO 3
funk = EXP(-2 * ak) / (1.351 + .21 * ak + .5 * ak + .005 * ak - .009 * ak + 1.5 + .324 * ak * 2)
CASE 0 TO .035
funk = .75 * a * LOG(1 + ak * 2) - 1
CASE ELSE
PRINT "Error en el Calculo : End"
END SELECT
bk = 2 * funk / (thetak * csik * 2)
yk = (1 + 9 * csik + 21 * csik * 2 + 36 * csik * 3 + 12 * csik * 4 + 25 * csik * 5 + 4.2 * csik * 6 + .515 * csik * 7) / (1 + csik) * 9
dzetak = 1 + (2 * zk / (ak * thetak)) * yk - yk
IF 1 - 4 * (dzetak / csik) * 2 / (a * dzetak * thetak) < 0 THEN apasark = 0: GOTO 100
zetak = SQRT(1 - 4 * (dzetak / csik) * 2 / (a * dzetak * thetak))
azetak = 4 * (dzetak / csik) * 2 / (a * dzetak * thetak)
argai10 = 8 * yk * zk * (dzetak / csik) * 3 * (2 / zk) / (a * (dzetak * thetak) * 2 * (zetak * 2 * zetark))
argai10 = (EXP(-argai10) / (argai10 + 10)) * (1 + 10 / (argai10 + 10) * 2 + 10 * (10 - 2 * argai10) / (argai10 + 10) * 4 - 10 * (10 * argai10) / (argai10 + 10) * 6) * exp(16)
yk = .5 * (zk / c) * 2 / (csik / dzetak)
ak = SQRT(1 + 1.1 * yk * 2) * yk
yk = SQRT(100) * csik
yk = csik / dzetak
funk = (10 * zetark - 1) * (1 + zetark * 3 + (3 * zetark * 12 * (1 - zetark) * 9) / (2 * 2 * (3 - 1))

```


Apéndice 4 Datos Experimentales

Los datos experimentales obtenidos al examinar las muestras, antes y después de ser irradiadas, son los que aparecen en la siguiente tabla. En ella se indica con el subíndice a a las muestras no irradiadas, y con i a las ya expuestas a un haz de protones con la energía indicada en la segunda columna. En la última columna aparecen los espesores medido con la técnica PIXE.

Muestra	E(KeV)	Nx/(10pG)	C	t(Å)
Pi	700	61231±247	-	-
Pi	600	29235±171	-	-
Pi	500	10588±1094	-	-
1a	700	4298±49	0.0702±0.0011	810
1a	600	2337±31	0.0868±0.0016	805
1a	500	1203±19	0.1136±0.0018	815
1i	700	3781±41	0.0617±0.0009	710
1i	600	2274±15	0.0778±0.0009	720
2i	600	2291±25	0.0784±0.0012	725
2i	500	1163±16	0.1098±0.0022	790
2i	500	1147±16	0.1083±0.0023	780
2a	700	4786±49	0.0781±0.0011	905
2a	600	2797±31	0.0957±0.0016	900
2a	500	1377±19	0.1301±0.0028	950
2i	700	3298±41	0.0538±0.0009	615
2i	700	3352±41	0.0547±0.0009	625
2i	600	1864±25	0.0638±0.0009	590
2i	600	1860±25	0.0636±0.0012	590
2i	500	975±16	0.0921±0.0022	660
2i	500	996±16	0.0941±0.0023	680
P2	700	61218±247	-	-
P2	600	29094±171	-	-
P2	500	10869±105	-	-
P2	400	3266±33	-	-
3a	700	4465±47	0.0729±0.0011	840
3a	600	2595±29	0.0892±0.0011	830
3a	500	1279±18	0.1177±0.0026	860
3i	700	3021±39	0.0493±0.0008	575
3i	700	3105±39	0.0507±0.0008	590
3i	600	1657±25	0.0570±0.0015	540
3i	600	1686±24	0.0580±0.0015	540
3i	500	880±15	0.0810±0.0020	590
3i	500	902±15	0.0830±0.0020	600
3i	400	343±7	0.1050±0.0030	560
3i	400	346±7	0.1059±0.0030	565

4a	700	4341±47	0.0709±0.0011	825
4a	600	2506±29	0.0861±0.0010	800
4a	500	1184±17	0.1089±0.0027	800
4i	700	4381±47	0.0716±0.0011	835
4i	700	4211±46	0.0688±0.0010	800
4i	600	2369±28	0.0814±0.0019	750
4i	600	2410±28	0.0828±0.0019	770
4i	500	1158±17	0.1065±0.0024	770
4i	500	1150±17	0.1058±0.0024	760
4i	400	436±8	0.1335±0.0038	715
4i	400	447±8	0.1369±0.0038	730
5a	700	4392±47	0.0717±0.0011	835
5a	600	2528±29	0.0869±0.0010	805
5a	500	1240±18	0.1141±0.0025	840
5a	400	469±8	0.1436±0.0039	770

Apendice 5

Componentes del Cañón de Iones

El cañón de iones esta compuesto principalmente por seis partes principales fabricadas con acero inoxidable y cerámica como aislante.

1) Cubierta principal

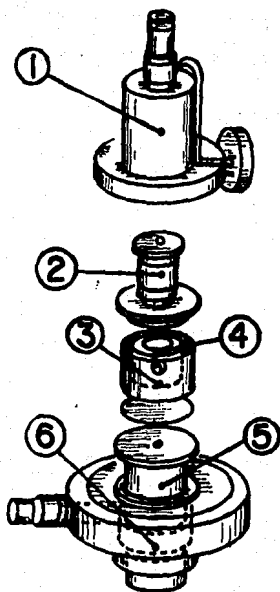
2) Tapa superior de la cámara de ionización.

3) Cátodo

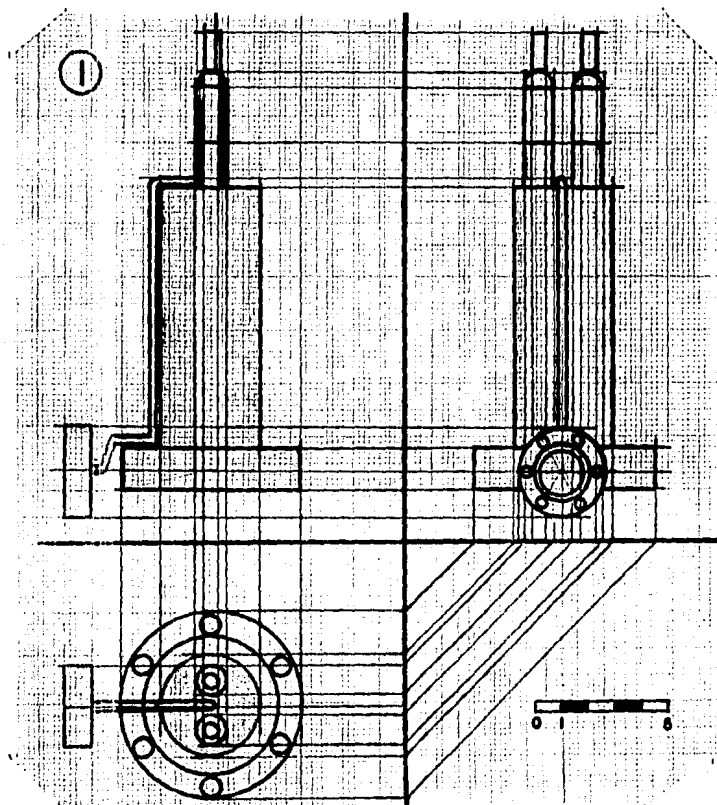
4) Anodo

5) Primera sección de la lente Einzel. —

6) Base principal



D Cubierta Principal



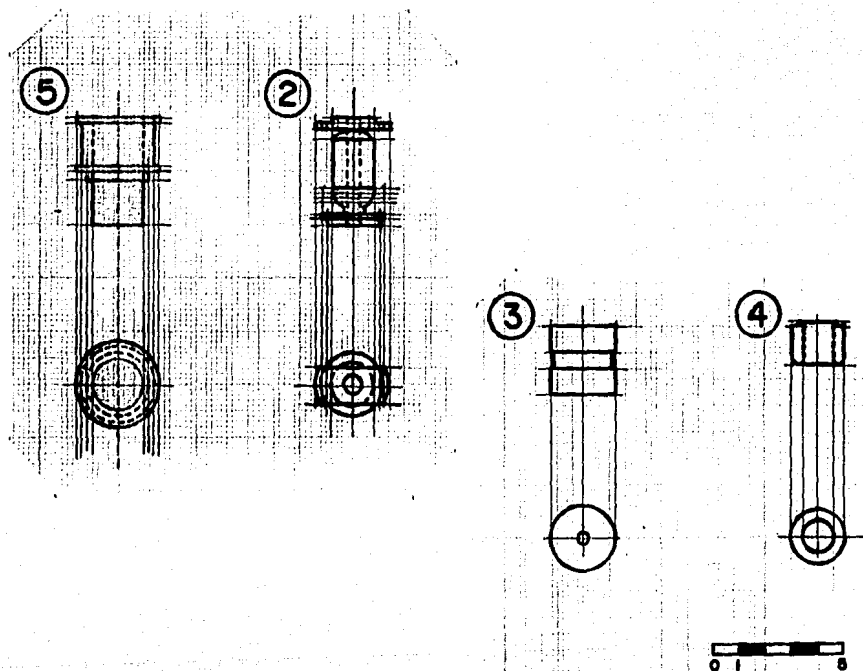
Es la parte exterior del cañón de iones, recubre a la cámara de ionización y la aísla del exterior. En su parte latero-superior[?] se localizan dos electrodos que conectan a la fuente de voltaje con la cámara de ionización. Se encuentran aislados del resto del cuerpo por medio de cerámicas. El gas se introduce por ~~atraves~~[?] de un orificio que se encuentra en la tapa superior, en medio de los electrodos. De este último se desprende un tubo de pequeño calibre que se conecta directamente a la válvula de aguja.

2) Tapa superior de la Cámara de ionización

3) Cátodo

4) Anodo

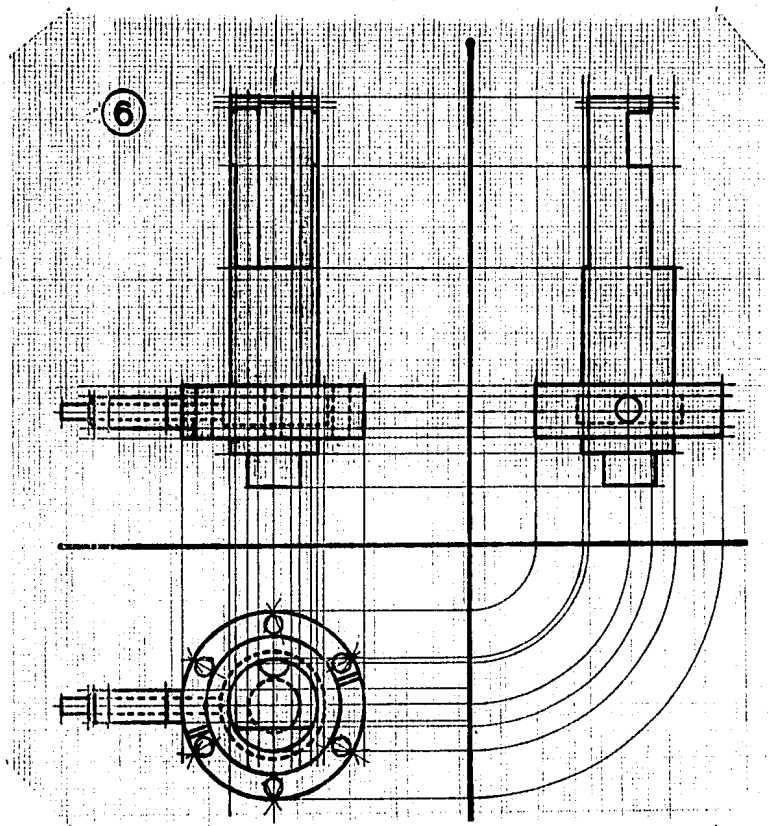
5) Primera sección de la lente Einzel -



Las partes 2,3 y 4 forman la cámara de ionización. El cátodo está sujeto por medio de tres tornillos colocados alrededor del anodo, aislados de este por medio de cerámicas. La sección 2 tiene además una extensión por la cual es introducido el gas a la cámara de ionización. Su interior se encuentra protegido contra depósitos de material conductor por medio de un tubo de cuarzo, el cual puede ser removido fácilmente.

La sección 5 es la primer sección de la lente Einzel, la cual es removible para facilitar la limpieza del cañón. Se encuentra referido a tierra, así como toda la estructura de la cubierta principal.

5) Base Principal —



La base principal da soporte a las piezas 2,3,4 y 5, así como también el electrodo intermedio de la lente Einzel, el cual puede tener potenciales hasta de 10KeV.

Junto con la base principal forman la unión entre el cañón y la cámara de dispersión.

Referencias

- 1) Grove W. E. (1932). Trans. Roy. Soc. (London) 142, 87. —
- 2) Gunterschulza A. and Meyer K. (1931) Zeitsf. Physik. 71, 279; 69, 607.
- 3) Penning F. M. and Moubis J. H. A. (1940) Konink. Ned. Akad. Wetenschap. Proc. 43, 41.
- 4) Weljsesteld CH. and Hoogendoorn A. (1962) Proc. Fifth Conf. on Ionization Phenomena in Gases, Munich (1961), 1, 124. North Holland Publishing Co. Amsterdam.
- 5) Fetz H. (1942) Zeitsf. Phy. 119, 590. — *Z. Phys.*
- 6) Seeliger and Sommermeyer K. (1935) Zeitsf. Physik 93, 692. —
- 7) Smith H. P., De Michele D. W. and Khan J. H. (1963) J. Appl. Phys. 36, 1932.
- 8) Townsend Kelly Hartley. "ION IMPLANTATION, SPUTTERING AND THEIR APPLICATIONS" Academic Press.
- 9) Hensicke E. B. (1962) J. Appl. Phys. 33, 1773.
- 10) Almen G. and Bruce G. (1961) Nuclear Instr. and Methods 11, 237.
- 11) Molchanov V. A. and Telkovskii V. G. (1962) Acad. Sci. USSR. Phys. Ser. (1963) 26, 1381.
- 12) Genter and Colligon. "ION BOMBARDMENT OF SOLIDS" H. E. B. 1969.
- 13) Septier, Albert. (1967) "FOCUSING OF CHARGED PARTICLES" Academic Press.
- 14) Deamaley, Freeman, Nelson and Stephen. "ION IMPLANTATION". Nord Holland Publishing Co. 1973.
- 15) Feldman L., Mayer J. W. "FUNDAMENTALS OF SURFACE AND THIN FILM ANALYSIS". North Holland Publishing Co. Amsterdam 1986.
- 16) Vargas, Cruz and Montenegro. Radiation Effects 1984, 84, 23. ?
- 17) Montenegro, Cruz and Vargas, Physics Letters, 92, 195.
- 18) Thompson M. W. (1968) Philosophical Magazine. 18, 371
- 19) Sigmund P. (1969) Physical Rev. 184, 383. *Phys. Rev.*
- 20) Yonts O.G., Normand C. E. and Harrison Bon E., (1960). Journal of Applied Physics 31, 3 *J. Appl. Phys.*
- 21) Southern A. L., Willis W. Rand Robinson M. T., (1963), Journal of Applied Physics 34, 1
- 22) Rot P. K., Flutt J. M. and Kistemaker J. (1960), Physica 26, 1000

*E.C. Montenegro,
S.A. Cruz y
C. Vargas-Alvar*

- 23) Williams J. S. and Poate J. M., "ION IMPLANTATION AND BEAM PROCESSING", Academic Press 1984.
- 24) Javier Miranda M., Tesis de Licenciatura, 1984 U.N.A.M.
- 25) Luis Rodriguez F., Tesis de Licenciatura, 1988 U.N.A.M.
- 26) Juan Carlos Cheang W., Tesis de Licenciatura 1988 U.N.A.M.
- 27) Javier Miranda M., Tesis Doctoral 1988 U.N.A.M.
- 28) Brian Chapman, "GLOW DISCHARGE PROCESSES. SPUTTERING AND PLASMA ETCHING", W.S. 1980.
- 29) Wilson. Brewer and Krieger, "ION BEAMS WITH APPLICATIONS TO ION IMPLANTATION", W.S. 1973.
- 30) Dearnaley G., Freeman R. S., Nelson R. S. and Stephen J., "ION IMPLANTATION", M.H.P.C.
- 31) Biersack J. P. (1987) Nuclear Instruments and Methods in Physics Research. 27, 21. Nud. Instr. and
Meth. B27
(1987)21
- 32) Musket R. G. and Bauer W., (1972) Journal of Applied Physics 43,4786.
- 33) Christensen L. J., Khan J. M. and Braunner W. F., (1967) The Review of Scientific Instruments 38,1
- 34) Werner H. W. and Garten R. P. (1984) Rep. Prog. Phys. 47, 221
- 35) Knoll G. F. "RADIATION DETECTION AND MEASUREMENT", W.S., 1979.
- 36) ORTEC 7000 Series SIC(LI) X-Ray Detector Description.
- 37) The model AN700 Positive Ion Accelerator, HIGH VOLTAGE ENGINEERING, Instruction Manual.
- 38) Schuurman W. (1967), Physica 36,136
- 39) Juan Santana Corte, Tesis de Licenciatura 1990 U.N.A.M.
- 40) Oliver A., Miranda J., López K., Mercado F. y Flores A. H. (1988) Instrumentación y Desarrollo 2, 39
- 41) Brissaud L., Frontier J. P. and Pegnier P. (1985), Nuclear Instruments and Methods in Physics Research. 12,235.
- 42) Jakšić M., Vajić M. and Pegnier P. (1989), Nuclear Instruments and Methods in Physics Research. 40,643.
- 43) Janni J. F. (1982), At. Data and Nucl. Data Tables 27,147,341.
- 44) Burr A. F. "HANDBOOK OF CHEMISTRY AND PHYSICS" Academic Press 1975.
- 45) Brandt W. y Lapicki G., (1981), Phys. Rev. A23. 1717.