



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

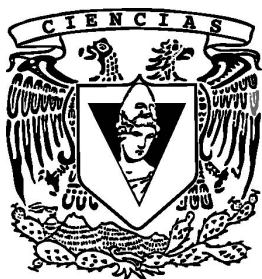
FACULTAD DE CIENCIAS

CRECIMIENTO Y CARACTERIZACIÓN DE PELÍCULAS
DELGADAS DE TUNGSTENO Y NÍQUEL CON
APLICACIÓN COMO MODERADORES DE
POSITRONES

T E S I S
QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE
F Í S I C O

P R E S E N T A :

MIGUEL PÉREZ FLORES



DIRECTOR DE TESIS:
DR. OSCAR GENARO DE LUCIO MORALES

2014



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta 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.

1. Datos del alumno

Pérez
Flores
Miguel
5544800104
Universidad Nacional Autónoma de México
Facultad de Ciencias
Física
307259882

2. Datos del tutor

Dr
de Lucio
Morales
Oscar Genaro

3. Datos del sinodal 1

Dra
Ortega
Bernal
María del Pilar Constanza

4. Datos del sinodal 2

Dra
López
Suárez
Alejandra

5. Datos del sinodal 3

Dr
Martín
del Campo
Javier Miranda

6. Datos del sinodal 4

M en C
Morales
Morales
Juan Gabriel

7. Datos del trabajo escrito

Crecimiento y caracterización de películas
delgadas de Tungsteno y Níquel con aplicación como
moderadores de positrones
111 p
2014

*Dedicado a
mi familia*

Agradecimientos

En primer lugar quiero agradecer por todo el apoyo y enseñanzas a mi asesor el Dr. Oscar G. de Lucio.

Al personal del laboratorio del Acelerador Van de Graaff de 5.5 MV del IFUNAM, por todo su apoyo y tiempo.

A los miembros del jurado por su paciente revisión, comentarios, correcciones en este trabajo: Dra. M. del Pilar Constanza Ortega, Dra. Alejandra López, Dr. Javier Miranda y M. en C. Juan Gabriel Morales.

Al personal y encargados de cada uno de los laboratorios donde se realizó este trabajo, por su apoyo y enseñanzas: Laboratorio Central de Microscopía, Laboratorio de Preparación de Muestras, Acelerador Van de Graff 5.5 MV, Acelerador Van de Graff 0.7 MV y Laboratorio de Síntesis L-E-006 del grupo PLASNAMAT. Gracias a la UNAM y a todos de los que pude aprender.

Al Programa de Apoyo a Proyectos de Investigación e Innovación Tecnológica (PA-PIIT) de la UNAM TA100213. Agradezco a la DGAPA-UNAM.

Resumen

En el presente documento se describe el trabajo llevado a cabo durante la fabricación y posterior caracterización de películas delgadas de tungsteno y níquel, utilizando las técnicas de retrodispersión de Rutherford, microscopio electrónico de barrido, microanálisis con sonda de electrones (que forma parte del conjunto de espectroscopías de rayos X por dispersión de energía) asistida con microscopio electrónico y microscopía de fuerza atómica. El propósito a futuro de este trabajo es el poder fabricar películas que funcionen eficientemente como moderadores de positrones. Estos formarán parte de un sistema de análisis con positrones en el laboratorio Van de Graaff 5.5 MV del Instituto de Física de la UNAM.

Índice general

Agradecimientos	II
Resumen	III
Lista de figuras	VII
Lista de tablas	1
1. Introducción	2
2. Teoría	4
2.1. Positrones	4
2.1.1. Interacción positrones materia	5
2.1.2. Moderadores, eficiencia de moderación y función de trabajo . . .	12
2.1.3. Técnicas Experimentales Básicas	19
2.1.3.1. Tiempos de vida	20
2.1.3.2. Espectroscopía por aniquilación de positrones (PAS) .	23
2.2. Técnicas de vacío	27
2.2.1. Bombas de vacío	27
2.2.1.1. Bombas de vacío mecánicas rotatorias	28
2.2.1.2. Bombas de vacío difusoras	28
2.2.1.3. Bombas de vacío turbo-moleculares	30
2.2.2. Sensores de vacío	31
2.2.2.1. Sensor Termopar	31
2.2.2.2. Sensor Bayard-Alpert	31
2.2.2.3. Cátodo Frío	32
2.3. Fabricación de películas delgadas	33
2.3.1. Evaporación Térmica	33

2.3.2.	<i>Sputtering</i> (tungsteno)	33
2.3.2.1.	Interacción de iones con materia	34
2.3.2.2.	Eficiencia de <i>sputtering</i>	36
2.3.2.3.	<i>Sputtering</i> DC por magnetrón	39
2.3.3.	Cañón de electrones (níquel)	39
2.4.	Técnicas de análisis	41
2.4.1.	Técnicas de Análisis con Haces de Iones	41
2.4.2.	Fuentes de radiación	42
2.4.3.	Interacción radiación materia	42
2.4.4.	Detectores de partículas	43
2.4.4.1.	Detectores centelladores	46
2.4.4.2.	Tubos fotomultiplicadores	47
2.4.4.3.	Detectores semiconductores	48
2.4.4.4.	Detector de barrera superficial	48
2.4.5.	Electrónica asociada	49
2.4.6.	Aceleradores de partículas	50
2.4.6.1.	Acelerador Van de Graaff 5.5 MV	53
2.4.7.	Rutherford Backscattering Spectroscopy (RBS)	57
2.4.8.	Microscopía	61
2.4.8.1.	Microscopio Electrónico de Barrido (SEM)	61
2.4.8.2.	Micro análisis por sonda de electrones, parte de las espectroscopías de rayos X por dispersión de energía (EPMA-EDS)	62
2.4.8.3.	Microscopio de Fuerza Atómica (AFM)	64
3.	Desarrollo experimental	65
3.1.	Evaporación Térmica	65
3.2.	Cañón de electrones	67
3.3.	<i>Sputtering</i> de tungsteno	67
3.4.	Técnicas Analíticas con el uso de Iones	69
3.4.1.	Análisis de espectros RBS	69
3.5.	Microscopía	70
3.5.1.	SEM	70
3.5.2.	AFM	70
3.6.	Eficiencia de moderación	71

4. Resultados y Discusión	72
4.1. Técnicas Analíticas con el uso de Iones	72
4.1.1. Evaporación térmica de níquel	72
4.1.2. Cañón de electrones para níquel	81
4.1.3. <i>Sputtering</i> de tungsteno	83
4.2. Microscopía	87
4.2.1. SEM y EPMA	87
4.2.2. AFM	90
4.3. Eficiencia de moderación	92
5. Conclusiones	93

Índice de figuras

2.1. Fotografía de la aniquilación de un par positrón - electrón, donde se observa el fenómeno de producción de pares.[2]	5
2.2. Diagramas de Feynman que representan (a) proceso de aniquilación sin radiación (b) emisión de un rayo gamma (c) dos gammas (d) tres gammas, A^{2+} y A^+ representan los estados de carga del ion restante. Diagrama reproducido de [1].	6
2.3. Ilustración de las interacciones de positrones en un metal a nivel superficial y la representación en una dimensión del potencial para un positrón termalizado cerca de la superficie de un metal. Diagrama reproducido de [1].	7
2.4. Secciones eficaces de dispersión totales para electrones y positrones. . .	9
2.5. Secciones eficaces totales al hacer incidir e^+ en helio.	11
2.6. Diferentes geometrías de fuentes y moderadores. Los asteriscos representan las fuentes de positrones. [4]	18
2.7. Diagrama en que se muestra el modo de decaimiento del ^{22}Na	22
2.8. Ejemplo de un sistema de análisis de tiempos de vida de positrones. Donde las siglas SCA representan analizador mono-canal, del inglés <i>single channel analyzer</i>	23
2.9. Aniquilación y los fotones producidos; en el sistema del centro de masa (izquierda) y en el sistema de laboratorio (derecha).	24
2.10. Esquema que representa el sistema utilizado en las espectroscopías por aniquilación de positrones. PMT representa tubo foto-multiplicador, HP-Ge representa un detector de germanio hiper puro y NaI(Tl) es yoduro de sodio dopado con talio.	25
2.11. Diagrama de una bomba mecánica rotatoria. Basado en las figuras de [20]	29
2.12. Diagrama esquemático de las partes principales de una bomba de difusión. Basado en [20]	29

2.13. Esquema que ilustra las partes de una bomba turbo molecular.	30
2.14. Representación del sensor termopar. [20]	31
2.15. Representación del sensor Bayard - Alpert. [20]	32
2.16. Principales efectos en la interacción ion solido.	35
2.17. Figuras que representan los regímenes: a) <i>knock-on</i> , b) lineal y c) de “zona caliente” o <i>spike</i>	36
2.18. Dependencia de la eficiencia de Sputtering con el ángulo.	37
2.19. Diagrama de la fuente de <i>sputtering tipo magnetrón</i> . Basado en las figuras de [23]	40
2.20. Sistema particular utilizado en la evaporación con cañón de electrones. Basado en las figuras de [21].	41
2.21. Circuito equivalente de un detector.	44
2.22. Definición de la resolución con base en el FWHM.	44
2.23. Geometría de un detector frente a una fuente puntual.	45
2.24. Diagrama que ilustra las diferencias entre un detector paralizable (abajo) y no paralizable (arriba) más claramente.	46
2.25. Representación del detector de barrera superficial. Se puede observar que el volumen de silicio tiene dos películas metálicas, que funcionan como electrodos. [20]	49
2.26. Gráfica de Livingston que muestra la evolución en la energía para algunos aceleradores. [31]	52
2.27. Esquema de las partes del acelerador Van de Graaff 5.5 MeV del IF. . .	54
2.28. Diagrama del tubo donde se ioniza el gas.	56
2.29. Representación de la fuente de iones localizada dentro de la fuente de alta tensión.	56
2.30. Ilustración esquemática de los parámetros en RBS	59
2.31. Gráfica que muestra el cambio del factor cinemático de dispersión como función del ángulo para diferentes elementos.	60
2.32. Representación de un microscopio electrónico de barrido.	63
2.33. Representación de los niveles de energía atómicos y las transiciones. [20]	63
2.34. Esquema básico del aparato AFM	64
3.1. Configuración de mallas de W y láminas de Ni. Se observan los medios- cilindros metálicos, usados para prensar las mallas.	65
3.2. Sistema utilizado en la evaporación térmica.	66

3.3.	Representación del sistema de <i>sputtering</i> con cada una de sus partes. . .	68
3.4.	Representación del sistema utilizado para obtener los espectros RBS. . .	69
4.1.	Espectro RBS y simulación para la muestra 1 de evaporación térmica colocada arriba de las mallas. Los espectros se obtuvieron en las posiciones de a) 5 mm, b) 15 mm, c) 25 mm, d) 35 mm, e) 45 mm y f) 55 mm. . .	73
4.2.	Espesores para la película de níquel 1 colocada arriba de las mallas. . .	74
4.3.	Espectro RBS y simulación para la muestra 1 de evaporación térmica colocada abajo de las mallas. Los espectros se obtuvieron en las posiciones de a) 5 mm, b) 15 mm, c) 25 mm, d) 35 mm, e) 45 mm y f) 55 mm. . .	75
4.4.	Espesores para la película de níquel 1 colocada abajo de las mallas. . .	76
4.5.	Espectro RBS y simulación para la muestra 5 de evaporación térmica colocada arriba de las mallas. Los espectros se obtuvieron en las posiciones de a) 20 mm, b) 37 mm y c) 54 mm.	77
4.6.	Espesores para la película de níquel 5 por evaporación térmica colocada arriba de las mallas.	78
4.7.	Espectro RBS y simulación para la muestra 5 de evaporación térmica colocada abajo de las mallas. Los espectros se obtuvieron en las posiciones de a) 20 mm, b) 37 mm y c) 54 mm.	79
4.8.	Espesores para la película de níquel 5 por evaporación térmica colocada abajo de las mallas.	80
4.9.	Espectro RBS y simulación para el vidrio usado como sustrato.	80
4.10.	Espectro RBS y simulación de: a) La película de níquel de la primer evaporación por cañón de electrones sobre silicio, b) la película de níquel de la primer evaporación por cañón de electrones sobre vidrio y b) vidrio usado como sustrato.	81
4.11.	Espectros y simulación para la muestra de tungsteno 3 fabricada por <i>sputtering</i> . En la posición a) 11 mm, b) 37 mm y c) 63 mm.	83
4.12.	Espesores para la película de Tungsteno 3. Las líneas no representan una tendencia sólo el orden de los puntos.	84
4.13.	Espectro RBS y simulación para la película de tungsteno 5 fabricada por <i>sputtering</i> . En la posición horizontal sobre la muestra de: a) 28 mm y b) 46 mm.	84
4.14.	Espectro RBS y simulación para la película de tungsteno 5 fabricada por <i>sputtering</i>	85

4.15. Imagen obtenida por microscopio de barrido SEM del perfil de las películas de Tungsteno fabricadas.	87
4.16. Espectro EPMA-EDS. Donde se muestran las transiciones de cada pico	88
4.17. Imagen obtenida por microscopio de barrido SEM, del perfil de láminas comerciales de tungsteno.	89
4.18. Imágenes obtenidas por AFM de las superficies de las muestras de níquel fabricadas por cañón de electrones. Con las siguientes escalas: a) $10\ \mu\text{m}$ x $10\ \mu\text{m}$, b) $5\ \mu\text{m}$ x $5\ \mu\text{m}$, c) $5\ \mu\text{m}$ x $5\ \mu\text{m}$ y d) $5\ \mu\text{m}$ x $5\ \mu\text{m}$	90
4.19. Imagen obtenida por AFM de la superficie de la película de tungsteno 5 fabricada por <i>sputtering</i> sobre vidrio. Las superficies de análisis son: a) $15\ \mu\text{m}$ x $15\ \mu\text{m}$ y b) $796\ \text{nm}$ x $796\ \text{nm}$	91

Índice de tablas

2.1. Isótopos emisores de positrones y algunas de sus características. [1] . . .	13
2.2. Funciones de trabajo negativas para algunos metales. [14]	16
2.3. Eficiencias de moderación para algunos materiales. [14]	16
2.4. Moderadores usados en algunos sistemas.	21
2.5. Tiempos de vida de positrones en diferentes elementos. Tiempos experimentales y teóricos (Modelo BN-WDA, como se cita en [19]).	24
2.6. Comparación de la eficiencia de <i>sputtering</i> , experimental y teórica, para Ar a 600 eV. [25]	38
3.1. Resumen de las características de cada muestra fabricada por evaporación térmica.	66
3.2. Datos de los depositos de Ni por cañón de electrones	67
3.3. Resumen de los datos de cada una de las muestras fabricadas por <i>sputtering</i> . 69	
4.1. Espesores para las películas de níquel fabricadas por evaporación térmica. 85	
4.2. Espesores para las películas de níquel fabricadas por cañón de electrones. 85	
4.3. Tabla con la información de cada una de las películas de tungsteno, obtenida por RBS.	86
4.4. Descripción de los sistemas de moderación estudiados y su eficiencia de moderación relativa.	92

Capítulo 1

Introducción

El presente trabajo trata de la fabricación de películas delgadas para su uso como moderadores de positrones. Los haces de positrones son usados en una amplia variedad de técnicas de análisis, una parte importante de estos sistemas son los moderadores. Éstas partículas interactúan de diversas maneras con la materia, por ejemplo pueden ser aniquilados, aunque este fenómeno depende de la velocidad de los positrones.

De manera general, los moderadores funcionan como filtros para positrones provenientes de fuentes naturales, son útiles ya que cuando son emitidos de fuentes naturales tienen un amplio espectro de energías.

En las técnicas de fabricación y caracterización se utilizan también sistemas de vacío, compuestos por bombas y sensores de vacío.

Las técnicas de fabricación de las películas de níquel y tungsteno, incluyen evaporación térmica y cañón de electrones para níquel y *sputtering*¹ para el tungsteno.

La evaporación térmica y el cañón de electrones consisten en calentar el material hasta evaporarlo y poderlo depositar en el sustrato. En el caso de la evaporación térmica este calentamiento se consigue por medio de un filamento, al que se hace pasar una corriente. Mientras que en el caso del cañón de electrones se logra al hacer incidir un haz de electrones de alta corriente sobre el material.

Por otro lado, la técnica de *sputtering* consiste en producir un plasma, los iones del plasma erosionan el material que luego se deposita en los sustratos. Tiene la ventaja de ser una técnica más rápida, con tasas de depósito mayores, que las dos anteriores. Por esta razón se utilizó con el tungsteno, que este material tiene una temperatura de fusión y evaporación muy alta, de hecho la mayor para los metales. En particular se

¹En inglés esta técnica es llamada *sputtering*, en español tiene nombres como erosión iónica, pulverización catódica, entre otros. En adelante se usará el nombre de *sputtering* para referirse a ésta.

utilizó un sistema de *sputtering* con magnetrón.

Las técnicas de análisis utilizadas son retrodispersión de Rutherford (RBS), microscopía electrónica de barrido (SEM), micro-análisis por sonda de electrones (EPMA)² y microscopía de fuerza atómica (AFM).

La técnica de RBS consiste en hacer incidir un haz de partículas sobre la muestra, que al ser dispersadas y detectadas permite conocer, con algunas limitaciones, la composición elemental y el espesor de la muestra. De esta manera se usó la información de RBS para medir los espesores de las películas y saber si se depositó algún otro material.

Finalmente las técnicas de microscopía nos permitieron determinar si las películas son lo bastante uniformes como para usarse como moderadores. Especialmente la técnica de EPMA-EDS fue útil para conocer con precisión los elementos presentes en la película.

²Forma parte del conjunto de espectroscopías de rayos X por dispersión de energía (EDS).

Capítulo 2

Teoría

2.1. Positrones

El positrón es un fermión, ya que tiene un espín de un medio. Su masa, vida media y relación giromagnética son iguales a las del electrón, además tienen la misma magnitud de carga eléctrica pero de signo opuesto. [1] El positrón es una anti partícula, una de las propiedades que caracteriza a las anti partículas es que al entrar en contacto con sus partículas respectivas, ambas se aniquilan. De esta manera la materia se convierte en energía. La existencia del positrón fue propuesta inicialmente por Dirac en 1930, mientras desarrollaba un modelo de la mecánica cuántica que pudiera incluir la teoría de la relatividad. Fue así que encontró que en el conjunto de las soluciones a la ecuación de onda existían también soluciones con energías negativas. En un comienzo Dirac propuso que estos estados podían llenarse con partículas con carga y masa positiva, siguiendo el principio de Pauli, por lo que inicialmente pensó que estas partículas podían tratarse de protones.

Fue en 1933 que Anderson descubrió experimentalmente al positrón, cuando observaba el paso de la radiación cósmica en una cámara de niebla (su trabajo es el primer artículo publicado sobre este tema), y poco tiempo después Blackett y Occhilian confirmaron este resultado al observar un fenómeno que actualmente se le refiere como producción de pares [1], como se observa en la figura 2.1.

Los positrones se usan en la ciencia de diversas maneras. Por ejemplo en física teórica fundamental incluye la formación de átomos de antihidrogeno neutro, que es usado para comprobar efectos relacionados con la teoría QED (*Quantum electrodynamics*¹),

¹Electrodinámica cuántica en español.

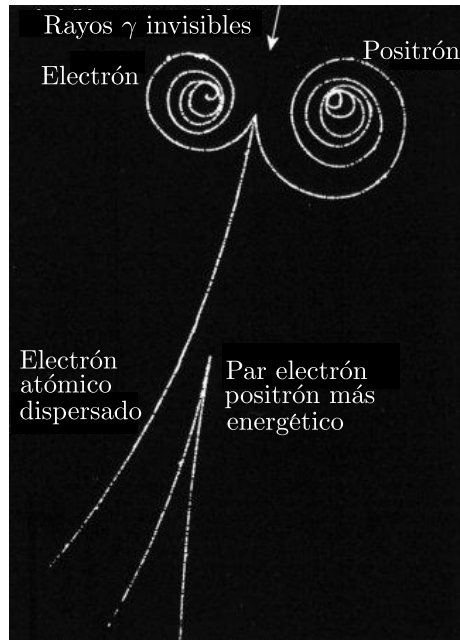


Figura 2.1: Fotografía de la aniquilación de un par positrón - electrón, donde se observa el fenómeno de producción de pares.[2]

se utilizan también en estudios sobre la acción de la gravedad sobre la antimateria y con ellos se pueden realizar algunas pruebas concernientes al teorema CPT. El uso de haces de positrones en aplicaciones tecnológicas es amplio e incluyen Tomografía por Emisión de Positrones (PET) para el estudio de procesos metabólicos, y la caracterización de materiales como en la manufactura de chips. [3]

2.1.1. Interacción positrones materia

En general las interacciones posibles y de interés entre positrones y materia incluyen la excitación electrónica, la formación de positronio, la ionización, las excitaciones rotacionales y vibracionales de átomos y moléculas, además de procesos de aniquilación. [3]

Cuando un positrón se encuentra con materia normal es posible que se aniquile con un electrón. En este caso, el tiempo de aniquilación es proporcional a la densidad local de electrones. Por ejemplo, en materia condensada la vida media es típicamente menor a 500 ps, aunque en algunos sistemas gaseosos puede tomar $\sim 10^2$ ns para llegar a energías térmicas. Existen diferentes modos en que puede ocurrir la aniquilación de un positrón con materia. Puede ocurrir un fenómeno sin radiación, la emisión de un

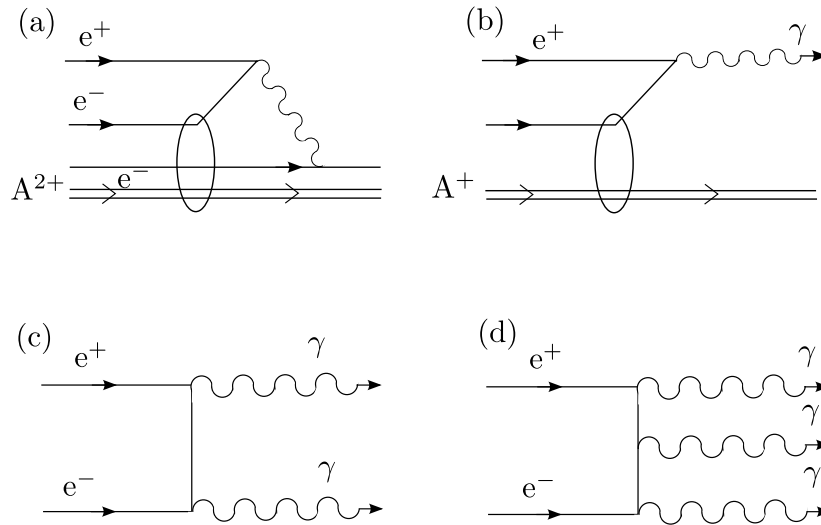


Figura 2.2: Diagramas de Feynman que representan (a) proceso de aniquilación sin radiación (b) emisión de un rayo gamma (c) dos gammas (d) tres gammas, A^{2+} y A^+ representan los estados de carga del ion restante. Diagrama reproducido de [1].

rayo gamma o la emisión de dos rayos gamma; este último modo de aniquilación es el dominante. [1] Estos casos se representan en la figura 2.2.

Cuando los positrones primarios y energéticos inciden sobre un sólido pierden energía rápidamente por medio de colisiones inelásticas con los electrones. Un positrón con algunos keV se termaliza (~ 40 meV) con el medio en ~ 1 ns. [4] Cuando los positrones inciden sobre un sólido se termalizan primero ionizando electrones internos, después generan oscilaciones de plasma, crean pares electrones - hoyos y finalmente pierden energía por producción de fonones. [4]

Entre los positrones incidentes existen algunos que no logran termalizarse, se les conoce como “calientes” o “epitermales”. [4]

Cuando un positrón incide en materia puede formar sistemas o ser dispersado por los electrones o las moléculas. En general el proceso de aniquilación es mucho menos probable comparado con la dispersión para positrones. [3]

Cuando los positrones incidentes tienen poca energía, los rayos gamma producidos por la aniquilación son casi colineales y con energía cada uno cercana a 511 keV. [1] En el momento de aniquilación la separación entre el positrón y el electrón, $r \sim \hbar/mc$, es mucho menor al radio de Bohr. Por esto se considera que la aniquilación ocurre en un punto. [3]

Estos efectos se ilustran en la figura 2.3, donde se observan los fenómenos de difusión,

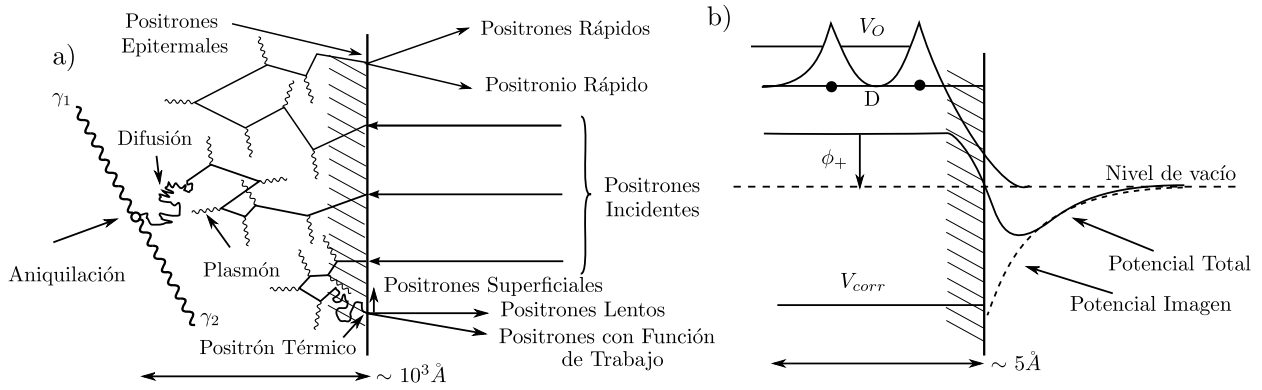


Figura 2.3: Ilustración de las interacciones de positrones en un metal a nivel superficial y la representación en una dimensión del potencial para un positrón termalizado cerca de la superficie de un metal. Diagrama reproducido de [1].

reemisión, la pérdida de energía por fonones y la aniquilación. También se muestra la reemisión de positrones rápidos, superficiales, lentos y positrones con energía de función de trabajo. Más adelante se habla sobre el diagrama de potenciales.

Un hecho importante relacionado con el positrón es el descubrimiento del estado base que puede formar esta partícula con un electrón. Este sistema es análogo al átomo de hidrógeno, en el cual se reemplaza el protón por un positrón. La existencia de esta estructura fue propuesta en un principio por Mohorovicic en 1934. Tiempo después este sistema fue llamado Positronio (Ps) por A. Ruark en 1945 y descubierto por M. Deutsch en 1951, mientras realizaba estudios sobre la aniquilación de positrones en gases. [1]

Como se mencionó antes, el positronio es una estructura similar al hidrógeno. Debido a que su masa reducida corresponde a $m_e/2$, sus niveles de energía corresponden a la mitad del valor que del hidrógeno; la energía del estado base es aproximadamente de 6.8 eV. El tamaño del positronio es el mismo que el del átomo de hidrógeno, 3Å de diámetro. [5] Por otro lado, la estructura fina e hiperfina son muy diferentes, en parte debido a la extrema diferencia del momento angular magnético del positrón, 658 veces la del protón. [1]

Existen dos estados en los que puede existir el positronio: singulete ($S=0$) y triplete ($S=1$); para-positronio cuando los espines son anti paralelos y orto-positronio cuando sus espines son paralelos. Esta diferencia en el espín provoca también una diferencia en los niveles de energía y en los tiempos de vida de cada tipo de positronio. El modo de aniquilación es diferente para los dos tipos de positronio. En el estado base ($L=0$) del para-positronio la aniquilación produce una cantidad de rayos gamma par, mientras

que el estado base del orto positronio produce una cantidad impar de rayos gamma. [1] El proceso con menor cantidad de rayos gamma domina entre todos los modos posibles. Además el tiempo de vida del para - positronio es de $\tau_{p-Ps} = 0.125$ ns, mientras que el tiempo de vida del orto - positronio es de $\tau_{o-Ps} = 142$ ns. [3]

En medios materiales el positrón del Positronio puede aniquilarse con electrones del medio que tengan espines anti paralelos. Este proceso se llama aniquilación *pick-off*, que en el o-Ps hace que su tiempo de vida sea menor, de unos cuantos ns. [5]

Tiempo después del descubrimiento del positrón se comenzó a pensar en las diferentes estructuras de las que podía formar parte, como las estructuras de varios electrones y positrones (polyelectrons). Wheeler fue uno de los primeros en proponer la existencia de un estado ionizado del positronio (Ps^-) en 1946, que posteriormente fue descubierto por A. Mills en 1981 [6], después del desarrollo de los haces de positrones.

Una observación importante para el uso de positrones en física de estado sólido fue descubierto en 1949 por DeBenedetti y sus colaboradores, quienes encontraron que la emisión de los dos rayos gamma en una aniquilación de un positrón en la materia no son colineales, ya que pueden desviarse unos pocos miliradianes. Básicamente esta desviación se debe al movimiento del electrón en el átomo.

Otro efecto importante en la aniquilación de positrones, descubierto por DuMond, Lind y Watson en 1949, y que se produce por el movimiento del electrón en el átomo es el ensanchamiento Doppler. En este caso se observa un desplazamiento en el espectro de energías detectadas por la aniquilación. Estas investigaciones fueron la base para desarrollar los métodos actuales usados en física de estado sólido con positrones. [1]

Como se ha mencionado, el modo de aniquilación más probable es el proceso en que se emiten dos rayos gamma. En este caso, la sección eficaz de aniquilación (más adelante se trata con más detalle el significado de la sección eficaz), para velocidades mucho menores a c y obtenida por Dirac en 1930, es:

$$\sigma_{2\gamma} = 4\pi r_0^2 c/v \tag{2.1}$$

Donde v es la velocidad del positrón relativa al electrón, r_0 es el radio clásico del electrón. [1]

Es posible comparar haces de positrones con haces de electrones para diferentes energías, aunque existen diferencias básicas en las interacciones que pueden tener con la materia. Los positrones presentan repulsión con los núcleos atómicos mientras que los electrones son atraídos, además de que solo los positrones pueden aniquilarse en materia

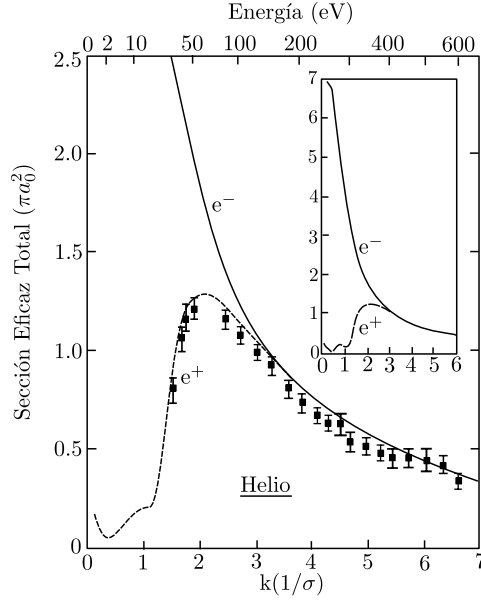


Figura 2.4: Secciones eficaces de dispersión totales para electrones y positrones.

normal y tienen la capacidad de formar positronio. Tienen en común que ambos son capaces de crear excitaciones y de ionizar algunos materiales. De esto se habla más adelante. En la figura 2.4 se muestran y comparan las secciones eficaces de protones y electrones, al hacerlos incidir en un blanco de ${}^4\text{He}$.

En el intervalo de bajas energías, los positrones tienen un pequeño alcance en el átomo. En general, cuando el positrón se encuentra fuera del átomo, produce una polarización en la nube electrónica, dando como resultado un potencial atractivo de polarización:

$$V(r) = -\alpha_d e^2 / 2r^4 \quad (2.2)$$

Donde α_d es la polarizabilidad dipolar del átomo. La forma asintótica de esta función es idéntica para electrones. [3]

La manera de cuantificar la probabilidad de que cierta interacción ocurra, en la colisión de partículas, es por medio de la sección eficaz. Formalmente se puede definir la sección eficaz diferencial $d\sigma/d\Omega$ como la fracción de partículas dispersadas N_d dentro de una sección de ángulo sólido $d\Omega$ por unidad de tiempo y por unidad de flujo F , cuando se hace incidir un haz uniforme sobre un blanco. [7]

$$\frac{d\sigma}{d\Omega}(E, \Omega) = \frac{1}{F} \frac{dN_s}{d\Omega} \quad (2.3)$$

Para obtener la sección eficaz de dispersión total es necesario integrar sobre todos los ángulos sólidos. Las unidades de la sección eficaz son unidades de área, aunque comúnmente se utiliza el barn (b), $1 \text{ b} = 10^{-28} \text{ m}^2$. [7]

La sección eficaz de dispersión total para positrones que inciden sobre materia normal tiene diferentes contribuciones que incluyen secciones eficaces para la dispersión elástica, la formación de positronio, la excitación e ionización y aniquilación positrón - electrón. Como se ha mencionado la contribución de la aniquilación a la sección eficaz de dispersión total es pequeña excepto para energías bajas. La sección eficaz de dispersión total puede definirse por medio de la ley de Beer - Lambert. [1]

$$I = I_0 e^{-nL\sigma_T} \quad (2.4)$$

Donde I_0 es el flujo de partículas inicial, L es la longitud que deben de viajar las partículas a través de la muestra, n es la densidad de partículas en el blanco y σ_T es la sección eficaz de dispersión total. El método más usado para medirla es el llamado método de atenuación, donde se hace pasar un haz bien definido a través de un blanco gaseoso. Donde la atenuación se define como $A = I/I_0$. [1]

Una forma de calcular teóricamente el valor de σ_T , para energías intermedias y altas, es mediante el uso del teorema óptico, que expresa la conservación del flujo de partículas en el proceso de dispersión. [1]

Para energías suficientemente altas, alrededor de 1 keV para helio, la aproximación de Bohr a primer orden brinda un valor para la sección eficaz bastante exacta, a estas energías la sección eficaz de dispersión es la misma que para electrones, además se observa que para la formación de positronio ésta es baja. [1]

En la figura 2.5 se observa el cambio en la sección eficaz de dispersión total como función de la energía. El aumento de ésta se relaciona con la formación de positronio y la ionización del helio.

Considerando la dependencia con la energía de σ_T al hacer incidir positrones en de helio y al mismo tiempo comparándola con σ_T para electrones, se observa que para energías bajas $\sigma_T(e^-)$ es mucho mayor que $\sigma_T(e^+)$, pero para energías mayores a 200 eV tienden a ser prácticamente iguales [1], como se muestra en la figura 2.4.

Muchos otros elementos presentan esta misma tendencia, que se atribuye a la cancelación del potencial atractivo y la repulsión del positrón por el núcleo atómico. Aunque los átomos alcalinos no presentan esta característica, ya que la sección eficaz total para positrones es mayor que para electrones en la región de bajas energías. Algunos autores

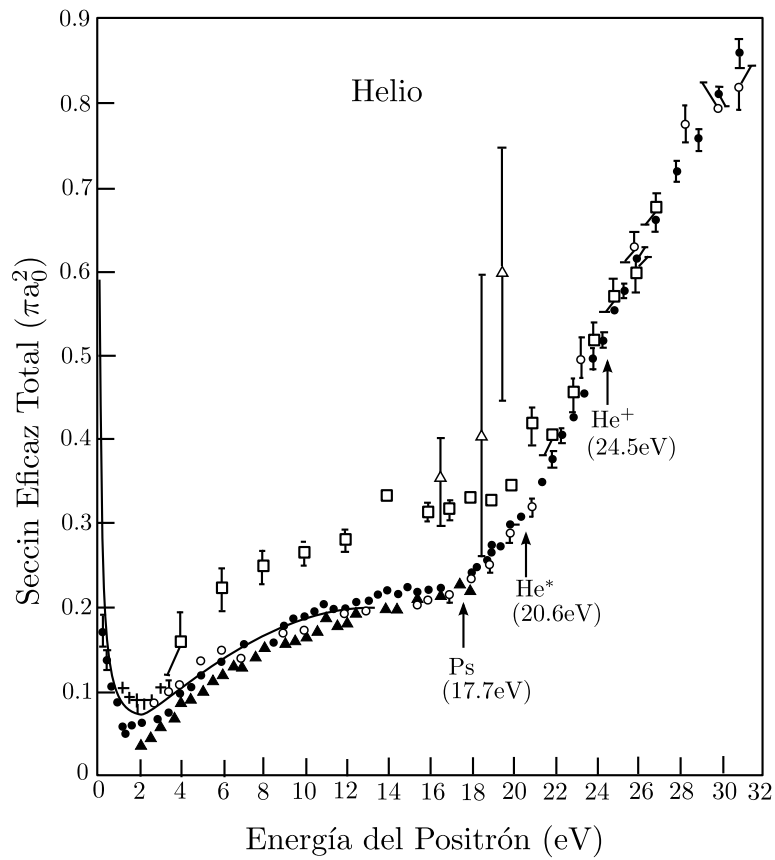


Figura 2.5: Secciones eficaces totales al hacer incidir e^+ en helio.

relacionan este comportamiento a que la energía de ionización de los átomos alcalinos es menor que la energía del estado base del positronio (6.8 eV). Entonces, la formación de positronio tiene una contribución significativa en la sección eficaz total. [1]

2.1.2. Moderadores, eficiencia de moderación y función de trabajo

En la naturaleza, los positrones de alta energía se producen como resultado de decaimientos nucleares, de isótopos radiactivos como el ^{22}Na o por producción de pares a partir de un fotón con la suficiente energía.

Las fuentes naturales de positrones pueden estar fabricadas en pastillas selladas, por delante un material delgado con un bajo número atómico (5 a 10 μm) y detrás con un material de alto número atómico que maximiza la retrodispersión hacia delante. En el caso del ^{22}Na , las fuentes comerciales pueden llegar a tener actividades del orden de 10^6 Bq.

Por ejemplo, es posible producir pares positrón - electrón, “producción de pares”, al hacer incidir electrones acelerados en materiales con número atómico alto (convertidores), lo que produce radiación gamma con la suficiente energía. En algunos casos se utilizan de aceleradores lineales (LINAC). Como en el sistema utilizado por J. William McGowan en 1960 donde la radiación se hacía pasar por una muestra de tantalio. Otra manera de obtener la radiación gamma es a partir de isótopos radiactivos de vida corta, producidos por captura neutrónica en reacciones como $^{113}\text{Cd}(n,\gamma)^{114}\text{Cd}$. [4]

Existen sistemas donde la radiación gamma se obtiene a partir de un ciclotrón, beneficiados por el desarrollo de ciclotrones más compactos para usos médicos. Tienen la ventaja de ser una fuente fuerte de positrones y de la que se tiene mayor control, aunque con la desventaja de requerir mantenimiento continuo y tener un alto costo. [4]

Es posible obtener fuentes de positrones fabricadas en reactores nucleares, como la reacción $^{63}\text{Cu}(n,\gamma)^{64}\text{Cu}$, donde se produce ^{64}Cu , que funciona como fuente y moderador. [5]

Otra alternativa en la producción positrones es el uso de reacciones nucleares asistidas con aceleradores. Por ejemplo, al bombardear boro con protones y formar el isótopo ^{11}C . Este tipo de fuente además tiene la ventaja de cumplir la función de moderador, ya que produce haces de positrones con espectros de 80 meV de ancho. [4]

En el caso de fuentes radiactivas y producción de pares los positrones producidos tienen una distribución en su energía muy amplia, lo que es poco conveniente para su

Tabla 2.1: Isótopos emisores de positrones y algunas de sus características. [1]

Isotopo	Energía Máxima (MeV)	Vida media	Mecanismo de Producción
^{22}Na	0.54	2.6 años	$^{24}\text{Mg}(d,\alpha)$
^{58}Co	0.47	70.8 días	$^{58}\text{Ni}(n,p)$
^{64}Cu	0.65	12.7 horas	$^{63}\text{Cu}(n,\gamma)$
^{11}C	0.96	20.4 minutos	$^{11}\text{B}(p,n)$

uso en aplicaciones de Física Atómica, donde es necesario tener haces de partículas con energías bien definidas.

En la tabla 2.1 se muestran ejemplos de algunos radio isótopos usados en sistemas de positrones y sus características. En ésta puede observarse que existen isotopos con tiempos de vida que van desde años hasta minutos. Además puede observarse que los mecanismos de producción son variados.

Una manera de obtener haces de positrones mono-energéticos es el seleccionar los positrones de una energía definida por medio de campos magnéticos o eléctricos. En otros casos una alternativa es la de disminuir la velocidad y energía de los positrones al hacerlos incidir sobre un sólido; estos pierden su energía por colisiones inelásticas. [8]

Se define como eficiencia de moderación a la razón de los positrones moderados entre el número total de positrones incidentes.

Uno de los descubrimientos más importantes para el desarrollo de los haces de positrones de baja energía fue el fenómeno de remisión de positrones. Éstos son reemitidos con energías de unos pocos eV, en el intervalo de 1 eV a 3 eV dependiendo del material [9], al hacerlos incidir superficies metálicas.

Al incidir sobre un metal los positrones se termalizan fácilmente por medio de colisiones. La energía de los positrones termalizados es aproximadamente de 0.25 eV.[1]

Los positrones termalizados que regresan a la superficie del material pueden ser aniquilados, pueden ser expulsados como positronio o dejar la superficie como positrones libres. [4]

Como se mencionó antes, entre los positrones reemitidos existen algunos que no han sido completamente termalizados, positrones calientes o epitermales. [4]

En los materiales con defectos y función de trabajo positiva para positrones es dominante la reemisión de positrones epitermales, y para algunos materiales aislantes y semiconductores la máxima energía de reemisión depende del ancho de banda (*band - gap*). Un ejemplo de este tipo de materiales es el carburo de silicio, donde la reemisión esta dominada por positrones epitermales.

Algunos de los positrones reemitidos por la superficie tienen una energía mayor, lo que indica que los positrones reciben energía en este proceso. De esta manera se considera que estos metales tienen una función de trabajo negativa, en analogía con la función de trabajo para electrones. Cabe mencionar que para todos los metales la función de trabajo para electrones es positiva. [10]

La probabilidad de conversión de positrones es proporcional a la función de trabajo. Una característica importante es que estos positrones son reemitidos de manera normal a la superficie. [4]

En 1950 Madansky y Rasetti estudiaron, sin éxito, la emisión de positrones con energías menores que 150 eV por superficies metálicas y dieléctricas. [4]

En 1958, W. H. Cherry [11] un estudiante de Doctorado de la Universidad de Princeton, en un trabajo sobre la emisión secundaria de electrones producida por el bombardeo de positrones, fue quien observó por primera vez el fenómeno de moderación de positrones. De esta manera pudo crear el primer haz de positrones de baja energía, reportado en su tesis de Doctorado. El experimento consistió en irradiar una película de cromo depositada sobre mica, con positrones de una fuente de ^{64}Cu . [8] Los positrones fueron reemitidos con energías menores que 10 eV, el sistema tenía una eficiencia de conversión cercana a 10^{-8} , es decir por cada 10^8 positrones incidentes un solo positrón era reemitido. [4]

En 1960 J. William McGowan y sus colegas al medir la sección eficaz de positrones en gases, obteniendo los positrones por producción de pares como se mencionó antes, y al hacerlos pasar por una hoja de mica con una película de oro (150 \AA) encontraron una señal de positrones con un pico en entre 1 eV y 2 eV. Al cambiar la mica por otros materiales concluyeron que la emisión se produce en la superficie, la lámina de oro. [4]

Pero fue hasta tiempo después que pudieron obtenerse moderadores con eficiencias suficientemente altas. En 1978 K. F. Canter descubrió el uso como moderador del MgO, que presenta una eficiencia de 3×10^{-5} , por lo que este momento es considerado por algunos el inicio real de los haces de positrones de bajas energías. [1]

Uno de los últimos avances realizados con respecto a la fabricación de moderadores, fue el obtener moderadores formados por gases nobles. Un ejemplo de estos materiales es el neón sólido, se ha reportado que estos moderadores alcanzan eficiencias de moderación del orden de 10^{-2} . [12]

Existen diferentes clases de moderadores entre los que se encuentran los de función de trabajo negativa. [13]

En algunos otros tipos de materiales el proceso de reemisión ocurre cuando el po-

sitronio formado en el sólido se rompe en la superficie emitiendo positrones con un espectro de energías proporcional a la densidad de estados electrónicos no ocupados en la superficie. [13]

Los positrones epitermales mencionados anteriormente son de gran importancia en el funcionamiento de moderadores de gases raros. A pesar de tener la ventaja de una alta eficiencia de reemisión tienen una amplia distribución angular y en energía. [4]

Existen además materiales semiconductores reemisores de positrones epitermales, como el SiC y el GaN. [4]

La función de trabajo negativa es una parte importante en el fenómeno de moderación, la teoría que trata sobre la función de trabajo para electrones en metales es el “jellium model”, en el que los núcleos atómicos son reemplazados por una “jalea” positiva rígida uniformemente cargada. En este modelo la nube electrónica llena el interior del metal y se extiende hasta fuera de la superficie, estos electrones y el exceso de carga positiva en el interior forman una doble capa cargada. El espesor de esta capa es de algunos Åmstrongs(Å), la cual resulta atractiva para electrones pero repulsiva para positrones. [10]

En general la función de trabajo para electrones y positrones tiene dos contribuciones. La primera es el potencial químico. Para electrones está relacionado con la energía del nivel de Fermi y para positrones se relaciona con una energía de enlace que es igual a la suma de las repulsiones de los positrones con los núcleos del sólido y el potencial de atracción con los electrones. La segunda contribución está dada por el potencial creado por la capa dipolar en la superficie. El valor relativo de ambas contribuciones es lo que resulta en una función de trabajo negativa. [10]

La expresión exacta para la función de trabajo electrónica es:

$$\Phi^e = \Delta\phi^e - \mu^e \quad (2.5)$$

Donde $\Delta\phi^e$ es el promedio en el potencial electrostático superficial, μ^e es el potencial químico con la densidad electrónica promedio. Éste tiene como contribuciones la energía de Fermi y las contribuciones por intercambio y correlación electrónica.

De manera análoga se puede derivar la misma expresión de la función de trabajo para positrones:

$$\Phi^p = \Delta\phi^p - \mu^p \quad (2.6)$$

Aunque en este caso μ^p no tiene contribuciones por correlación o intercambio con

electrones.

En la tabla 2.2 se muestran algunas funciones de trabajo negativas para diferentes elementos. Podemos observar también las diferentes contribuciones para éstos valores.

Tabla 2.2: Funciones de trabajo negativas para algunos metales. [14]

Elemento	$\Delta\phi^p$ (eV)	μ^p (eV)	Φ^p (eV)
Al	-6.80	-1.89	-4.91
Mg	-3.83	-1.69	-2.14
Cu	-2.32	-1.55	-0.77
Au	-1.43	-1.43	0
Na	-0.91	-1.34	0.43
K	-0.56	-1.26	0.70
Cs	-0.35	-1.20	0.85

Entre los metales que se han registrado, el que tiene la función de trabajo más negativa es el tungsteno cristalino del tipo (110), que tiene una eficiencia reportada de $\sim 3 \times 10^{-3}$. Es importante señalar en este momento que por éste motivo se eligió este material para fabricar las películas. En general un moderador debería tener estructura cristalina, ya que los defectos tienden a atraer y atrapar los positrones.

La tabla 2.3 muestra algunos valores para la eficiencia de moderación para diferentes materiales. [14]

Tabla 2.3: Eficiencias de moderación para algunos materiales. [14]

Moderador	Eficiencia 10^{-4}	Espesor μm	Temperatura de recocimiento ($^{\circ}\text{C}$)
W cristal simple	5.9	1.0	2100
W policristalino	2.6	6.0	2100
Ni cristal simple	6.6	0.3	1400
Ni cristal simple	4.9	0.13	1400
Ni policristalino	2.5	2.0	1400
Ni policristal	1.31	5.0	1400
Ni policristal	1.25	7.0	1400
Ta policristal	0.35	1.5	1500
Mo policristal	0.75	4.0	1500
Nb policristal	0.31	7.0	1500
Cu policristal	0.085	7.0	1000
W cristal simple	9.1	1.0	2100

Los positrones termalizados y por función de trabajo son emitidos esencialmente de

manera normal a la superficie. Esto fue medido por Murray y Mills en 1980 y luego por Fisher en 1986. [12]

Para poder obtener un haz de positrones de la energía deseada, después del proceso de moderación es posible acelerar las partículas por sistemas magnéticos, eléctricos o la combinación de ambos, que incluyen deflectores, filtros de velocidad, aperturas, aceleradores y lentes. [1]

Una función importante en la óptica de iones es la de enfocar el haz. En los sistemas de positrones es posible realizar una etapa llamada *Brightness enhancement*, que consiste en enfocar y remoderar varias veces el haz. Los positrones se enfocan en una serie de moderadores; cuando los positrones son reemitidos dejan la superficie de manera normal. Por medio de este método, aunque se tiene una pérdida considerable de positrones, la intensidad por unidad de área del haz se incrementa. [5]

Existen películas de W(100) usadas como moderadores; calentadas a 800°C para limpiar la superficie y luego recocidas con cañón de electrones. La eficiencia de moderación por transmisión registrada fue de 5.9×10^{-4} . [14] El grosor de estas películas va de 1.0 μm a 6.0 μm , como se muestra en la tabla 2.3. Éstas fueron crecidas por evaporación con cañón de electrones en alto vacío. En estos trabajos se utilizaron como sustratos cristales simples de MgO(100) y para remover las películas se utiliza una solución de ácido sulfúrico al 80 % y agua 20 %, la cual disuelve el cristal de MgO.

Para confirmar la calidad de la película se pueden utilizar rayos X y microscopía de transmisión de electrones. [15]

Los positrones emitidos por el ^{22}Na tienen una profundidad de implantación de aproximadamente 13 μm , en las películas de W la termalización aumenta con la profundidad pero decrece con la densidad de W. [16]

Existen básicamente tres configuraciones de moderadores; “*back reemission*”, “*forward-reemission*” y “*quasi-transmission*”.² Una de las ventajas del segundo modo de operación es que no hay positrones capturados por la fuente. Además existen diferentes geometrías en las que se utilizan los moderadores, ésto puede ser un factor que modifique la eficiencia de moderación. En la tabla 2.6 se muestran algunos ejemplos de estas geometrías.

Entre los moderadores con geometrías “*quasi-transmission*” existen las mallas y persianas venecianas.

Una de las geometrías con mayor eficiencia es la cónica, aunque tiene como desven-

²*Back reemission*, *forward-reemission* y *quasi-transmission* se refieren a reemisión hacia atrás, hacia delante y transmisión respectivamente.

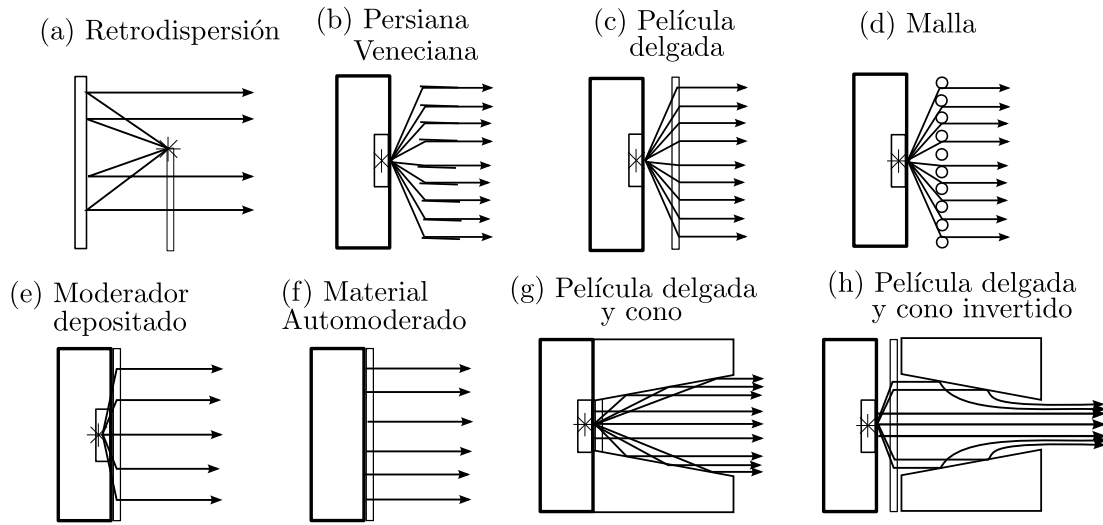


Figura 2.6: Diferentes geometrías de fuentes y moderadores. Los asteriscos representan las fuentes de positrones. [4]

tajas la dificultad de fabricarlas y darles un tratamiento térmico. [4]

Cuando se utilizan películas como moderadores, pueden colocarse entre mallas de W con una alta transmisión óptica y después colocarse cerca de la fuente de positrones.

Es posible realizar un acondicionamiento del moderador calentando el sistema de mallas y película con un cañón de electrones. [15] Las temperaturas de recocimiento son de aproximadamente el 80 % de la temperatura de fusión y deben de llevarse a cabo en condiciones de alto vacío (10^{-6} torr).

Un largo tiempo de calentamiento origina cristales visibles, aunque aparentemente esto no cambia significativamente la eficiencia. [17] El proceso de recocido tiene dos propósitos; la re-cristalización y la limpieza de óxidos. Es importante mencionar que la oxidación puede degradar la función de trabajo negativa, al igual que los contaminantes de la superficie. La cristalización se logra calentando el material cerca de la temperatura de fusión y enfriándolo lentamente. Es posible realizarlo en ciclos para un resultado óptimo, además de que el recalentamiento puede ser usado para restaurar la eficiencia de un moderador. [9] Se reporta que algunos moderadores de W tienen tres meses de tiempo útil y de 6 a 7 días para el Ni. [9]

El proceso de acondicionamiento puede ser llevado a cabo por cañón de electrones con energías de 1 keV a 6 keV. Para controlar la temperatura del material puede usarse un pirómetro. [9]

Existen otros trabajos que reportan haber usado filamentos de lámparas como mo-

deradores, en el que también se estudió el efecto en la eficiencia de las características de recocimiento. Encontraron que los sistemas de filamentos tienen una eficiencia comparable con las películas de tungsteno, y que el área del moderador es un factor que influye en la eficiencia. [17]

Se han probado también moderadores fabricados a partir de mallas de W. En estos casos se han encontrado que la eficiencia de moderación depende de los pre-tratamientos de recocido y del número de mallas utilizadas. Las mallas están formadas por alambre de un diámetro de 20 μm , aunque se piensa que reduciendo su diámetro podría aumentarse la eficiencia. Algunos sistemas de mallas han presentado eficiencias mayores que moderadores fabricados con películas delgadas. [16]

Las ventajas a largo plazo, de los moderadores metálicos (como el tungsteno) son la estabilidad, el costo y tener un tratamiento relativamente fácil. En el caso del níquel también se requiere una cuidadosa limpieza de la superficie y mayor mantenimiento.

2.1.3. Técnicas Experimentales Básicas

La tecnología de haces de positrones se ha desarrollado a la par del conocimiento sobre las interacciones entre positrones y superficie. Muchas de las técnicas con positrones no tienen par con alguna técnica con electrones. [4]

Una manera en que las técnicas de análisis con positrones se pueden clasificar es en función de la señal de salida. Por ejemplo, si se hacen incidir positrones, como respuesta se pueden obtener rayos gamma (ACAR, *Doppler broadening*), electrones (PAES), positronio (espectroscopía por emisión de positronio) o positrones (LEPD, espectroscopía por reemisión de positrones, función de trabajo para positrones, retro dispersión de positrones). [4]

Considerando la difracción y reflexión de positrones, una de las técnicas de análisis que utiliza los positrones reflejados es la *low energy positron diffraction* (LEPD)³. [4] El análisis de superficies por medio de LEPD, se realiza al hacer incidir un haz de positrones sobre la superficie de la muestra, los positrones se difractan y pueden generar un patrón de interferencia. [4]

Las técnicas basadas en la aniquilación de positrones en general son no destructivas, debido a la pequeña masa y bajas corrientes de los haces de positrones. Aunque se producen fotones con energías de 0.511 MeV, las bajas corrientes y áreas de incidencia hace que el daño en los materiales sea pequeño. Inicialmente las corrientes que se tenían

³Difracción de positrones de baja energía.

eran del orden de una partícula por segundo, aunque con el tiempo las corrientes aumentaron algunos órdenes de magnitud, y algunos haces de positrones actuales tienen características comparables a haces de electrones. [5]

La aniquilación de positrones en sólidos puede usarse para detectar defectos, como vacantes, dislocaciones, etc. Cuando los positrones inciden en materiales sólidos se termalizan en un tiempo del orden de 10^{-12} s, después se difunden y pueden aniquilarse con los electrones del material. [1]

Las técnicas que se mencionan adelante consisten en detectar radiación gamma de la aniquilación de los positrones. En las espectroscopías de positrones se utilizan detectores centelladores, de los que se habla más adelante. [5]

La tecnología de análisis con positrones actualmente es comparable con la de análisis con electrones, aunque los primeros incluyen características que los segundos no tienen. Los sistemas de análisis con positrones de baja energía básicamente están compuestos por una fuente de positrones, que pueden ser fuentes naturales o muestras activadas por medio de aceleradores de partículas o reacciones nucleares, seguida por un moderador de positrones. Después de ser termalizados, los positrones pueden ser acelerados y enfocados por medio de óptica de iones.

En la tabla 2.4 se muestra los moderadores (y sus características) usados en algunos sistemas. En ésta se observa el cambio en las eficiencias de moderación. También es claro que las presiones en todos los sistemas son menores a 10^{-6} torr. Es importante mencionar que la mayoría de los moderadores en esta tabla son metálicos.

Como se menciona, estos estudios se basan en que los positrones son sensibles a los defectos en los sólidos, como vacantes. En estos casos la falta de una carga positiva (un ión removido) forma un potencial negativo local que atrae al positrón. En este lugar éste se termaliza y aniquila con alguno de los electrones del material.

2.1.3.1. Tiempos de vida

Algunos de los experimentos realizados con positrones implican medir su tiempo de vida. En muchos casos se utilizan fuentes naturales como fuentes de positrones. Tal es el caso del ^{22}Na .

El ^{22}Na decae por emisión de un positronio a ^{22}Ne excitado y 3 ps después emite un rayo gamma de 1.27 MeV; tiene una vida media de 2.6 años. Esto se muestra en la figura 2.7.

El ^{22}Na y los sistemas en que se miden tiempos de vida, tienen la ventaja de que la señal de inicio es el rayo gamma producido por el decaimiento del $^{22}\text{Ne}^*$, después de la

Tabla 2.4: Moderadores usados en algunos sistemas.

Moderador	Autor	Condiciones de vacío (torr)	Eficiencia de moderación	Distribución de energía ΔE (eV)
Oro sobre mica	Costello	10^{-7}	10^{-7}	2.0
Oro sobre tubos de cobre	Coleman	10^{-7}	10^{-6}	2.0
MgO sobre Oro	Canter	10^{-7}	3×10^{-5}	2.3
$^{11}\text{C} \rightarrow ^{11}\text{B} + e^+ + \nu$	Stein	10^{-7}	10^{-7}	0.15
Cu(111)+H ₂ S por <i>sputtering</i> y recalentado	Mills	10^{-10} (UHV)	1.5×10^{-3}	0.6
W(110) calentado en O ₂	Vehe- nen	UHV	10^{-3}	0.7
W(110) calentado con cañón de e ⁻	Chen	UHV	$\sim 10^{-3}$	0.74
W(100) calentado con cañón de e ⁻	Gramsch	UHV	$\sim 10^{-3}$	-
W(100) calentado a 10^{-7} torr	Zafar	10^{-7}	9×10^{-4}	1.7
Ni(111) y W(110) a 77 K	Brown	UHV	$\sim 10^{-3}$	0.04 - 0.08
Ni(100) calentado con cañón de e ⁻ a temperatura ambiente	Schultz	UHV	$\sim 10^{-3}$	0.165
Ni(111) y W(110) a 77 K	Gullik- son y Mills	UHV	$\sim 10^{-3}$	0.027
Ni(100) recalentado a 10^{-2} torr	Zafar	10^{-7}	6.5×10^{-4}	0.33
Ne sólido en cilindro de cobre enfriado	Mills y Gullik- son	10^{-9}	7×10^{-3}	0.58
Ne sólido enfriado con metal cónico	Khatri	10^{-9}	4.6×10^{-3}	-
Ar sólido	Merri- son	10^{-9}	6×10^{-3}	4.0

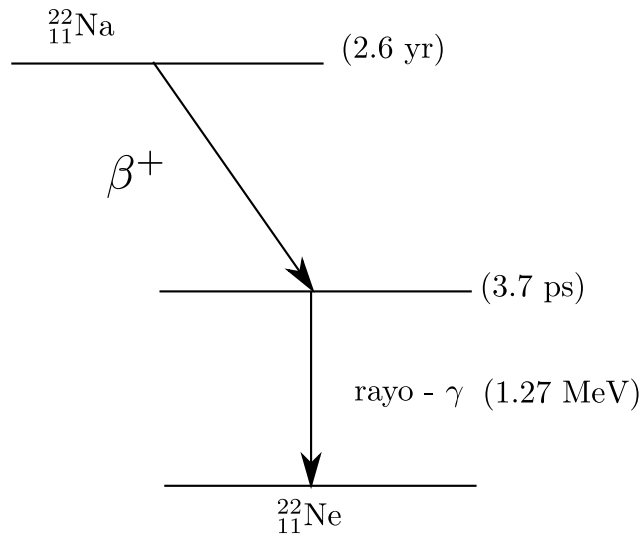


Figura 2.7: Diagrama en que se muestra el modo de decaimiento del ^{22}Na .

emisión del positrón, mientras que la señal de paro es el rayo gamma producido por la aniquilación del positrón. Por este motivo, el ^{22}Na es una de las fuentes más usadas en los sistemas de espectroscopía de tiempo de vida de positrones. [18]

Las partes importantes en los sistemas de análisis de tiempos de vida se presentan en la figura 2.8. Para medir los tiempos de vida se utilizan foto-multiplicadores y centelladores de respuesta rápida.

En el sistema la fuente puede colocarse entre dos piezas de la muestra a estudiar, dentro de una cámara evacuada. Existen otros tipos de dispositivos donde también es importante medir el tiempo. En éstos la señal de inicio se produce al hacer pasar los positrones por un centellador delgado, mientras que la señal de paro es el rayo gamma de la aniquilación. Si la detección de los rayos gamma se realiza en la muestra, la radiación proveniente de la fuente debe bloquearse. Por esto, algunos sistemas tienen una longitud de varios metros. En algunos de estos sistemas la señal de inicio puede ser retrasada de tal manera que se obtiene un espectro invertido. [5]

Por otro lado, en la técnica de ensanchamiento Doppler (de la que se habla más adelante) la señal de inicio es innecesaria y produce ruido de fondo. Por este motivo, fuentes como el ^{58}Co no son recomendables para este tipo de aplicaciones. [5]

Cuando se utiliza la producción de pares asistida con acelerador como fuente de positrones, la señal de inicio se obtiene del acelerador y la señal de paro de los rayos gamma producidos de la aniquilación. [4]

Los estudios de tiempo de vida son una fuente de información sobre los positrones a

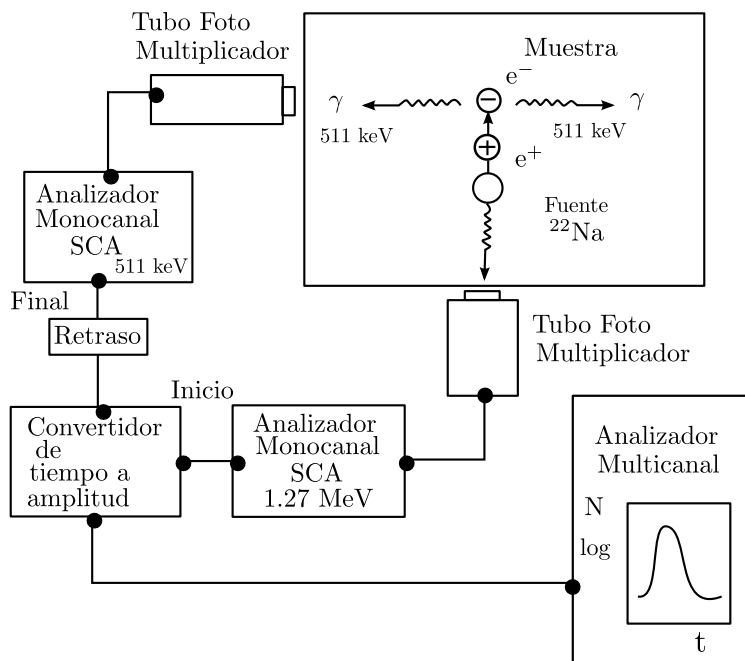


Figura 2.8: Ejemplo de un sistema de análisis de tiempos de vida de positrones. Donde las siglas SCA representan analizador mono-canal, del inglés *single channel analyzer*.

energías térmicas y además por muchos años fue la única fuente de información acerca de la formación de positronio en gases atómicos y moleculares. Existe mucho interés en comparar las secciones eficaces totales de positrones y electrones.

Un aspecto importante en estas técnicas es que el tiempo de vida de positrones en materiales sólidos libres de defectos depende del elemento químico. Algunos ejemplos se muestran en la tabla 2.5.

En resumen, la presencia de vacantes alteran el tiempo de vida, que aumenta debido a que la densidad de electrones disminuye en la región de la vacante.

2.1.3.2. Espectroscopía por aniquilación de positrones (PAS)

Entre el conjunto de las espectroscopías por aniquilación de positrones (*positron annihilation spectroscopy*, PAS), tenemos la correlación angular de radiación por aniquilación (*angular correlation of annihilation radiation*, ACAR), iniciada por la observación de DeBenedetti, quien fue de los primeros en reportar el efecto de que los rayos gamma debidos a la aniquilación de positrones en material sólido no son colineales (no forman un ángulo de 180°). Los rayos gamma en el sistema del centro de masa son colineales, por conservación del momento total, pero en el sistema del laboratorio el momento del

Tabla 2.5: Tiempos de vida de positrones en diferentes elementos. Tiempos experimentales y teóricos (Modelo BN-WDA, como se cita en [19]).

Z	Elemento	τ_{exp} (ns)	$\tau_{Teoría}$ (ns)
5	Be	209	-
13	Al	160	166
14	Si	220	221
22	Ti	145	146
23	V	123	116
28	Ni	105	96
29	Cu	115	106
32	Ge	227	228
40	Zr	159	159
74	W	115	100
79	Au	206	187

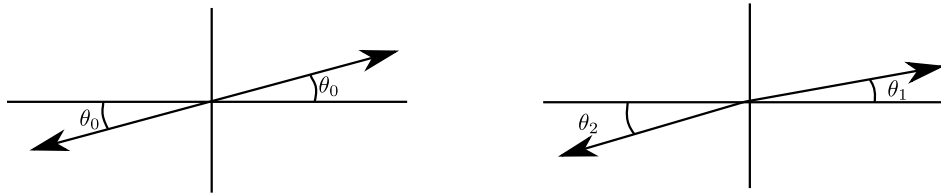


Figura 2.9: Aniquilación y los fotones producidos; en el sistema del centro de masa (izquierda) y en el sistema de laboratorio (derecha).

par genera un cambio $\delta\theta \sim p_t/mc$. Como se representa en la figura 2.9.

Una representación del sistema básico utilizado en la espectroscopía por aniquilación de positrones se presenta en la figura 2.10. Se puede observar que en general se utilizan detectores centelladores, como por ejemplo germanio hiper puro o yoduro de sodio. La señal luminosa se detecta después con foto-multiplicadores. Para obtener una alta resolución angular es necesario tener una gran distancia entre los detectores. Es importante mencionar que la señal de coincidencias es baja para esta técnica comparada con otros métodos.

Otra técnica en espectroscopía por aniquilación de positrones es la espectroscopía de positrones inducida por electrones Auger (*positron induced Auger electron spectroscopy*, PAES). Ésta es principalmente útil en el análisis químico, análisis de defectos y estados de oxidación. [5]

La radiación en forma de rayos gamma originada por la aniquilación de un positrón con un electrón contiene información acerca del momento del par, mayormente del

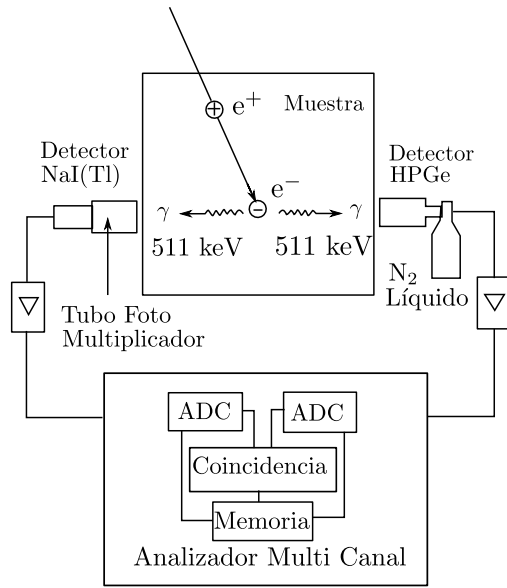


Figura 2.10: Esquema que representa el sistema utilizado en las espectroscopías por aniquilación de positrones. PMT representa tubo foto-multiplicador, HPGe representa un detector de germanio hiper puro y NaI(Tl) es yoduri de sodio dopado con talio.

momento del electrón, ya que la energía del positrón es del orden de 25 meV, que es menor a la del electrón en el átomo. Esta técnica se puede utilizar para determinar las superficies de Fermi en cristales simples metálicos y aleaciones. [19]

Otra de las técnicas de espectroscopía de positrones, usadas para el estudio de defectos superficiales, es el ensanchamiento Doppler, cuyas bases fueron demostradas por Triftshauser y Kogel en 1982. Desarrollada casi una década después de la técnica ACAR, esta técnica se vio beneficiada por el desarrollo de detectores semiconductores de alta resolución. [5]

Esta técnica se basa en medir el momento p del par electrón - positrón en la dirección de emisión de la aniquilación; p provoca un cambio en la energía del fotón (efecto Doppler). En la aproximación de ángulos pequeños la energía de los fotones está dada por la expresión:

$$E = m_0c^2 \pm cp/2 \quad (2.7)$$

Donde m_0 es la masa en reposo del electrón/positrón y c es la velocidad de la luz.

La espectroscopia por ensanchamiento Doppler tiene amplias aplicaciones en el estudio de defectos en materiales. [5]

El método básicamente se trata de medir la distribución del pico de aniquilación,

centrado en una energía de 511 keV. Se pueden utilizar fuentes externas de referencia, como el ^7Be que tiene un pico en 478 keV, para conocer la resolución del sistema. [5]

Un aspecto importante que debe de considerarse en la espectroscopía por ensanchamiento Doppler es que la radiación proveniente de la fuente, puede provocar ruido en el resultado. Para evitar este ruido, es preferible utilizar fuentes diferentes al ^{22}Na y al ^{58}Co . [5]

En algunos de estos sistemas se utilizan dos detectores, con la técnica de coincidencia. [4]

En resumen, estas técnicas proveen información complementaria a otros análisis de composición y estructura, como Retrodispersión de Rutherford (RBS), Análisis de Reacciones Nucleares (NRA), etc. [4]

2.2. Técnicas de vacío

Debido a que en los sistemas en que se fabrican las películas delgadas es necesario tener ambientes de vacío al igual que en los aceleradores de partículas, hay una sección más amplia sobre este tema. En general se considera que un sistema tiene vacío cuando la presión en su interior es inferior a la presión atmosférica. Existen diferentes unidades para medir presiones; la más popular en las tecnologías de vacío es el torr (Torricelli)⁴. La presión atmosférica en la ciudad de México es de alrededor de 578 torr, equivalente a 7.7×10^4 Pa.

Los sistemas de vacío son importantes ya que las partículas de interés pierden energía en colisiones con las partículas del gas. [20] El camino libre medio de una partícula de diámetro d , dentro de un gas con presión P y a una temperatura T es:

$$\lambda = \frac{kT}{\sqrt{2}\pi d^2 P} \quad (2.8)$$

Donde k es la constante de Boltzmann.

Para poder llegar a estas presiones se utilizan sistemas conocidos como bombas de vacío. En las aplicaciones de vacío los materiales que se deben de utilizar dependen de la presión que se pueda alcanzar. Por ejemplo el hierro, el acero, cobre, níquel y aluminio son buenos hasta presiones del orden de 10^{-5} torr; pero de estos sólo el acero inoxidable y el níquel son buenos a presiones del orden de 10^{-7} torr y menores. El vidrio y cuarzo son buenos también a presiones de orden de 10^{-7} torr; pero necesitan ser lo suficientemente gruesos. Además es posible utilizar hules y plásticos en forma de sellos aunque a presiones mucho más bajas es necesario usar sellos metálicos.

2.2.1. Bombas de vacío

Existen diferentes formas de obtener un ambiente de vacío. En general hay dos; sacar de su estado gaseoso las moléculas que forman el gas o desalojar físicamente el gas. Para el primer método existen trampas frías, en cuyas superficies se depositan las moléculas del gas. Para el segundo caso existen diferentes tipos de bombas de vacío que funcionan en diferentes intervalos de presiones y que se utilizan algunas veces para casos específicos, según las necesidades del experimento.

Es posible clasificar los diferentes tipos de bombas de vacío en función de las presiones que pueden alcanzar. Algunos de los parámetros más importantes de una bomba de

⁴1 torr = 133.32 Pa

vacío son la presión mínima que puede alcanzar, la velocidad de bombeo, el intervalo de presión de trabajo en que la velocidad de bombeo es útil. Además es importante considerar la presión de desalojo, que es la presión contra la que puede trabajar la bomba. [20]

Existe una gran variedad de bombas de vacío con respecto al principio de funcionamiento. Existen bombas mecánicas, de vapor, iónicas, criogénicas, entre otras. Las bombas más comunes en el Instituto de Física de la UNAM son las rotatorias, difusoras y turbo-moleculares.

2.2.1.1. Bombas de vacío mecánicas rotatorias

Del mismo modo, entre las bombas mecánicas existen diferentes ejemplos, como la bomba de pistón, deslizante, root, turbo-molecular, rotatorias entre otras. Las bombas mecánicas de paleta rotatoria están formadas por un bloque sólido que tiene una cavidad cilíndrica en su interior llamado estator. Dentro de éste se encuentra un cilindro, no concéntrico, móvil llamado rotor. El rotor tiene en sus extremos unas paletas que crean cavidades, que cambian de tamaño y empujan el aire a la salida de la bomba. Ésto se muestra en la figura 2.11. El gas se comprime y aumenta su presión (~ 850 torr) lo que abre la válvula y deja salir el gas. Al pasar el gas por la salida, un contenedor deja pasar aceite que lubrica y sella el rotor con las paredes del estator. La presión mínima que alcanzan estos sistemas son del orden de $\sim 10^{-3}$ torr.

2.2.1.2. Bombas de vacío difusoras

Este tipo de bomba, como se observa en la figura 2.12, es una de las más utilizadas en la fabricación de películas delgadas por métodos físicos. Tienen una resistencia en su base, que calienta aceite o mercurio. El vapor generado sube por un sistema de chimeneas y se desvía por una cubierta: las moléculas de este vapor arrastran las moléculas del gas que se desea evacuar. El fenómeno de difusión entre el gas y el vapor es lo que dirige el gas a la zona de alta presión. El vapor se enfría por medio del sistema de refrigeración, se condensa y baja para poder evaporarse nuevamente. La presión mínima que pueden alcanzar este tipo de bombas es de 10^{-5} - 10^{-6} torr. Es necesario el uso de una bomba mecánica de apoyo, y en algunas veces de trampas frías para impedir el paso del aceite que podría contaminar el sistema. Ésto es uno de sus inconvenientes, además del elevado tiempo que le toma llegar a su presión mínima. [21]

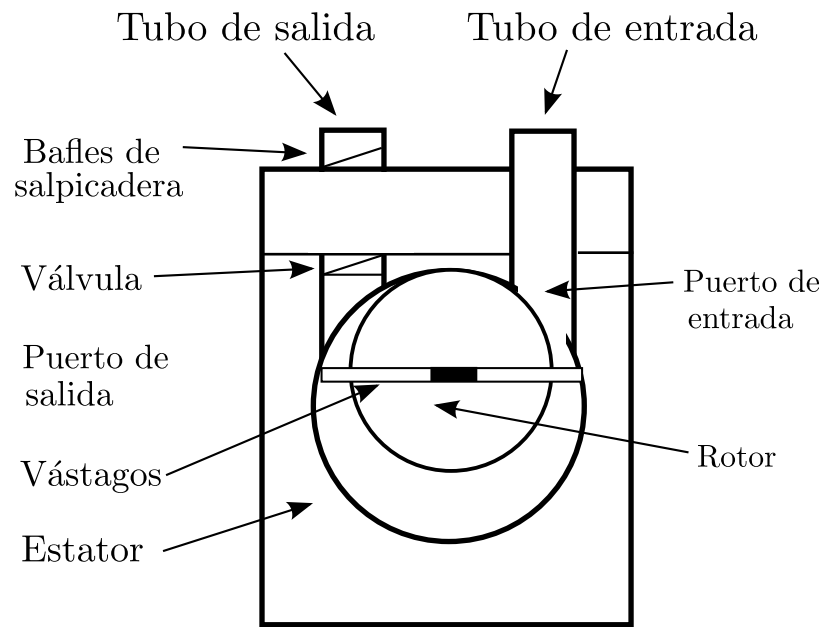


Figura 2.11: Diagrama de una bomba mecánica rotatoria. Basado en las figuras de [20]

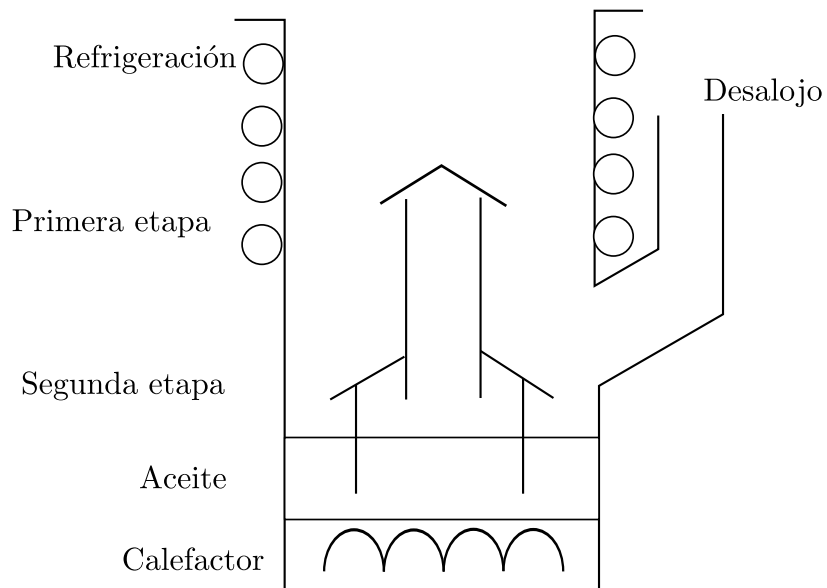


Figura 2.12: Diagrama esquemático de las partes principales de una bomba de difusión. Basado en [20]

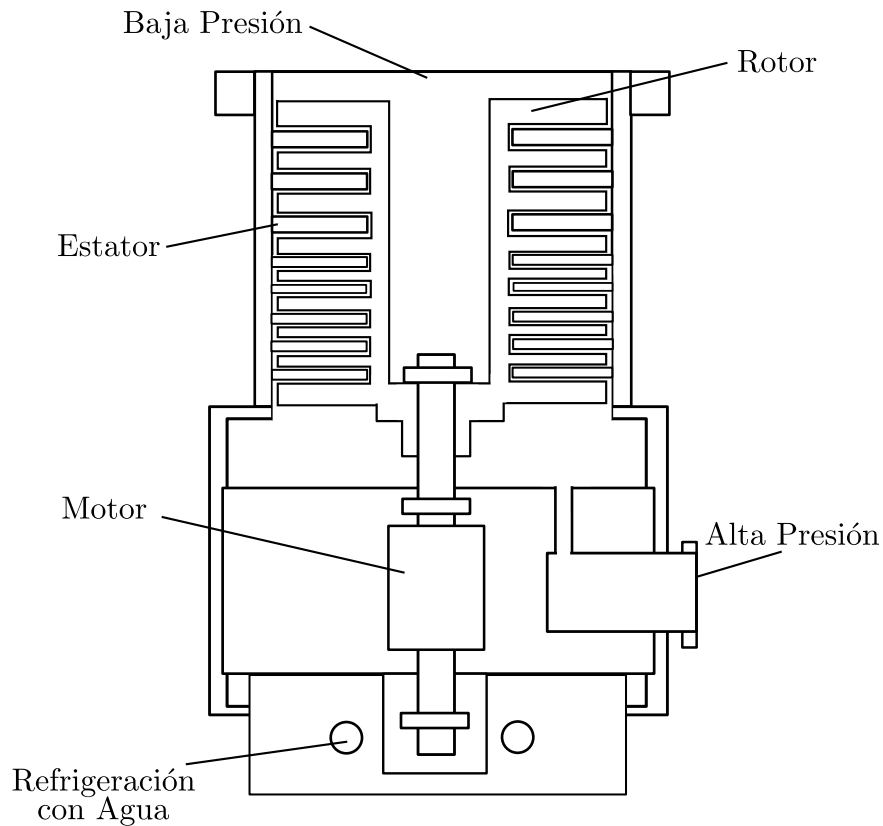


Figura 2.13: Esquema que ilustra las partes de una bomba turbo molecular.

2.2.1.3. Bombas de vacío turbo-moleculares

Es un tipo de bomba mecánica, que funciona por medio de la transferencia de momento. Está formada por un sistema de discos, con ranuras cortadas con un ángulo, que giran a velocidades superiores a 42,000 rpm y dirigen las moléculas del gas a evaporar, como se muestra en la figura 2.13. Cuando las moléculas del gas chocan con las paletas son empujadas hacia la zona de alta presión. Una condición importante es que la velocidad lineal de las paletas debe ser superior que la velocidad de las moléculas.

El vacío mejora por la presencia de varias etapas. Las velocidades de bombeo van desde unos pocos litros por segundo hasta 6,500 litros por segundo. El sistema de paletas tiene un pequeño margen de funcionamiento, por lo que el sistema no tolera partículas abrasivas u objetos demasiado grandes. El intervalo de presiones en el que trabaja es de 10^{-2} torr a 10^{-8} torr. Es necesario que este tipo de bombas sea apoyada por una bomba mecánica. [21] La principal ventaja de éstas es poder obtener vacíos limpios y rápidos, aunque tienen un mayor precio que las bombas de difusión.

2.2.2. Sensores de vacío

En los sistemas de vacío los sensores de vacío son una parte importante. Existen diferentes tipos de medidores de vacío, entre los que se encuentran los que miden la presión de manera indirecta, por medio de la conductividad térmica o de la ionización. Los medidores de los que se hablará son termopar, Bayard-Alpert y cátodo frío, que utilizan la conductividad térmica y ionización. [20]

2.2.2.1. Sensor Termopar

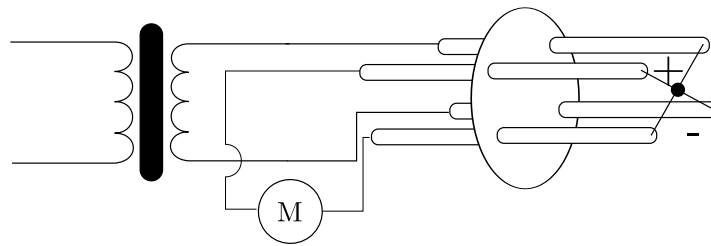


Figura 2.14: Representación del sensor termopar. [20]

Este tipo de sensores está compuesto por un filamento que se calienta aumentando su temperatura, medida por medio de un termopar. En la figura 2.14 se observa que el termopar registra una diferencia de potencial por medio de un multímetro M. La temperatura que se registra es función de la presión del gas, ya que la conductividad térmica es mayor cuando la presión aumenta. La presión mínima que puede registrar un sensor termopar es cercana a 10^{-3} torr. [20]

2.2.2.2. Sensor Bayard-Alpert

Por otra parte este tipo de sensores está compuesto por un filamento que se calienta para que emita electrones, los cuales son acelerados por una rejilla cilíndrica. Dentro de la rejilla se encuentra un colector de iones. Las partes más importantes se representan en la figura 2.15. Los electrones acelerados ionizan el gas, los iones generan una corriente iónica, lo cual es una medida de la cantidad de gas y de la presión del sistema. Estos medidores no deben utilizarse a presiones mayores a 10^{-3} torr y pueden medir una presión mínima de 10^{-10} torr. [20]

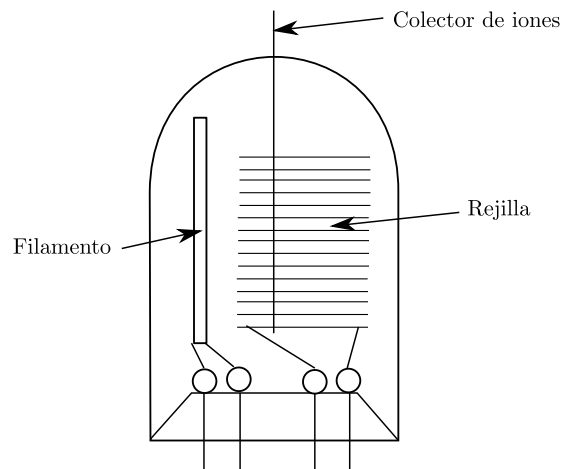


Figura 2.15: Representación del sensor Bayard - Alpert. [20]

2.2.2.3. Cátodo Frío

Está formado por dos placas paralelas que funcionan como cátodos. El ánodo está formado por un anillo de alambre por el que se hace pasar una corriente, los electrones se emiten por el cátodo dirigidos hacia el ánodo. La existencia de un campo magnético desvía su trayectoria y lo que aumenta la probabilidad de ionización. De igual manera que en el sensor Bayard-Alpert, lo que se mide es una corriente iónica. El intervalo de operación es de 10^{-2} torr a 10^{-6} torr. [20]

2.3. Fabricación de películas delgadas

Las técnicas de fabricación de recubrimientos pueden dividirse en depósito físico de vapores (PVD) y el depósito químico de vapores (CVD). En ambos casos se produce un vapor que al condensarse sobre una superficie genera un recubrimiento delgado. En algunos casos es necesario realizar estos depósitos en condiciones de vacío. [22] En el caso de PVD el material se evapora calentándose (evaporación térmica) o haciendo incidir iones sobre éste. Entre la evaporación térmica podemos encontrar las técnicas de ablación láser, crecimiento epitaxial, cañón de electrones, etc.

2.3.1. Evaporación Térmica

Como se ha mencionado, los métodos de depósito físicos en general requieren de ambientes de vacío. En el caso de la evaporación térmica se requieren buenos vacíos cercanos a 10^{-4} torr. [21] El depósito de películas metálicas fue común hasta la década de los 20, en algunos casos con aplicaciones comerciales.

Básicamente, la evaporación térmica consiste en calentar el material por medio de un filamento hasta vaporizarlo, posteriormente el vapor se condensa en el sustrato generando una película delgada.

2.3.2. *Sputtering* (tungsteno)

La técnica de *sputtering*⁵ consiste básicamente en arrancar material de un blanco sólido al hacer incidir iones masivos generados por un plasma. El material arrancado se deposita sobre alguna superficie para generar un recubrimiento.

Los primeros reportes que se tienen sobre este proceso son las observaciones hechas por W. R. Grove en 1852. Lo que Grove obtuvo fueron depósitos metálicos en las paredes de tubos de descarga, aunque inicialmente éste fenómeno sólo fue explotado comercialmente en la fabricación de recubrimientos de espejos.[23] En los primeros sistemas las principales limitaciones se debían principalmente a las pobres condiciones de vacío y al uso de aire para generar el plasma. Por medio de dicha técnica es posible producir superficies limpias de metales o aislantes.

Se puede clasificar de diferentes maneras los tipos de *sputtering*; por las condiciones en el sistema es posible tener *sputtering* reactivo o también polarizado. En función de

⁵Como se mencionó antes, aunque esta técnica tenga diversos nombres en español; en el presente trabajo se le llamará *sputtering*.

la configuración es posible realizarlo por haces de iones, con corriente directa (DC), por radiofrecuencia (RF) y con magnetrón.

Además es posible utilizar más de un blanco a la vez para poder crear películas de aleaciones, o en secuencia para crear sistemas de multicapas, con diferentes gases reactivos para producir películas compuestas, etc. Esta técnica tiene una tasa de depósito considerablemente alta (aunque la técnica de arco catódico tiene una tasa de depósito superior). [23]

El sistema se prepara inicialmente a una presión en el intervalo de 133×10^{-6} Pa a 133×10^{-10} Pa. Posteriormente se introduce el gas a ionizar, en este caso se trabajó con argón. Las presiones de trabajo son del orden de 1 Pa y 1 mPa (7.5×10^{-3} torr a 7.5×10^{-6} torr), presiones bajas para que los átomos evaporados no sea dirpersados por el gas residual. [23]

En el sistema se coloca el sustrato mirando al blanco, que está polarizado negativamente. El sustrato está conectado a tierra. En algunos sistemas y según las características del experimento se puede controlar la temperatura del sustrato.

Los iones se aceleran por la diferencia de potencial que existe entre el plasma y el cátodo:

$$E = q(V_p - V_{cath}) \quad (2.9)$$

La diferencia de potencial que hay entre el sustrato y el blanco está en el intervalo de 0.1 keV a 5 KeV.

2.3.2.1. Interacción de iones con materia

Durante la década de los 50 se encontró que la técnica de *sputtering* tiene sus bases en la interacción entre partículas cargadas incidentes y los átomos del blanco. Los átomos expulsados del blanco no son resultado de la evaporación térmica, ya que tienen una dirección preferencial y su energía promedio (entre 3 eV y 5 eV) excede la energía térmica de evaporación. La distribución angular de los átomos expulsados depende del tipo y la energía de los iones, además del rendimiento del blanco.

Los iones incidentes pueden ser retrodispersados o penetrar, termalizarse y ser atrapados en su estructura. La mayor parte de la energía de los iones se transmite al blanco, aumentando su temperatura. Por este motivo el blanco debe de enfriarse.

Básicamente cuando los iones inciden sobre el blanco existen dos clases de procesos posibles: colisiones electrónicas y colisiones nucleares. El uso de iones masivos incre-

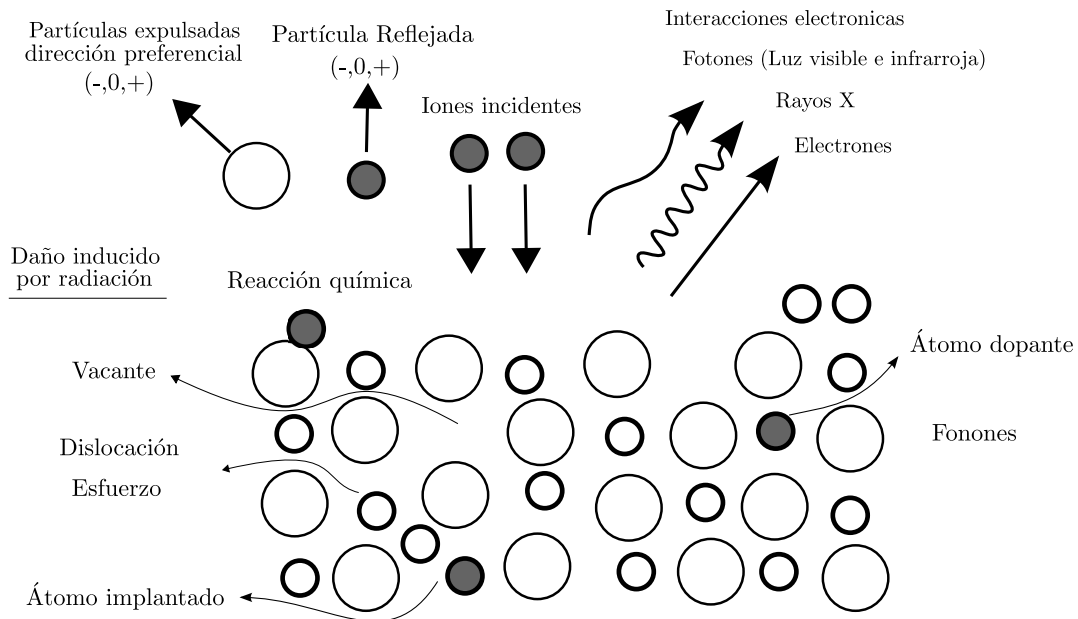


Figura 2.16: Principales efectos en la interacción ion sólido.

menta la eficiencia de *sputtering* en comparación con fotones, electrones y partículas con masa neutras. Las partículas expulsadas en general son neutras y se encuentran en su estado base. Una representación de estos procesos se muestra en la figura 2.16. [24]

La interacción de los iones con los electrones del material dan como resultado ionizaciones y excitaciones, que a su vez pueden producir emisión de rayos x o emisión de fotones.

En el intervalo de altas energías las dispersiones pueden describirse por medio de la teoría de Rutherford y en el de energías medias con la teoría de la dispersión de Compton. La razón entre la pérdida de energía electrónica en relación con la pérdida por interacciones nucleares es una función de la masa, la carga y la energía de la partícula.

La frecuencia de las colisiones inelásticas es baja, por lo que hace que las interacciones puedan tratarse como colisiones entre dos cuerpos, considerando la conservación de energía cinética y momento.

En las interacciones entre iones incidentes y el material del blanco existen diferentes regímenes en función de la energía del ión. Para poder expulsar un átomo del blanco es necesario que el ión incidente tenga una energía superior a la energía de enlace superficial (2 eV a 10 eV). [24] Para energías bajas, menores a 1 eV, el primer átomo con que interacciona recibe la mayor parte de su energía y se le llama régimen *knock-on*.

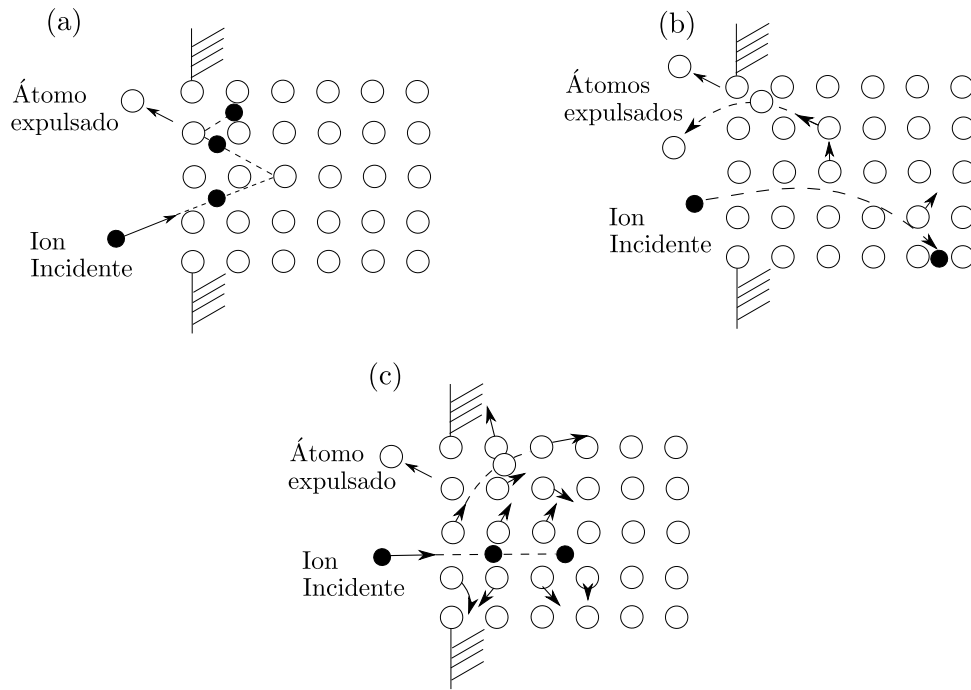


Figura 2.17: Figuras que representan los regímenes: a) *knock-on*, b) lineal y c) de “zona caliente” o *spike*

Para energías en el intervalo de 5 keV a 100 keV el ión incidente colisiona varias veces produciendo una cascada de átomos en retroceso. Estos pueden a su vez desplazar diferentes átomos del blanco, expulsando algunos otros de la superficie. A este intervalo se le conoce como régimen de cascada lineal. La cantidad de átomos desplazados es proporcional a la energía. Finalmente, el ión pierde energía, se termaliza y queda atrapado. Estas colisiones pueden formar defectos en el blanco, como vacantes y dislocaciones.

Para energías mayores a 50 keV el ión puede mover los átomos en bloque. Además, se genera una región de colisiones de muchos cuerpos, llamada zona caliente o *spike*.

Por último, a energías mayores a 1000 keV, los iones interactúan con los electrones del material, que provoca excitaciones e ionizaciones. Esto provoca a su vez emisión de electrones, rayos X y fotones.

2.3.2.2. Eficiencia de *sputtering*

La eficiencia o rendimiento de *sputtering* se define como el número de átomos arrancados de la superficie entre el número de átomos incidentes. De esta manera se refleja que el número promedio de átomos removidos es proporcional a la cantidad de iones

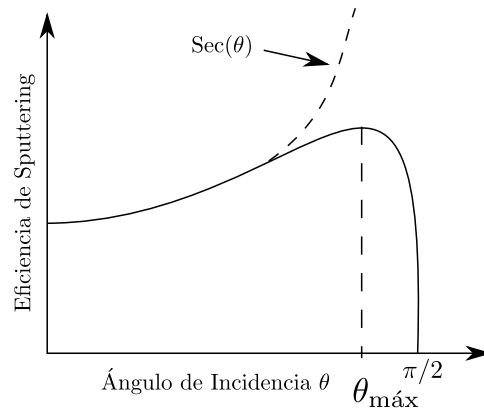


Figura 2.18: Dependencia de la eficiencia de Sputtering con el ángulo.

incidentes.

$$S = \frac{\text{átomos removidos}}{\text{iones incidentes}} \quad (2.10)$$

La eficiencia de *sputtering* depende de la energía de los iones, el material del blanco, el ángulo de incidencia de los iones, la estructura del blanco, así como la energía de ionización de los átomos del blanco. [23]

Como se mencionó, la eficiencia de *sputtering* aumenta para iones pesados, comparado con neutrones, electrones o fotones.

La eficiencia de *sputtering* también cambia si en el blanco se tienen estructuras cristalinas y con diferentes orientaciones.

La relación entre la eficiencia de *sputtering* y la energía tiene un cierto comportamiento. Existe una energía umbral debajo de la cual no se expulsan átomos (como se mencionó, de 2 eV a 10 eV). Después de este umbral la eficiencia aumenta de manera cuadrática y alcanza un máximo. Finalmente decrece con mayor velocidad. [23] Cuando la energía es demasiada alta, los iones no son capaces de expulsar átomos del blanco, ya que penetran demasiado dentro del blanco o sólo interactúan con los electrones del material.

El intervalo de ángulos con el que los iones inciden sobre el blanco es de 0° a 89° respecto a la normal. El rendimiento presenta un máximo entre los 60° y 80° , ya que en estos valores se tiene una mayor incidencia de iones.

Tabla 2.6: Comparación de la eficiencia de *sputtering*, experimental y teórica, para Ar a 600 eV. [25]

Blanco	U (eV)	S_{exp}	S_{th}
U	5.4	0.97	1.71
Th	5.9	0.66	1.56
Au	3.8	2.43	2.19
Pt	5.9	1.56	1.54
Ir	6.9	1.17	1.32
Os	8.1	0.95	1.12
Re	8.1	0.91	1.12
W	8.7	0.62	1.04
Ta	8.1	0.62	1.12
Hf	6.4	0.83	1.41
Ag	3.0	3.40	2.83
Pd	3.9	2.40	2.17
Rh	5.8	1.46	1.45
Ru	6.6	1.30	1.27
Mo	6.8	0.93	1.22
Nb	7.5	0.65	1.10
Zr	6.3	0.75	1.30
Ge	3.9	1.22	1.99
Cu	3.5	2.30	2.16
Ni	4.4	1.52	1.70
Co	4.4	1.33	1.68
Fe	4.3	1.23	1.70
Cr	4.1	1.30	1.74
V	5.3	0.70	1.32
Ti	4.9	0.45	1.25
Si	4.6	0.53	1.24
Al	3.3	1.24	1.67

2.3.2.3. *Sputtering* DC por magnetrón

Existen diferentes configuraciones para *sputtering*, como *sputtering* DC, donde una fuente de corriente directa suministra una diferencia de potencial en el intervalo de 0.5 kV a 5 kV. Como se mencionó en la cámara se introduce gas Argón, por medio del voltaje se induce una descarga. La descarga se sostiene por medio de los electrones que se emiten y son acelerados desde la superficie del blanco. Los electrones primarios entran en la región del gas e ionizan sus átomos, se forma una región de plasma. Los iones positivos generados se aceleran hacia el cátodo (el blanco) y los átomos expulsados se condensan en el sustrato para formar una película delgada. [23]

La tasa de depósito para algunos metales con *Sputtering* DC y RF es menor a 1000 Å/min. Esta tasa puede incrementarse añadiendo electrones por emisión de campo o por emisión termo-iónica con un filamento independiente. Se puede aumentar la ionización por electrones con la ayuda de un campo magnético, ya que se incrementa el camino de los electrones con un campo magnético axial. De esta manera los electrones seguirán una trayectoria helicoidal antes de llegar al ánodo. Además, este campo magnético mantiene alejados a los electrones de las paredes de la cámara, reduciendo su pérdida. Combinando campos magnéticos y eléctricos se pueden mantener los electrones cerca del blanco. En la figura 2.19 se observa el sistema *sputtering* con magnetrón; se puede observar la configuración general de los polos magnéticos y la posición del escudo. En la parte cercana al blanco donde se concentra el plasma se forma un área de mayor erosión llamada comúnmente *racetrack*. La ventaja del sistema con magnetrón es que se tiene un plasma denso cerca del blanco, lo que disminuye la pérdida de energía y aumenta la cantidad de átomos expulsados del blanco. Un problema con esto es que limita la cantidad de material que se utiliza. El sistema de magnetrón *sputtering* se usa ampliamente en la industria, ya que es rápido, económico y se puede usar en grandes escalas. [23]

Actualmente se tienen dos principales configuraciones de este tipo: magnetrón convencional y magnetrón no balanceado. La diferencia de estos sistemas se debe al cambio en las intensidades de los polos del magnetrón entre uno y otro. [26]

2.3.3. Cañón de electrones (níquel)

Esta técnica consiste en evaporar el material al calentarlo haciendo incidir un haz de electrones. Por este método es posible evaporar algunos materiales metálicos, cerámicos y vidrios. El proceso se resume en que un filamento genera electrones usando la emisión

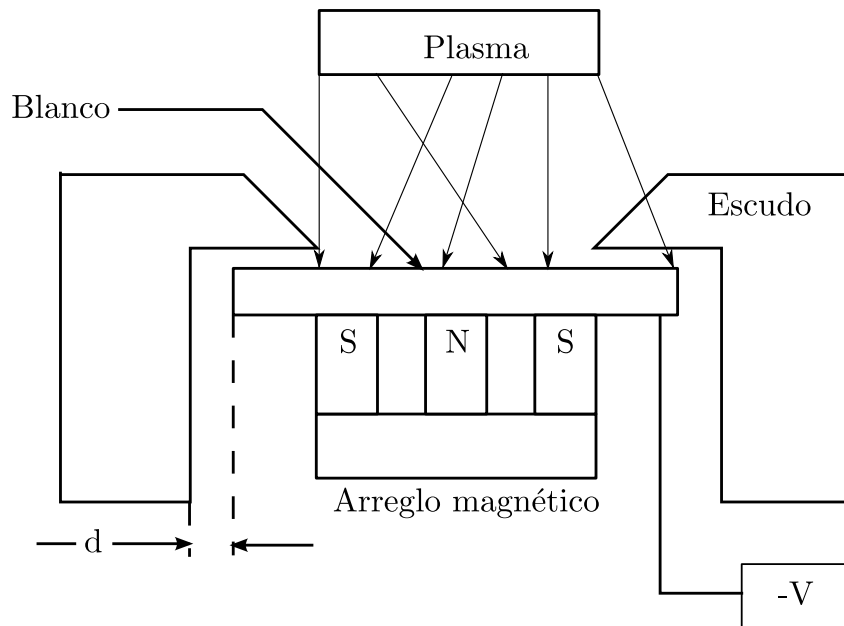


Figura 2.19: Diagrama de la fuente de *sputtering tipo magnetrón*. Basado en las figuras de [23]

termo-iónica; éstos se aceleran con diferencias de potencial en el intervalo de 10 kV a 20 kV. Para generar los electrones se utilizan generalmente potencias de 10 kW a 50 kW. Finalmente se usan campos magnéticos o eléctricos para dirigir el haz a la superficie del material a evaporar. En muchos sistemas el haz se desvía 180°, para impedir el depósito de material en el filamento. Además, el haz puede moverse sobre el material para producir una mayor área de calentamiento. En la figura 2.20 se muestra una representación de este sistema particular. El material a evaporar debe colocarse en un crisol, en algunos casos el crisol se refrigera para evitar reacciones entre los dos materiales. [21]

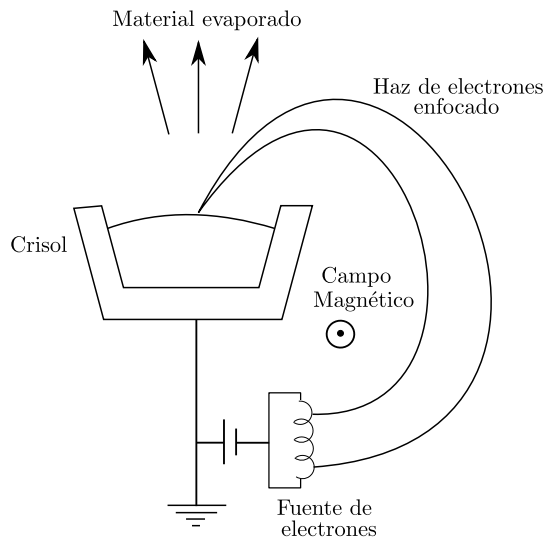


Figura 2.20: Sistema particular utilizado en la evaporación con cañón de electrones. Basado en las figuras de [21].

2.4. Técnicas de análisis

2.4.1. Técnicas de Análisis con Haces de Iones

Existe una extensa variedad de técnicas de análisis basadas en el uso de haces de partículas. La mayoría utilizan el mismo principio; hacer incidir una haz de iones con energías del orden de megaelectronvolts (MeV) sobre la muestra. Estos iones al penetrar en la muestra pierden energía y se desvían. Al detectar las partículas y su distribución de energías con la que se dispersan o reemiten es posible obtener información de la muestra.

Algunas de las técnicas de análisis de materiales basadas en el uso de haces de iones que existen son: dispersión de Rutherford (desarrollado por Geiger y Marsden, 1913), Channeling (Stark, 1912), emisión de rayos x inducida por iones (Chadwick, 1912) y análisis con reacciones nucleares (Rutherford, 1919).[27]

Parte importante de las técnicas de análisis con haces de iones son las tecnologías implicadas, como los detectores de partículas, aceleradores de partículas y sistemas de vacío (que se mencionaron antes).

2.4.2. Fuentes de radiación

Existen diferentes tipos de radiación. Podemos clasificar en radiación de partículas cargadas y radiación sin carga. Entre la radiación por partículas cargadas tenemos electrones, positrones e iones masivos. Por otro lado, entre la radiación sin carga la más importante es la radiación electromagnética y la debida a neutrones. [28]

Las fuentes de radiación son diversas. En general funcionan por medio de procesos cuyos resultados son un tipo o varios de radiación. La emisión de electrones puede provocarse por decaimiento β , conversión interna o emisión de electrones Auger. [28]

Entre las fuentes de partículas cargadas existen procesos como el decaimiento alfa y la fisión espontánea de núcleos.

Por otra parte, la radiación electromagnética puede generarse por decaimiento β , por la aniquilación de una partícula con su anti-partícula, por el decaimiento de un núcleo excitado producto de una reacción nuclear o debido a la interacción de electrones rápidos con materia (*Bremsstrahlung*). Además, existen otros procesos en que los electrones atómicos se excitan. Cuando el sistema regresa a su estado de menor energía puede reemitir la energía en forma de radiación electromagnética característica. Un caso especial que produce radiación electromagnética es la aceleración de electrones en órbitas circulares, llamada radiación de sincrotrón.

La emisión de neutrones puede producirse a partir de la fisión espontánea de un núcleo transuránico, como el ^{252}Cf , que tiene una vida media de 2.56 años. Existen otro tipo de fuentes, que producen neutrones al reaccionar con partículas α ; uno de los materiales que presenta la mayor eficiencia en esta reacción es el ^9Be . Para crear este tipo de fuentes se mezclan estos materiales con fuentes de partículas α . Otro tipo de fuentes de neutrones son las fuentes de fotoneutrones, éstas funcionan proporcionando la energía de excitación a partir de una fuente de rayos gamma. [28]

2.4.3. Interacción radiación materia

Como se mencionó anteriormente, las variables que determinan la interacción entre iones y átomos son la velocidad, la energía y el tipo de ion, el tamaño del átomo blanco, entre otras. De esta manera podemos clasificar el tipo de interacciones en función de la masa del ión y de su energía.

Si tenemos interacciones con energías del orden de keV y MeV las fuerzas que intervienen en el proceso son electromagnéticas y nucleares.

Una de las diferencias entre la radiación por partículas cargadas y la radiación neutra

es la forma en que interaccionan con la materia, ya que las primeras lo hacen por medio de la fuerza de Coulomb, mientras que las segundas necesitan una reacción intermedia para producir radiación con carga.

Los rayos gamma y X pueden transferir toda o parte de su energía a electrones del medio. La radiación electromagnética tiene tres formas de interacción: efecto fotoeléctrico, efecto Compton y producción de pares. El tipo de interacción es función de la energía de la radiación y el elemento donde incide.

Por su parte, los neutrones pueden producir partículas cargadas al incidir sobre materia.

2.4.4. Detectores de partículas

El principio básico de funcionamiento de los detectores de radiación consiste en transferir parte de la energía de ésta al material del detector. Cuando una partícula cargada colisiona con los electrones de los átomos del detector induce excitaciones e ionizaciones. Por su parte, cuando una partícula neutra llega al detector, por medio de reacciones con el material produce partículas cargadas, que pueden ser detectadas.

En el detector la radiación genera una carga en un cierto intervalo de tiempo. Esta carga es la que debe de colectarse y aparece como un pulso.

Existen dos modos principales de operación de un detector: es posible medir la corriente que se genera en el detector con un amperímetro, o analizar las características de la carga generada por medio de un circuito.

El circuito equivalente de un detector consiste en una capacitancia conectada a una resistencia. Para medir la energía del pulso la constante RC debe de ser mucho mayor al tiempo en que se genera el pulso. De esta manera, el capacitor se descarga por la resistencia y la tensión máxima en la resistencia es función de la capacitancia total y de la carga. Si la capacitancia se mantiene constante, la carga colectada depende de la energía de la radiación.

Como resultado se obtiene una distribución con el número de pulsos como función de su energía.

En general existen diferentes factores que definen el funcionamiento de un detector como la sensibilidad, el tiempo de respuesta, la resolución en la energía, entre otros.

La resolución en la energía de un detector es una característica propia; está relacionada con el ancho del pulso y se debe a las fluctuaciones de energía.

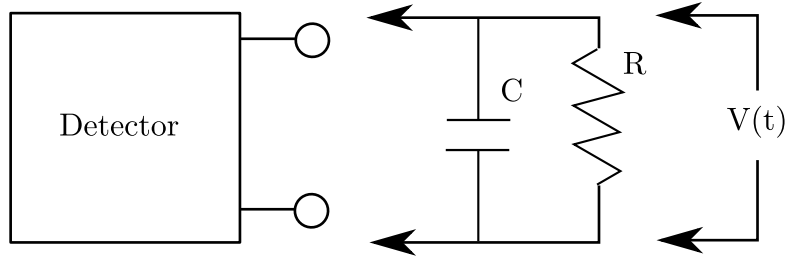


Figura 2.21: Circuito equivalente de un detector.

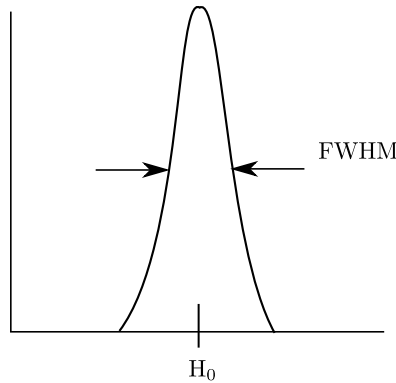


Figura 2.22: Definición de la resolución con base en el FWHM.

$$R = \frac{FWHM}{E_0} \quad (2.11)$$

Una forma de cuantificar la resolución de un detector es por medio de la anchura a la mitad del máximo o *Full Width at Half Maximum* (FWHM). Como se muestra en la figura 2.22.

El intervalo de energías que pueden medir la mayoría de los detectores va de 10 eV a 20 MeV; el límite inferior se debe a que 10 eV es el orden de energía mínima necesaria para producir ionización en la mayoría de los metales.

Existen diferentes tipos de picos; para los que se tienen una distribución Gaussiana, $FWHM=2.35\sigma$, donde σ es la desviación estándar. Para distribuciones de Poisson la resolución está dada por $R=2.35/\sqrt{N}$, donde N es la cantidad de portadores de carga producidos. [20]

La eficiencia absoluta del detector se define como la proporción de partículas detectadas entre el número total de partículas emitidas por la fuente. Ésta tiene como contribución la eficiencia intrínseca. Ésta a su vez, se define como la cantidad de eventos registrados entre el número de eventos en el detector. Para fuentes isotrópicas la

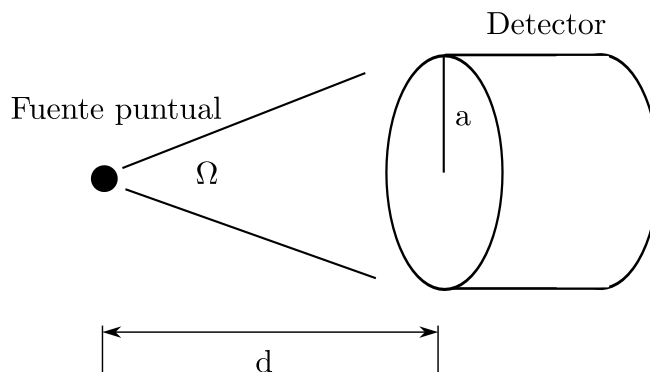


Figura 2.23: Geometría de un detector frente a una fuente puntual.

eficiencia absoluta se expresa como sigue:

$$\epsilon_{Absoluta} = \epsilon_{Intrinseca} \frac{4\pi}{\Omega} \quad (2.12)$$

El ángulo sólido para una fuente puntual y un detector con área circular, puede obtenerse por la siguiente relación:

$$\Omega = 2\pi \left(1 - \frac{d}{\sqrt{d^2 + a^2}}\right) \quad (2.13)$$

Donde d es la distancia entre el detector y la fuente, y a es su radio. Como se muestra en la figura 2.23.

El tiempo de respuesta es el tiempo requerido por el detector para formar la señal. Por otra parte, el tiempo requerido para procesar un evento se define como tiempo muerto. Durante este tiempo el detector puede o no ser sensible a nuevas señales (“no paralizables” o “paralizables respectivamente”). En general cada elemento del sistema de detección tiene su propio tiempo muerto.

En la figura 2.24 se trata de ilustrar las diferencias entre detectores no paralizables y paralizables. Donde τ es el tiempo muerto. En el primer caso, cuando dos pulsos se registran en un tiempo menor a τ éstos se superponen. En el segundo sólo se registra un pulso durante el intervalo τ .

Existen diferentes tipos de detectores, por ese motivo el tipo de detectores que se utilizan en un experimento dependen del tipo de iones que se desean detectar.

Los detectores de partículas por ionización fueron los que se usaron durante la primera mitad del siglo XX. Básicamente se tenían tres tipos: la cámara de ionización, contador proporcional y el contador Geiger - Muller. Actualmente estos detectores solo

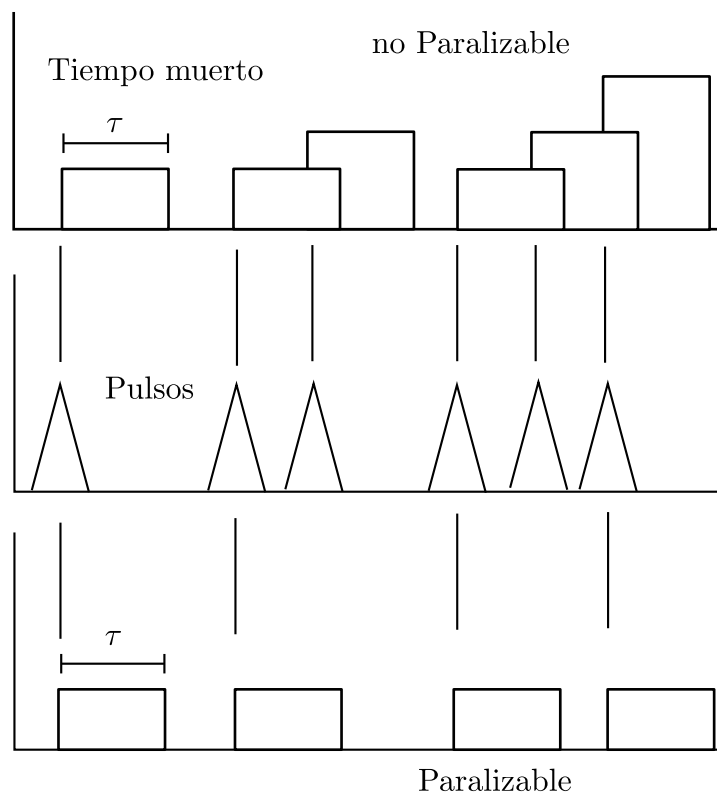


Figura 2.24: Diagrama que ilustra las diferencias entre un detector paralizabale (abajo) y no paralizabale (arriba) más claramente.

se usan como monitores de radiación o en aplicaciones especiales.

Con el tiempo se desarrollaron nuevos tipos de detectores, como los detectores centelladores (1940) y las cámaras de alambres múltiples (cámara de hilos), con las cuales es posible determinar la trayectoria de las partículas. [7]

Los detectores por centelleo, están compuestos por un material que produce una señal luminosa cuando incide radiación sobre él. Después, la señal luminosa se convierte en una diferencia de potencial por medio de otro dispositivo. Existen materiales centelladores orgánicos e inorgánicos,

En este trabajo se habla principalmente de detectores semiconductores y del detector de barrera superficial, que fueron con los que se trabajó.

2.4.4.1. Detectores centelladores

Estos detectores funcionan por medio de la emisión de una señal luminosa cuando incide radiación sobre él, por medio del fenómeno de luminiscencia y fluorescencia.

Cuando incide radiación gamma en un centellador, puede liberar electrones que a su vez excitan otras moléculas que decaen por foto-emisión.

Existen dos modelos de centelladores para describir las interacciones de la radiación gamma. El caso de un centelleado delgado o en el que se tiene uno grueso.

Es necesario además otro tipo de detector que convierta la señal luminosa en una señal eléctrica. En los detectores centelladores es preferible que la conversión de la señal sea lineal, el coeficiente de reflexión del material debe ser cercano al del vidrio y debe de tener una buena calidad óptica.[20] Existen centelladores orgánicos e inorgánicos. En los orgánicos se utiliza como base el carbono, aunque sólo el antraceno y el estilbena se usan como centelladores orgánicos puros. También se pueden usar centelladores líquidos, al agregar algún polímero. [20]

Los centelladores inorgánicos son materiales dieléctricos. Uno de los centelladores inorgánicos más difundidos es el NaI(Tl), utilizado frecuentemente en espectroscopia γ . La eficiencia del NaI puede incrementarse añadiendo un activador como el talio. En algunos centelladores plásticos la señal de salida tiene una longitud de onda en el intervalo de 350 nm a 480 nm. De hecho, la señal luminosa de salida generalmente tiene una longitud de onda de 410 nm. Otro material muy usado es el CsI(Tl). Éste tiene la ventaja de poder utilizarse para distinguir distintas partículas incidentes.

Las interacciones en los diferentes tipos de centelladores son distintas. Por ejemplo, en los centelladores plásticos la mayoría de los electrones expulsados se producen por efecto Compton. En el espectro esto se observa en la sección conocida como *Compton edge*. Donde se produce la mayor transferencia de energía. Por otro lado, en el NaI(Tl) se puede depositar completamente la energía de la radiación gamma, por medio del efecto fotoeléctrico. Lo que provoca que se formen fotopicos en el espectro.[5]

2.4.4.2. Tubos fotomultiplicadores

Este tipo de detectores tiene la función de convertir una señal luminosa en una señal eléctrica. Básicamente se compone de un material que genera electrones cuando incide luz sobre él (foto cátodo), un sistema para enfocar estos electrones, otro sistema de electrodos que aumenten la cantidad de electrones (dinodos) y finalmente un ánodo colector. El foto-cátodo funciona por efecto fotoeléctrico; por tal motivo es necesario un material con una función de trabajo menor que la energía de la luz incidente. En los dinodos se generan δ electrones por cada incidente, generalmente de 4 a 6. Si se tienen N dinodos, la ganancia total resulta $G=\alpha\delta^N$, donde α es la eficiencia de colección. Algunos de los materiales usados en los dinodos son BeO, MgO, Cs₃Sb y GaP. En la mayoría

de los fotomultiplicadores el pico de eficiencia se encuentra en ~ 400 nm y al menos 100 fotones se requieren para obtener un pulso útil. Finalmente, existen diferentes tipos de fotomultiplicadores con diversos diseños.

2.4.4.3. Detectores semiconductores

Éstos son los detectores con mayor sensibilidad y respuesta. Están compuestos por un material semiconductor como germanio o silicio, comenzaron a utilizarse alrededor de 1950 y se basan en la producción de cargas libres. Un semiconductor se distingue por su estructura de bandas de energía, la separación de la banda de conducción y valencia es pequeña. Cuando se libera un electrón se tienen dos tipos de portadores, el electrón y el hueco, que pueden moverse más fácilmente en presencia de un campo eléctrico. Existen semiconductores de tipo n y tipo p, en los que se agrega un material contaminante donador o aceptor de electrones, lo que aumenta la cantidad de electrones en el tipo n o el número de huecos en el tipo p. Cuando incide radiación en el semiconductor, la energía transferida (debe ser mayor a la energía de ionización promedio) genera pares electrón - hueco. El número de pares generado es proporcional a la energía de la radiación incidente. [20] Existen diferentes variedades entre los que se encuentran los detectores semiconductores: de barrera superficial, de germanio-litio (Ge(Li)), de silicio-litio (Si(Li)) y de germanio hiperpuro. Este tipo de detectores tiene una eficiencia mayor que la de los detectores gaseosos debido a la mayor densidad del material sólido. En la actualidad existen sistemas en que este tipo de detectores son enfriados por efecto Peltier o por medio de nitrógeno líquido, ya que al operar el detector a temperaturas bajas se logra disminuir el valor del ruido. [29]

Otro de los detectores más usados para espectroscopía gamma es el cristal de germanio hiper-puro. Donde la radiación libera electrones que a su vez crea pares electrón hueco y dirigidos al ánodo por un potencial en el intervalo de 2 kV a 4 kV. En los espectros obtenidos por estos detectores se observan picos estrechos debidos al efecto fotoeléctrico, que corresponden a las energías de los fotones incidentes. Este tipo de detectores se usa ampliamente en espectroscopía por ensanchamiento Doppler. [5]

2.4.4.4. Detector de barrera superficial

Estos detectores se usan para detectar partículas cargadas, ya sean positivas o negativas, como radiación alfa, electrones u otros iones pesados.

Se utiliza generalmente en ambientes de vacío y pueden trabajar a temperatura

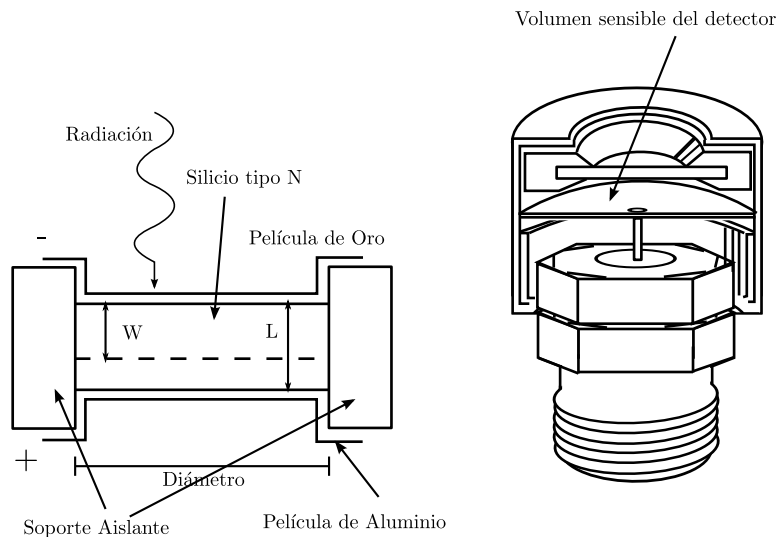


Figura 2.25: Representación del detector de barrera superficial. Se puede observar que el volumen de silicio tiene dos películas metálicas, que funcionan como electrodos. [20]

ambiente. [29] Este tipo de detector se fabrica a partir de una superficie cristalina de tipo n, evaporando una película delgada de oro (50 nm) sobre una oblea de silicio ligeramente oxidada, como se presenta en la figura 2.25. [20]

2.4.5. Electrónica asociada

La señal que registran los detectores en algunos casos es pequeña. Por ésto es necesario el amplificar y dar forma a estos pulsos. En los circuitos conectados a los detectores se puede convertir una señal lineal a una señal lógica. Existen diferentes estándares usados en la electrónica de detectores; una de las normas más usadas es el NIM (modulo de instrumentación nuclear).

En la primer etapa se utiliza un pre amplificador, que aumenta la amplitud del pulso de voltaje del detector. Estos pueden ser sensibles al voltaje o sensibles a la carga. En la mayoría de los detectores su capacitancia es constante. En otros casos, como en los detectores de barrera superficial, la capacitancia cambia. Por esto existen pre amplificadores sensibles a la carga. Otra de las funciones que tienen los pre-amplificadores es la de suministrar la diferencia de potencial para polarizar al detector

Después del preamplificador se utiliza un amplificador; la salida del amplificador es una señal lineal en el intervalo de 0 V a 10 V en la norma NIM. Existen dos tipos de circuitos amplificadores; los de tipo diferenciador y los integradores. En los primeros se

produce una señal proporcional a la derivada de la señal de entrada y funciona como un filtro pasa altos. En el segundo se produce una señal que corresponde a la integral de la señal de entrada y funciona como un filtro pasa bajos. Se pueden combinar ambos tipos de amplificadores para obtener una baja relación señal - ruido.

El analizador monocanal recibe la señal lineal del amplificador y la convierte en una señal lógica. Produce una señal de altura constante al recibir una señal que entra dentro de un intervalo específico. Por otra parte existe el analizador multicanal, que clasifica las señales en función del intervalo en que se encuentre su amplitud y cuenta la cantidad de pulsos en cada intervalo.

Existen otros dispositivos, como el analizador de coincidencias, que produce una señal cuando dos señales se registran en el mismo intervalo de tiempo.

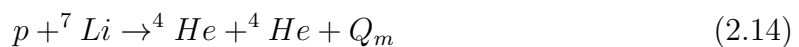
Un factor que debe tenerse en cuenta es el tiempo de transmisión de la señal, la velocidad promedio del pulso es de 2×10^8 m/s; entonces el tiempo que le toma recorrer un cable de 1 m es de 5 ns.[5]

2.4.6. Aceleradores de partículas

El propósito de un acelerador es dirigir partículas cargadas específicas y de energía definida sobre un blanco. En general se pueden utilizar arreglos de campos eléctricos o magnéticos.[30]

Un hecho importante en la historia de los aceleradores de partículas fueron los experimentos de Ernest Rutherford y sus colaboradores en el descubrimiento del núcleo atómico en 1911, ya que fue la base del desarrollo de técnicas de análisis en las que era necesario el uso de aceleradores de partículas. En los primeros experimentos de Física Nuclear se utilizaban fuentes naturales y rayos cósmicos como fuentes de partículas, lo que llevó a la necesidad de construir dispositivos que permitieran mejorar las condiciones experimentales. [20]

J. Cockcroft y E. Walton, 21 años después del descubrimiento del núcleo atómico (en 1932) lograron construir el primer acelerador de iones positivos. Podían acelerar protones a energías entre 100 keV y 500 keV. [20] Con este acelerador fue posible bombardear isótopos de litio (${}^7\text{Li}$) con protones y producir la primera transmutación nuclear con el uso de un acelerador. ⁶ Esta reacción se representa por la siguiente fórmula: [31]



⁶Por este logro Cockcroft y Walton fueron galardonados con el premio Nobel de Física en 1951.

Donde Q_m es la energía debida a la diferencia de masa de las partículas iniciales y resultantes; se entiende que de esta reacción resultan dos átomos de helio. [31]

Las partes básicas, simplificadas de un acelerador de partículas incluyen:

- 1) Fuente de tensión
- 2) Fuente de iones
- 3) Electrodo

Otras partes importantes de un acelerador es el sistema de vacío, sistema de transporte de haz y cámaras de experimentación.

El principio básico de funcionamiento de un acelerador es la interacción de las partículas cargadas con los campos eléctricos y magnéticos. [31]

Los cinescopios y los tubos de rayos X funcionan con el mismo principio, pero en general no se les considera aceleradores de partículas. [31]

La energía cinética que recibe una partícula con carga Ze , en un campo eléctrico con potencial V es $T = ZeV$. Entonces la energía de las partículas aceleradas es proporcional a su carga y no a su masa. Las unidades de energía usadas en la tecnología de aceleradores son los electronvolts (eV). [31]

Es necesario que el sistema acelerador se mantenga en vacío, ya que el camino libre medio de los iones es inversamente proporcional a la presión del sistema. Como se vio antes el camino libre medio esta dado por la ecuación 2.8.

Los aceleradores pueden clasificarse por la energía cinética que imparte a las partículas; baja energía para energías menores a 100 MeV, energías medias en el intervalo de 100 MeV a 1000 MeV y las altas energías son mayores que 1 GeV. [30]

Es posible clasificarlos como electrostáticos, circulares, lineales, entre otros. [31]

Entre los tipos de aceleradores podemos encontrar los aceleradores lineales (desarrollados por Sloan y Lawrence), el ciclotrón y el acelerador Van de Graaff. [31]

El primer acelerador del tipo lineal fue capaz de acelerar iones de mercurio a energías de 1.3 MeV.

En 1931 E. Lawrence diseñó el acelerador ciclotrón, que utiliza campos eléctricos y magnéticos; se basa en el hecho de que partículas cargadas en un campo magnético siguen trayectorias circulares.

Existen aceleradores de varias etapas como el Peletrón; que está formado por dos terminales que se cargan al mismo potencial por medio de una o varias cadenas formadas por barras metálicas y de plástico alternadas. Al comienzo de la línea se tiene una fuente de iones negativos, los que se aceleran por medio de la primer terminal, después

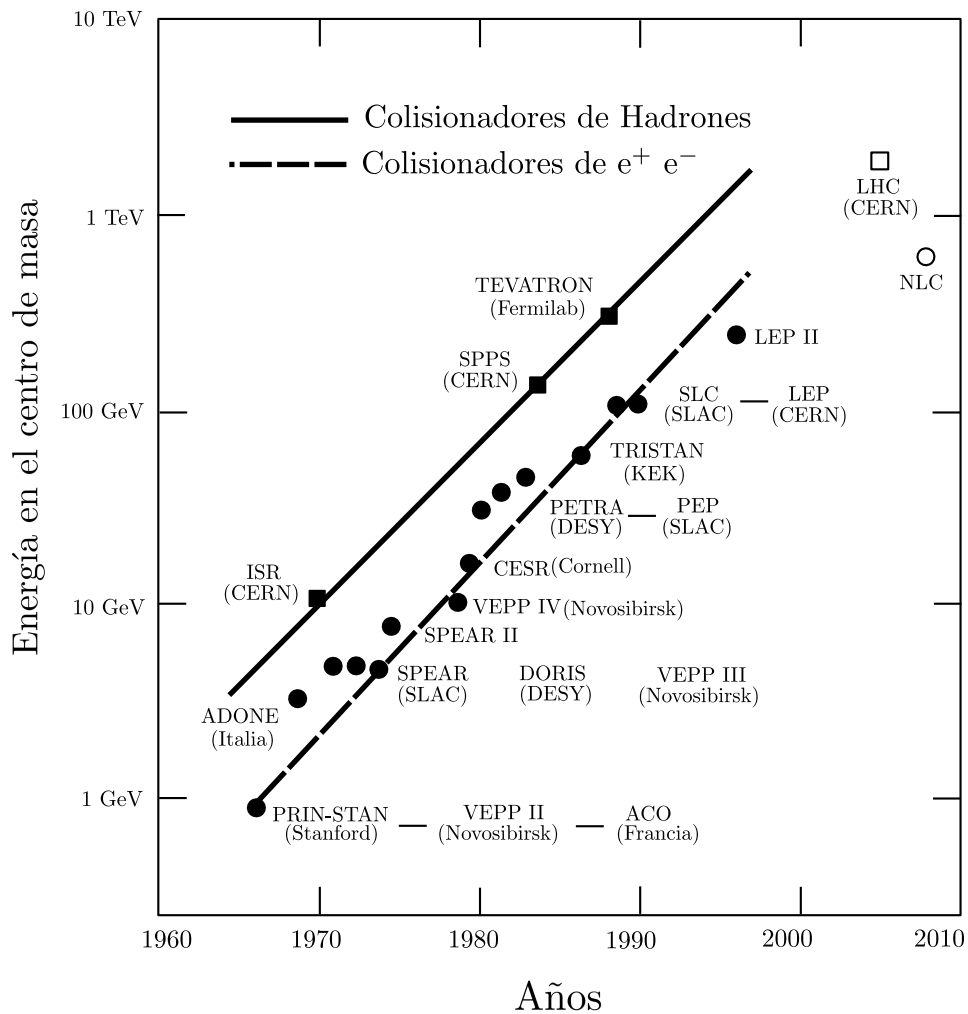


Figura 2.26: Gráfica de Livingston que muestra la evolución en la energía para algunos aceleradores. [31]

los iones del haz pasan por un convertidor a iones positivos, los cuales son acelerados por la segunda terminal. Este tipo de acelerador genera iones con mayor energía con el mismo potencial que los aceleradores del tipo Van de Graaff, del que se habla con más detalle adelante. [20]

Finalmente, existen otros tipos de aceleradores más modernos como el sincrotrón y el betatrón. [20] La figura 2.26 es la gráfica de Livingston que muestra la evolución en la energía de los diferentes aceleradores.

Los aceleradores de partículas actualmente se utilizan para el estudio de reacciones nucleares, reacciones atómicas, caracterización de sólidos, entre otros.

2.4.6.1. Acelerador Van de Graaff 5.5 MV

El termino Van de Graaff se debe a su inventor Robert Van de Graaff, quien diseñó este tipo de acelerador en la década de los 1930 en la Universidad de Princeton. Es importante saber que el límite en la diferencia de potencial producido en aceleradores electrostáticos es de 25 MV. [20]

El Instituto de Física de la UNAM cuenta con cinco aceleradores, uno del tipo Pelletron, tres Van de Graaff de 0.7 MV, 2 MV y 5.5 MV y un acelerador localizado en el laboratorio LEMA. El acelerador de 5.5 MV puede acelerar iones positivos de hidrógeno, deuterio, ^3He y ^4He . [20]

Una de las características de este tipo de aceleradores es la generación de una elevada tensión por medio de la acumulación de carga. A partir de una fuente de alta tensión (~ 30 kV) se induce carga en una banda de material aislante; la banda está compuesta de varias capas de material hulado. Se induce la carga por efecto corona, por medio de alambres en una malla que generan un campo eléctrico intenso sin tocar la banda.

La banda está colocada sobre dos poleas; una inferior y otra superior. La inferior está conectada a un motor impulsor de 25 kVA que gira a 1800 rpm.

En la parte superior se tiene una malla flexible en contacto con la banda, que la descarga en el domo metálico. Los electrones del domo neutralizan la carga positiva de la banda, lo que genera cargas positivas distribuidas uniformemente.

Es así como esta carga se transporta por medio de la banda y se acumula en la terminal de alta tensión. Dónde el potencial está dado por $V = Q/C$; C es la capacitancia de la terminal, que depende de la geometría del domo y del tanque del acelerador. En este caso la terminal tiene la forma de un cilindro con una media esfera arriba. La terminal está aislada dentro de un tanque por medio de gas dieléctrico a alta presión. Con este tipo de aceleradores se pueden obtener haces de partículas con energías muy estables. [20]

Las partes principales del acelerador Van de Graaff 5.5 MV del Instituto de Física de la UNAM se muestran en la figura 2.27 y son las siguientes:

- a) Acelerador de partículas
- b) Líneas
- c) Líneas de transporte de haz
- d) Sistema de vacío (bombas mecánicas y de difusión)
- e) Electroimán selector de energía
- f) Rejillas para regulación del haz

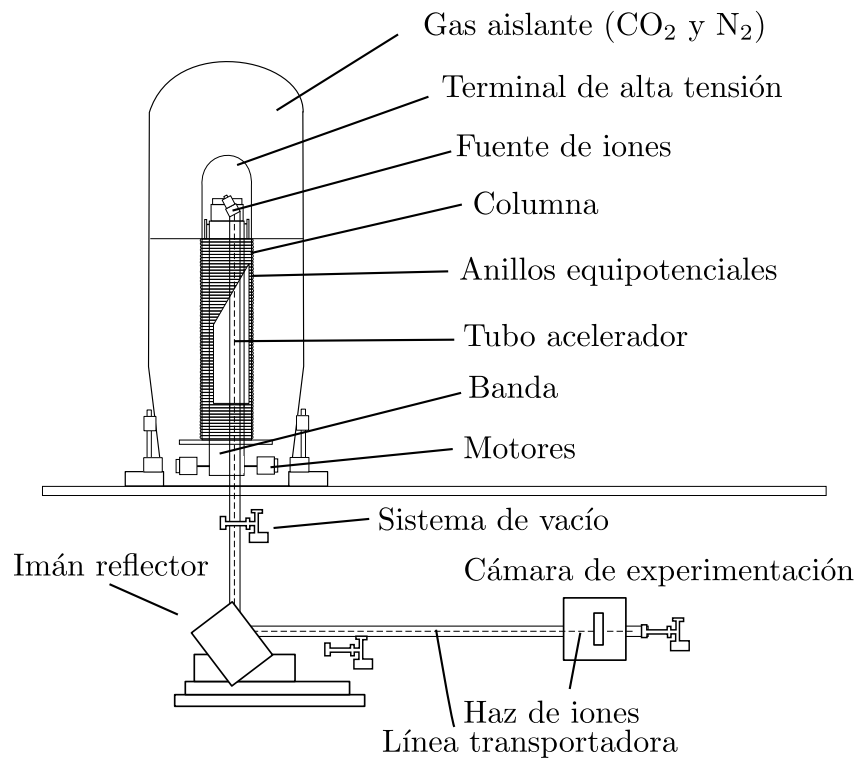


Figura 2.27: Esquema de las partes del acelerador Van de Graaff 5.5 MeV del IF.

- g) Sistema de estabilización electrónica de alto voltaje
- h) Óptica de iones (dipolos y cuadrupolos)
- i) Cámara de experimentos
- j) Jaula de Faraday para integrar corriente
- k) Detectores de partículas y electrónica (fuente, amplificador, analizadores multicanal y computadora)

Dentro del tanque del acelerador se encuentra la columna del acelerador, formada por aros de acero inoxidable denominados platos equipotenciales, que tienen un diámetro de 50 cm. Se encuentran conectados por resistencias de alrededor de 1000 M Ω , lo que genera un gradiente de potencial de aproximadamente 15.75 kV/cm.

El acelerador Van de Graaff 5.5 MV tiene 131 discos equipotenciales, lo que da una columna cercana a 7 m. Dentro de la columna hay espacio para la banda y para el tubo acelerador

La columna y la terminal de alta tensión se presurizan con gas dieléctrico (en este caso se utiliza nitrógeno) dentro de un tanque y a una presión de 10 atmósferas.

El lugar donde se ioniza el gas para obtener los iones positivos se denomina fuente de iones. La primer parte está compuesta por cuatro tanques que almacenan los gases: hidrógeno, deuterio, ^3He y ^4He . El gas que se utiliza se hace pasar por medio de una válvula térmica a una botella, en la que por medio de una señal de radiofrecuencia se ioniza (con una frecuencia de 145 MHz y amplitud de 2 kV).

El sistema para ionizar el gas está formado por la botella de cuarzo de 3 cm de diámetro y 12 cm de largo. Además el sistema tiene imanes permanentes, válvulas termoeléctricas, oscilador de radiofrecuencia, fuentes de corriente directa para el control del haz, la válvula termoeléctrica y el sistema de enfoque.

Se utiliza una fuente de hasta 7000 V para separar las cargas del plasma. Por medio de esta diferencia de potencial se controla la corriente en el haz. Los campos magnéticos en la botella de cuarzo se usan para enfocar el plasma en el eje central, este sistema se representa en la figura 2.28.

Los elementos eléctricos en la fuente de iones se alimentan por un generador conectado a la polea superior y esta conectada a la banda. Este generador tiene como salida 110 V, con una frecuencia de 420 Hz y una potencia de 1 kW. La generación de la energía en la fuente de alta tensión es necesaria; no puede llevarse por algún conductor, ya que si se tuviera uno, por este se descargaría la terminal de alto voltaje.

Así los iones se enfocan y aceleran con campos eléctricos dentro del tubo acelerador. Las partes metálicas están conectadas a los anillos equipotenciales y éstos a su vez están

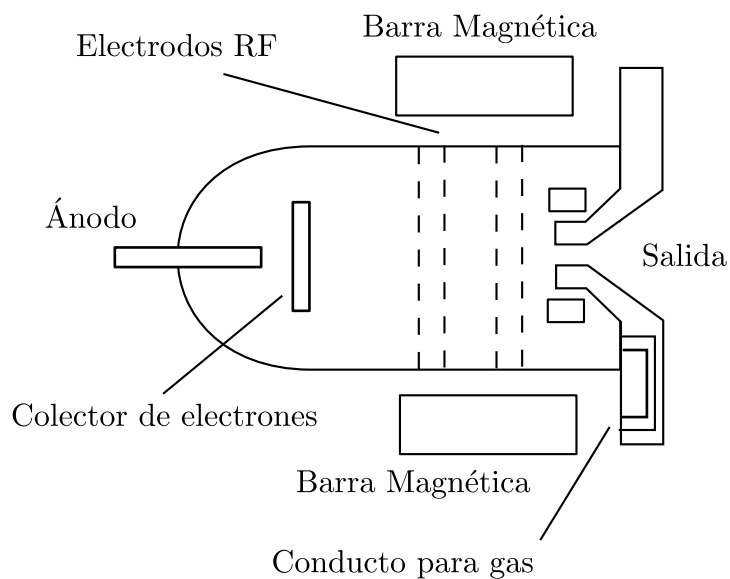


Figura 2.28: Diagrama del tubo donde se ioniza el gas.

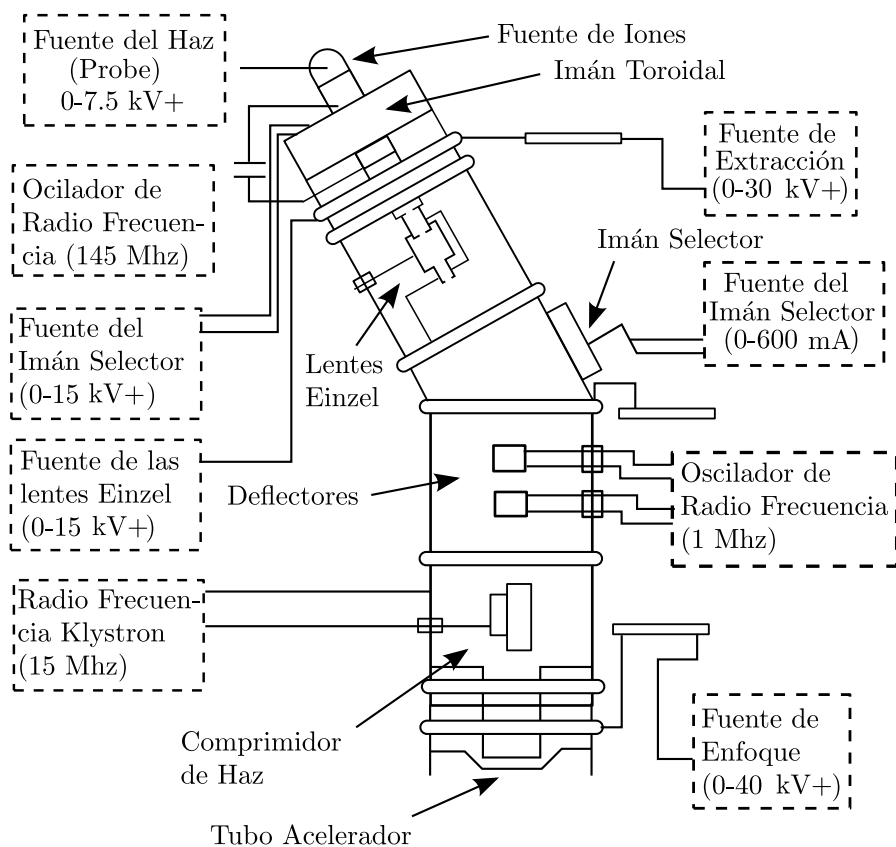


Figura 2.29: Representación de la fuente de iones localizada dentro de la fuente de alta tensión.

conectados entre sí por medio de resistencias, formando un divisor de potencial.

El tubo acelerador está construido por una serie de tubos de vidrio intercalados con electrodos metálicos circulares, que se corresponden con cada disco equipotenciales. El diámetro del tubo acelerador es de 20 cm.

La forma de regular la corriente del haz es por medio del flujo de gas que se ioniza y por el voltaje de extracción.

Como ya se mencionó, la energía final de los iones positivos es eV , donde V es el potencial almacenado en la terminal de alta tensión. [20]

De esta manera el haz se hace pasar por un sistema de transporte, que consiste en tubos de aluminio y acero inoxidable; se encuentran en vacío. Para hacerlo llegar hasta la cámara de experimentación. En general se tienen tres sistemas de vacío; cada uno cuenta con bombas de vacío mecánicas y de difusión, sensores de vacío y válvulas neumáticas.

El sistema de óptica de iones está formado por cuadrupolos eléctricos o magnéticos, que tienen la función de enfocar el haz de partículas, de manera análoga a lo que hacen las lentes con la luz.

En la base del acelerador se encuentra un electroimán, que tiene desvía el haz 90° y sirve para seleccionar las partículas con una cierta energía. La ecuación no relativista de esta desviación es la siguiente:

$$BR = 144\sqrt{\frac{mT}{z^2}} \quad (2.15)$$

Donde BR es la rigidez magnética (medida en kilogauss*cm), T es la energía cinética (MeV), m la masa (uam) y q la carga como múltiplos de e^- .

El acelerador Van de Graaff cuenta con un sistema de estabilización de energía que hace que las variaciones en energía sean comúnmente de una parte en diez mil. El sistema está formado por: puntas de corona, voltímetro generador, un condensador de fluctuaciones de potencial, rejillas que miden la corriente del haz, la fuente de polarización de la banda, retroalimentación por circuitos eléctricos y el electroimán selector de energías.

2.4.7. Rutherford Backscattering Spectroscopy (RBS)

Como se mencionó antes, en 1911 Rutherford y sus colaboradores Marsden y Geiger utilizaron una fuente de partículas alfa para tratar de comprobar el modelo atómico

de Thompson. La fuente de partículas que utilizaron fue una fuente radiactiva de radio de 7 mg, la cual emitía partículas alfa con una razón de 6 millones de partículas por segundo.

Al medir la cantidad de partículas desviadas como función del ángulo, después de hacerlas incidir sobre una película de oro, lo que se esperaba obtener (si la teoría de Thompson era cierta) era que las partículas serían desviadas sólo ligeramente. El resultado que se obtuvo fue que una partícula alfa de cada diez mil rebotaba a ángulos grandes. Este resultado es comparable a que una persona disparara balas a una almohada llena de plumas y resultara que algunas rebotan hacia él. De esta manera Rutherford llegó a la conclusión de que en la estructura del átomo deberían de existir regiones con mucha masa. De hecho, la mayor parte de la masa del átomo. De esta manera fue que se descubrió el núcleo atómico. [27]

El primer registro que se tiene sobre el uso de la retrodispersión de iones como técnica de análisis es de 1950 (Rubin) en el artículo "*Chemical analysis of proton scattering*". Igualmente Rubin reportó el uso de reacciones ion-ion e ion-gamma para su trabajo "*Chemical Analysis of Surfaces*" (1957).

Como se mencionó, esta técnica consiste en medir el número y la distribución en su energía de los iones retrodispersados por un material sólido, al hacer incidir un haz de iones bien definido. De esta manera es posible determinar, con algunas limitaciones, la masa atómica y concentración elemental de los constituyentes del blanco, como una función de su profundidad en la muestra. [27]

El estudio de la materia por medio de haces de partículas inicialmente estaba limitado por el uso de fuentes radiactivas naturales, las cuales eran poco intensas y con las cuales no era posible seleccionar la energía y el tipo de proyectiles adecuadamente. Este motivo fue importante en el desarrollo de los primeros aceleradores de partículas.[31]

La energía con la que los iones son retrodispersados por un blanco delgado está dada por la siguiente expresión:

$$E_3 = KE_1 \tag{2.16}$$

Donde E_1 es la energía del ion incidente y E_3 del ion retrodispersado, K es el factor cinemático de dispersión.

$$K = \frac{(M_2^2 - M_1^2 \sin^2 \theta)^{1/2} + M_1 \cos \theta}{M_2 + M_1} \tag{2.17}$$

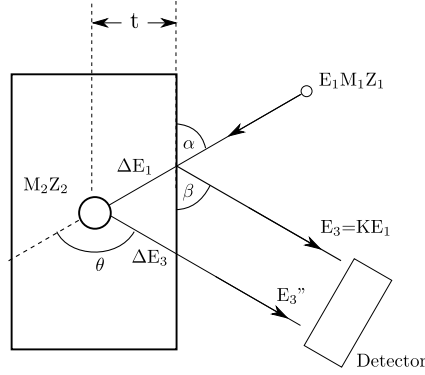


Figura 2.30: Ilustración esquemática de los parámetros en RBS

Donde M_1 es la masa del ion incidente, M_2 es la masa individual de los átomos del blanco y θ es el ángulo que los iones son desviados.

La concentración de los elementos en la muestra puede ser encontrada por medio de la sección eficaz de Rutherford σ . La sección eficaz diferencial esta dada por la siguiente ecuación.

$$\frac{d\sigma}{d\Omega} = \left(\frac{Z_1 Z_2 e^2}{4E}\right)^2 \frac{4}{\sin^4\theta} \frac{\{[1 - ((M_1/M_2)\sin\theta)^2]^{1/2} + \cos\theta\}^2}{[1 - ((M_1/M_2)\sin\theta)^2]^{1/2}} \quad (2.18)$$

Donde Z_1 y Z_2 son el número atómico de la partícula incidente y de los átomos del blanco respectivamente.

La distancia que recorre el ion dentro de la muestra depende de su pérdida de energía; esta cantidad está dada por el poder de frenado. El poder de frenado depende del tipo de partícula y el material en que penetra. Para partículas cargadas, el poder de frenado puede calcularse por medio de la ecuación de Bethe-Bloch:

$$-\frac{dE}{dx} = \frac{4\pi}{m_e c^2} \frac{nz^2}{\beta^2} \left(\frac{e^2}{4\pi\epsilon_0}\right)^2 \left[\ln\left(\frac{2m_e c^2 \beta^2}{I(1-\beta^2)}\right) - \beta^2\right] \quad (2.19)$$

Donde Ze es la carga y E la energía de la partícula, I es el potencial de excitación ϵ_0 es la permitividad del vacío, n es la densidad electrónica, $\beta = v/c$, e y m_e son la carga y la masa en reposo del electrón.

En el modelo de Rutherford se considera que las partículas son dos cargas puntuales que interactúan por la fuerza de Coulomb. Cuando la distancia de colisión es menor que la suma de los radios nucleares, la interacción de las fuerzas nucleares provoca un cambio en la sección eficaz de Rutherford. En el caso de iones con energía del orden de MeV's, esto se observa en iones y elementos con números atómicos pequeños. En

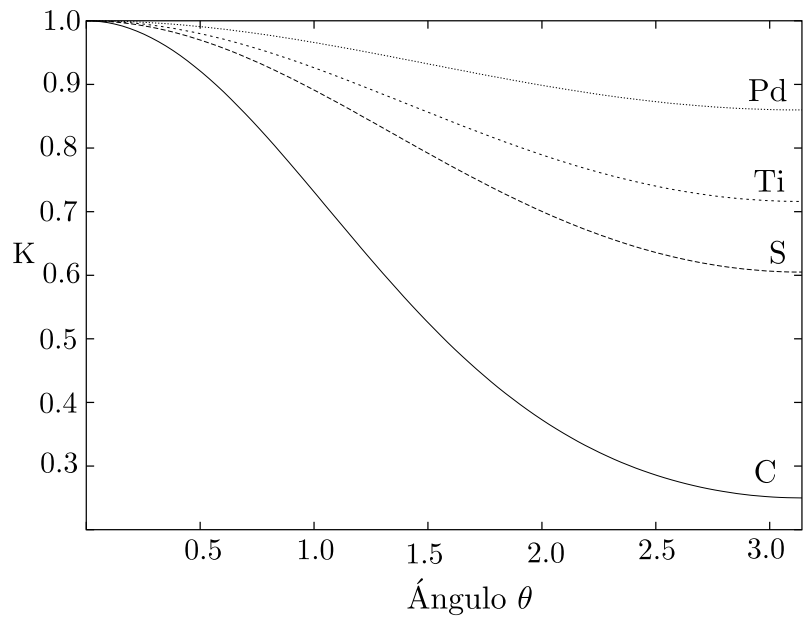


Figura 2.31: Gráfica que muestra el cambio del factor cinemático de dispersión como función del ángulo para diferentes elementos.

algunos casos (para energías bien definidas) esta sección eficaz de resonancia es mayor que la sección eficaz de Rutherford.

2.4.8. Microscopía

Los microscopios ópticos tienen un límite en su resolución dado por efectos de difracción. En estos sistemas la máxima resolución está relacionada con la longitud de onda de la luz, que es de alrededor de 100 nm.

En este trabajo se utilizó microscopía electrónica de barrido, que pertenece al grupo de microscopías con electrones.

Los microscopios electrónicos se basan en hacer incidir electrones sobre una muestra y detectar los electrones resultantes.

Algunos ejemplos de microscopios electrónicos son el microscopio electrónico de transmisión (TEM), el microscopio electrónico de barrido (SEM) y el microscopio electrónico de barrido y transmisión (STEM).

En TEM se hacen pasar electrones a través de la muestra, que debe ser delgada. Es posible que los electrones se difracten y formen un patrón de difracción. En algunos microscopios TEM han llegado a resoluciones espaciales de ~ 0.3 nm.

Existen además microscopios basados en el uso de puntas como STM y AFM, de los cuales la principal característica es el poder mover la muestra longitudes de tamaños moleculares. En este trabajo también se utilizó microscopía de fuerza atómica.

2.4.8.1. Microscopio Electrónico de Barrido (SEM)

El primer microscopio de electrones fue construido en 1931. Los electrones pueden usarse para generar una imagen, ya que pueden ser acelerados, enfocados y detectados. Los electrones tienen una longitud de onda menor que la luz visible, dando como resultado una mayor resolución que los microscopios ópticos.[32]

La longitud de onda para electrones puede calcularse por medio de la ecuación de De Broglie:

$$\lambda = h/p = h/(mv) \quad (2.20)$$

Donde $h = 6.626 \times 10^{-34}$ Js es la constante de Planck.[32]

Los microscopios electrónicos de barrido se basan en hacer incidir electrones sobre la muestra y detectar los electrones reflejados.

En los primeros microscopios electrónicos se usaba como fuente de electrones las descargas en gases. Después comenzaron a utilizarse filamentos de tungsteno en forma de V, que emiten electrones al ser calentarse en vacío. Para obtener el vacío se utilizan sistemas como los que se describieron antes.[32]

Los electrones primarios pueden ser retrodispersados elásticamente, aunque también pueden ionizar los electrones atómicos generando electrones secundarios. Entonces existen diferentes tipos de señales generados por electrones retrodispersados (BSE) o por electrones secundarios (SE).[32]

La señal de electrones secundarios muestra la estructura de la superficie de la muestra, de su topografía.

En un microscopio electrónico de barrido la imagen se genera al hacer un barrido sobre la muestra. Los electrones primarios son enfocados en un punto pequeño que se mueve sobre la muestra por medio de campos magnéticos o eléctricos. El barrido se realiza simultáneamente en dos direcciones con lo que finalmente la imagen se genera al detectar los electrones secundarios de cada punto de la muestra.[32] Esto es análogo a como se generan las imágenes en los televisores antiguos.

El primer microscopio SEM se desarrolló en los laboratorios RCA en Nueva Jersey. Los microscopios actuales tienen una resolución espacial cercana a 1 nm, menor que un microscopio TEM convencional, aunque con la ventaja de tener un mayor intervalo de enfoque.

Idealmente las muestras usadas en el SEM deben de ser conductoras; en caso de no serlas pueden ser recubiertas por pintura de carbón o con una capa metálica como oro. Aunque actualmente existen microscopios electrónicos que no tienen este inconveniente, como el SEM de bajo vacío y el SEM con cañón de electrones por emisión de campo.

Una parte importante del microscopio electrónico es la óptica de electrones, comienza con la fuente de los electrones, después con las lentes electromagnéticas que pueden ser dos o tres, dos bobinas de escaneo y el último lente, que es el objetivo encargado de enfocar los electrones primarios sobre la muestra.

Los electrones secundarios y retrodispersados son acelerados al detector por medio de un electrodo, el detector puede ser un material centelleado junto con un tubo fotomultiplicador, lo que produce finalmente una señal eléctrica.

2.4.8.2. Micro análisis por sonda de electrones, parte de las espectroscopías de rayos X por dispersión de energía (EPMA-EDS)

Esta técnica es capaz de dar información acerca de la composición química de una muestra. Consiste en hacer incidir electrones sobre la muestra, estos electrones excitan los electrones atómicos de órbitas internas que al des excitarse emiten fotones.

Los fotones emitidos tienen una energía característica y en conjunto generan un espectro que permite identificar los elementos de la muestra.

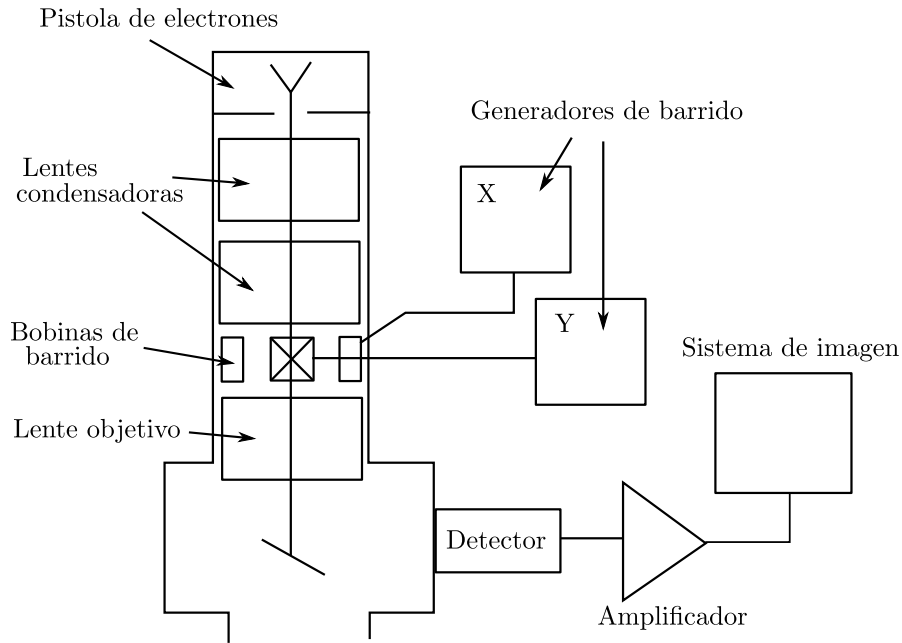


Figura 2.32: Representación de un microscopio electrónico de barrido.

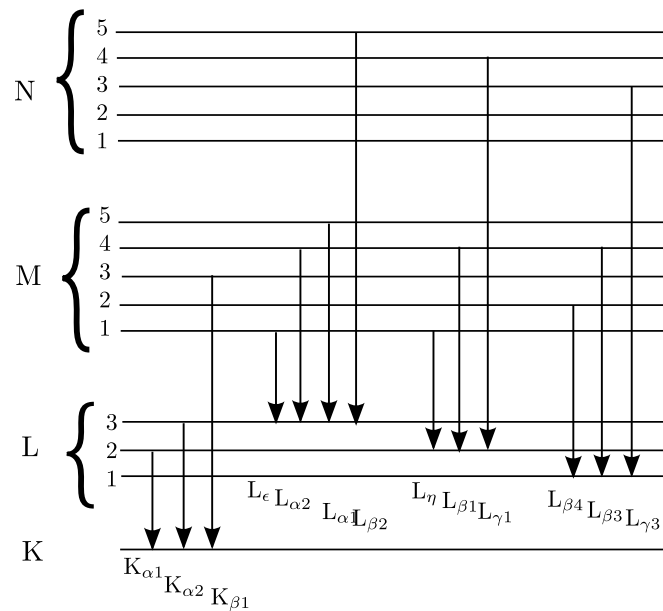


Figura 2.33: Representación de los niveles de energía atómicos y las transiciones. [20]

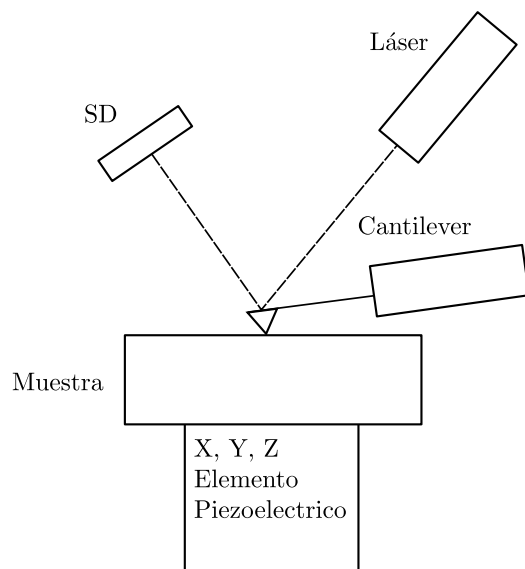


Figura 2.34: Esquema básico del aparato AFM

Las vacancias en las capas interiores pueden ser llenados por electrones de diferentes niveles, esto descrito por las reglas de selección.

Una línea producida por electrones que van al nivel $n=1$ es llamada K, de manera análoga las líneas producidas por transiciones de electrones al nivel $n=2$ son llamadas L. [32]

2.4.8.3. Microscopio de Fuerza Atómica (AFM)

El principio de funcionamiento del microscopio de fuerza atómica (AFM) consiste en realizar un mapeo de la superficie por medio de una punta colocada en el extremo de una viga (*cantilever*), donde su altura se ajusta para mantener una fuerza constante. La deflexión de la punta se detecta por medio de la reflexión de un haz láser. El AFM se diseñó para usarse tanto en superficies conductoras como en no conductoras.[33]

Generalmente se utilizan puntas construidas con nitruro de silicio piramidal, que tienen un radio de curvatura de 100 \AA , aunque existen puntas de otros materiales. El cantilever tiene aproximadamente $200 \mu\text{m}$ de longitud y una constante de elasticidad de 0.06 N/m . Las fuerzas que se tienen entre la punta y la superficie son del orden de nanonewtons (nN), 10^{-9} N . En resumen, el AFM provee información sobre la morfología de la superficie y sobre las fuerzas cuando se tienen separaciones del orden de nanómetros.

Capítulo 3

Desarrollo experimental

3.1. Evaporación Térmica

Los depósitos de las películas de níquel, por evaporación térmica, se realizaron en el Instituto de Física de la UNAM. Los sustratos utilizados fueron portaobjetos de vidrio. Se lavaron con jabón neutro y después se realizó limpieza ultrasónica durante 10 min para cada uno de los vidrios. En este sistema se colocaron pequeñas láminas de Ni entre varias mallas de 1 cm por 5 cm de tungsteno, a las que se les hizo pasar una corriente, calentándolas y evaporando el Ni, como se representa en la figura 3.1. Las características de las mallas usadas son: 100 x 100 mallas /inch² con un diámetro de alambre de 0.001z un área abierta de 80 %.

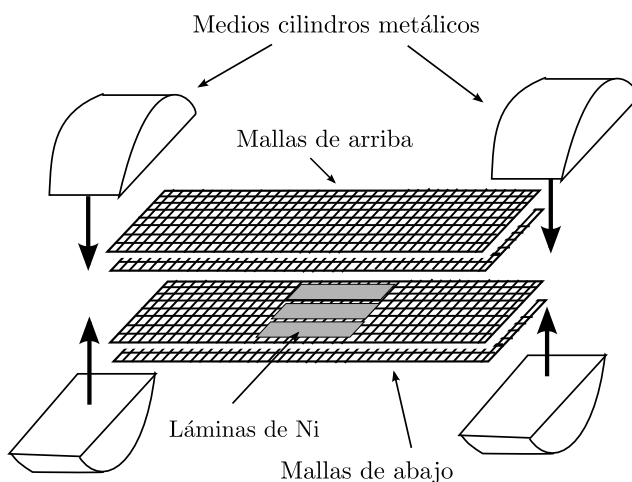


Figura 3.1: Configuración de mallas de W y láminas de Ni. Se observan los medios-cilindros metálicos, usados para prensar las mallas.

La figura 3.2 muestra el sistema que se usó en la evaporación térmica.

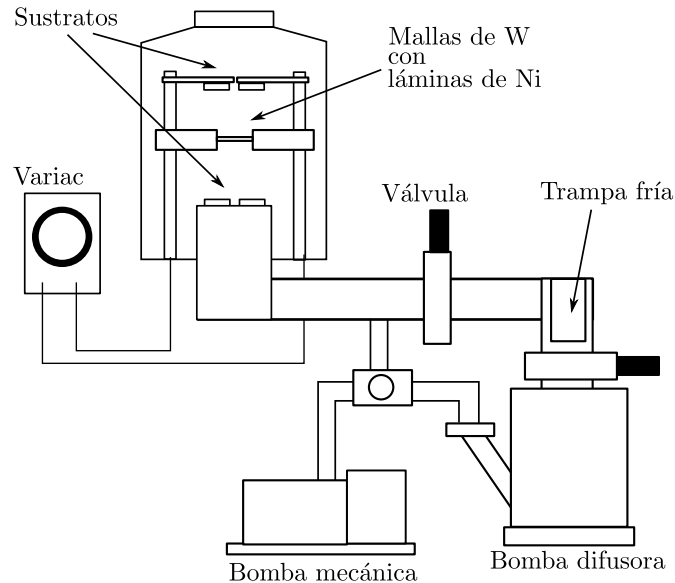


Figura 3.2: Sistema utilizado en la evaporación térmica.

Las mallas se prensaron por los extremos entre un par de medios-cilindros metálicos en cada lado. Éstos a su vez se fijaron con tornillos a las barras verticales que se muestran en la figura 3.2.

Se fijaron 2 sustratos arriba, a una distancia de 12 cm, y también se colocaron 2 sustratos abajo, a una distancia de 10 cm. Se centraron los sustratos respecto a la posición de las láminas de níquel en las mallas.

Se realizaron varias evaporaciones con el sistema. Los datos de cada una se resumen en la tabla 3.1.

Tabla 3.1: Resumen de las características de cada muestra fabricada por evaporación térmica.

Nombre de la muestra	Mallas abajo	Mallas arriba	Presión ($\times 10^{-5}$ torr)	Corriente (A)
Evaporación térmica 1	2	2	4.6	35
Evaporación térmica 2	2	3	4.7	50
Evaporación térmica 3	4	3	6.1	84
Evaporación térmica 4	3	2	5.0	75
Evaporación térmica 5	2	4	5.0	75

Las películas delgadas 3 se reutilizaron en el depósito 4. De la misma manera, las

muestras 4 se utilizaron en el depósito 5.

3.2. Cañón de electrones

Se fabricaron películas delgadas de níquel, llevadas a cabo en dos evaporaciones utilizando cañón de electrones. Se utilizó el sistema que se encuentra en el laboratorio de preparación de muestras I, del Instituto de Física.

Se usaron como sustratos diferentes materiales, vidrio de portaobjetos y cristal de silicio.

Las condiciones se presentan en la tabla 3.2. Donde I es la corriente y V la diferencia de potencial.

Tabla 3.2: Datos de los depósitos de Ni por cañón de electrones

Depósitos	presión de trabajo ($\times 10^{-6}$ torr)	I (A)	V (V)	tasa de depósito (Å/s)
1 y 2	1.9	0.2	4200	1.2

En el primer depósito por cañón de electrones se utilizaron como sustratos: cristales de silicio y vidrio. En el segundo se usó como sustrato sólo vidrio. En adelante se hablará de las muestras como primer o segundo depósito y el sustrato en que se depositó.

Para saber la tasa de depósito se utilizó un sensor de espesores colocado dentro del sistema.

3.3. *Sputtering* de tungsteno

Los depósitos se realizaron en el equipo de *sputtering* con magnetrón de corriente directa del laboratorio de síntesis L-E-006, del grupo PLASNAMAT. Se encuentra en el edificio E, del IIM de la UNAM. Se utilizó un blanco de tungsteno de 4" de diámetro y 1/4" de espesor.

Los sustratos tuvieron un proceso de limpieza ultrasónica de veinte minutos primero con jabón industrial diluido al 20% en agua corriente, y después en acetona; finalmente se limpiaron con isopropanol. Se colocaron dos sustratos en cada depósito. Los portaobjetos se colocaron de simétricamente con respecto al centro geométrico del blanco. En

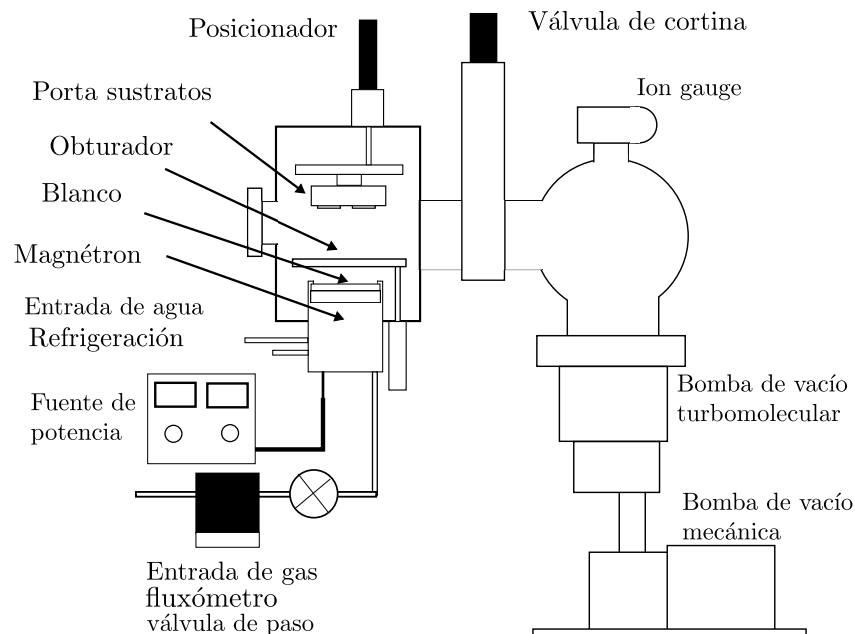


Figura 3.3: Representación del sistema de *sputtering* con cada una de sus partes.

total se realizaron 9 depósitos, sólo las muestras de mejor calidad se mencionan en el trabajo.

El proceso para realizar los depósitos comenzó con realizar un vacío base de 7×10^{-5} torr; entonces se deja pasar el gas argón, regulándolo con un fluxómetro a 12 sccm^1 (este valor se mantuvo para todos los depósitos). Por medio de la válvula principal se regula la presión de trabajo. Es importante que se verifique la posición del obturador, para impedir el depósito durante la limpieza del blanco. La limpieza del blanco consiste en producir el plasma para desgastar su superficie y eliminar contaminantes. Inmediatamente después se quitó el obturador; sin apagar la fuente. En este trabajo se usó el modo de corriente fija, para la fuente de potencia.

Las condiciones de depósito se resumen en la tabla 3.3. Donde I representa la corriente, V la diferencia de potencial y P la potencia.

En la muestra 1 el depósito se detuvo en 55 min, debido a que se observó delaminado.

¹Sccm son las siglas para *standard cubic centimeters per minute*. Estas son las unidades del fluxómetro. $12 \text{ sccm} = 2.0 \times 10^{-7} \text{ m}^3/\text{s}$.

Tabla 3.3: Resumen de los datos de cada una de las muestras fabricadas por *sputtering*.

Muestra	distancia de deposito (cm)	I (A)	V (V)	P (W)	presión de trabajo ($\times 10^{-2}$)	tiempo de limpieza (min)	tiempo de depósito (min)
1	2.5	0.10	469	47	3.0	45	60
2	5.0	0.05	475	22	3.0	30	120
3	5.0	0.05	493	30	9.0	15	90
4	5.0	0.09	259	25	4.1	15	150
5	5.0	0.09	259	25	4.1	15	210

3.4. Técnicas Analíticas con el uso de Iones

Los análisis de RBS se realizaron en el laboratorio del acelerador Van de Graaff de 5.5 MeV, del IF-UNAM. Se obtuvieron espectros RBS utilizando partículas α y protones, con energías en el intervalo de 1.4 MeV a 2.1 MeV.

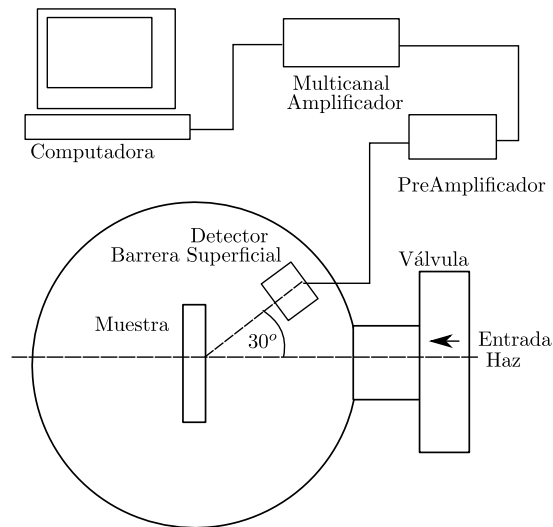


Figura 3.4: Representación del sistema utilizado para obtener los espectros RBS.

En algunas muestras se obtuvieron varios espectros; en el caso de películas depositadas sobre portaobjetos se obtuvieron varios puntos distribuidos horizontalmente.

3.4.1. Análisis de espectros RBS

Los análisis de los espectros obtenidos se realizó por medio del programa SIMNRA[©]. Éste es un programa usado para la simulación de espectros obtenidos por el análisis

con iones. Este programa incluye una interfaz gráfica en la que se deben de especificar: las condiciones del experimento, el tipo de iones y su energía, la corriente del haz, la geometría del experimento, la calibración y resolución de los detectores. También es necesario introducir las condiciones de la muestra, en donde se puede especificar su composición elemental por monocapas. Las películas se analizaron ajustando el espectro simulado al espectro obtenido experimentalmente, modificando el espesor de las películas delgadas. De esta manera se puede obtener una aproximación del espesor. En el programa éste tiene las unidades de 10^{15} átomos/cm². Para obtener el espesor en unidades de longitud (nm) es necesario multiplicar por un factor que depende del elemento de la capa.

Es importante mencionar que el programa tiene una sección donde se especifican las reacciones de los iones incidentes con la muestra. En los casos en que se utilizó helio, las reacciones que se usaron corresponden al modelo de Rutherford. En los casos en que se usaron protones, se seleccionaron reacciones con secciones eficaces con resonancias, en particular las muestras con oxígeno y silicio.

3.5. Microscopía

3.5.1. SEM

Una de las películas de tungsteno representativa (en la sección de resultados se le llamará muestra 5 de tungsteno), se analizó en un Microscopio Electrónico de Barrido modelo JEOL 5600LV.

La muestra se colocó de canto respecto a la película, de tal manera que se pudiera observar su borde y medir su espesor.

Los niveles de amplificación que se usaron están entre x1700 y x13000. En algunas imágenes se midió el espesor de las películas. Se realizó además un análisis por EPMA-EDS sobre el área marcada en la figura 4.15 (c).

3.5.2. AFM

Se obtuvieron imágenes topográficas de las películas de níquel y de tungsteno fabricadas por cañón de electrones y *sputtering* respectivamente. Se utilizó el microscopio de fuerza atómica AFM, modelo JEOL JSPM-4210, del Laboratorio Central de Microscopía del Instituto de Física de la UNAM.

3.6. Eficiencia de moderación

Para medir la eficiencia de moderación, la muestra 5 de tungsteno se separó del sustrato por “flotamiento”. La película separada se colocó delante de una fuente radiactiva de ^{22}Na con una actividad de 30 mCu. Fue necesario colocar la película entre un par de mallas de tungsteno.

Además de las películas se prepararon otros sistemas. Por ejemplo membranas de Parlodion^{®2} con tungsteno incrustado. Las características de este sistema se describirán en un trabajo futuro.

Los sistemas utilizados fueron:

- a) Mallas de tungsteno.
- b) Mallas de tungsteno calentadas por una corriente eléctrica en un ambiente de vacío.
- c) Mallas de tungsteno calentadas por una corriente eléctrica en un ambiente de argón.
- d) Membranas de Parlodion[®] con tungsteno incrustado.
- e) Película de tungsteno fabricada por sputtering colocada entre mallas sin tratar.
- d) Película de tungsteno fabricada por sputtering colocada entre mallas tratadas.

Estas mallas de tungsteno tienen las mismas características que las que se usaron en la evaporación térmica. El calentamiento se realizó por efecto Joule, al hacer pasar por ellas una corriente eléctrica y el sistema utilizado fue el mismo que se usó en evaporación térmica. En el sistema se utilizaron otros electrodos de cobre, diseñados para sujetar las mallas entre dos discos de carbón.

²Parlodion[®] es un tipo de resina compuesto por nitrato de celulosa. Su fórmula química es $\text{C}_{12}\text{H}_{16}\text{N}_4\text{O}_{18}$.

Capítulo 4

Resultados y Discusión

4.1. Técnicas Analíticas con el uso de Iones

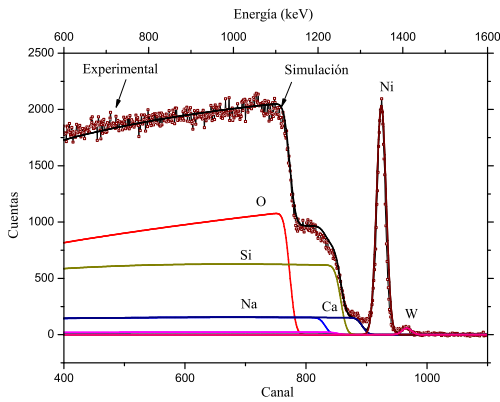
En esta sección se presentan los espectros RBS y las respectivas simulaciones realizadas con el programa SIMNRA[©]. Como se describió en la sección de desarrollo experimental, para las películas de níquel fabricadas por evaporación térmica, después para las fabricadas por medio de cañón de electrones y finalmente las películas de tungsteno fabricadas por *sputtering*.

En cada una de las simulaciones se puede observar la contribución de cada elemento de la muestra. El intervalo de energías en que se presentan los espectros es diferente para cada uno de ellos. Como se explicó antes, en el sistema de evaporación térmica se colocaron sustratos sobre y debajo de las mallas. Como se observa en la figura 3.2.

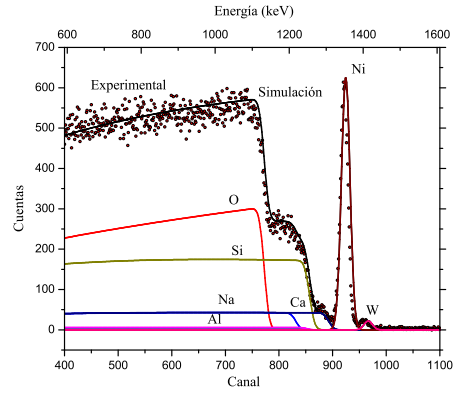
Se obtuvieron espectros RBS para diferentes puntos sobre la muestra. Cada punto se identifica con una distancia horizontal sobre la muestra.

4.1.1. Evaporación térmica de níquel

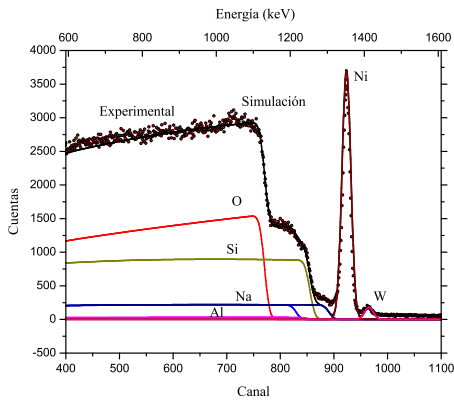
En total se fabricaron 12 muestras, para los espectros sólo se usaron algunas. Los espectros de la figura 4.1 corresponden a la película de níquel depositada en el vidrio por evaporación térmica. Este espectro fue obtenido al hacer incidir partículas alfa de una energía de 1.8 MeV. En éstos se puede observar además un pequeño pico a la derecha que corresponde a Tungsteno, ya que fue el material de las mallas.



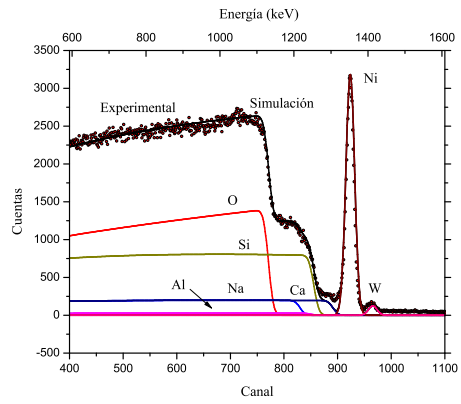
(a)



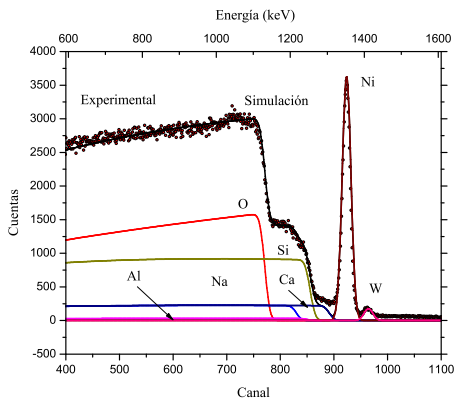
(b)



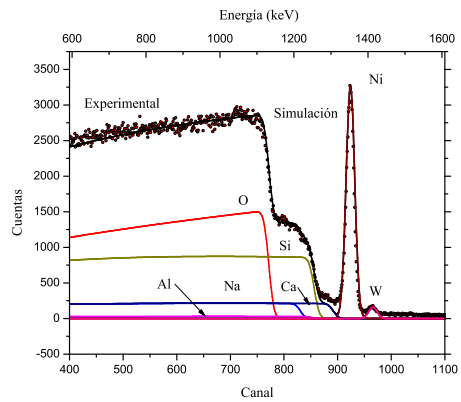
(c)



(d)



(e)



(f)

Figura 4.1: Espectro RBS y simulación para la muestra 1 de evaporación térmica colocada arriba de las mallas. Los espectros se obtuvieron en las posiciones de a) 5 mm, b) 15 mm, c) 25 mm, d) 35 mm, e) 45 mm y f) 55 mm.

Se colocaron los seis espectros de la muestra 1 de níquel por evaporación térmica juntos para poder compararlos. Sus diferencias son ligeras, pero sirven para observar la relación entre el espesor de la película.

Entonces, en las películas de níquel por evaporación térmica (figura 4.1) también se depositó tungsteno. A partir de la información en este trabajo no podemos decir exactamente cómo va a cambiar la eficiencia de moderación. Aunque lo más probable es que el tungsteno no modifique significativamente la eficiencia de la película de níquel, ya que además de tratarse de un material con propiedades de moderador se encuentra en una concentración baja.

En la figura 4.2 se muestran los espesores, como función de la posición horizontal sobre el sustrato, para la muestra 1 por evaporación térmica colocada arriba de las mallas. La línea sólo se usa como ayuda visual para seguir el orden de los puntos.

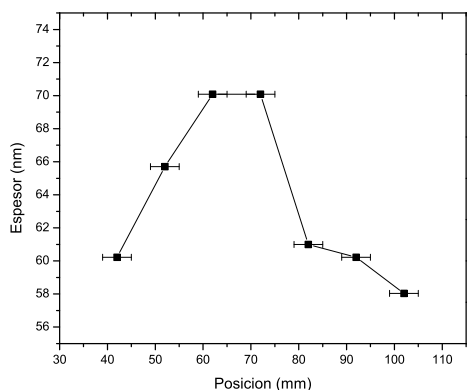
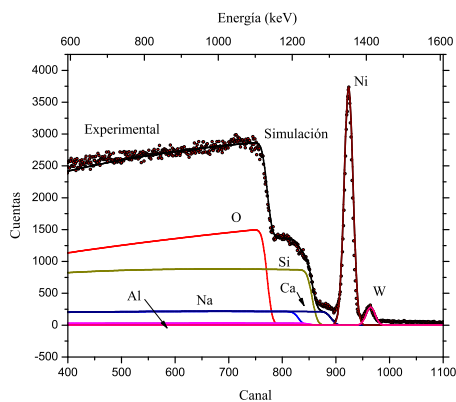


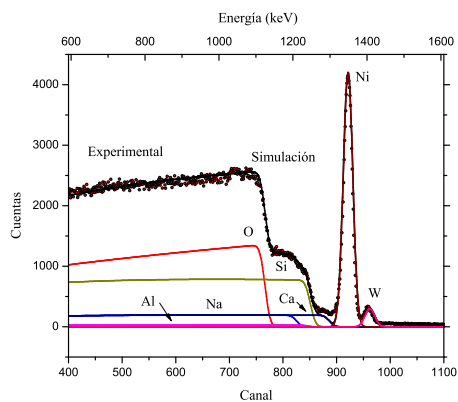
Figura 4.2: Espesores para la película de níquel 1 colocada arriba de las mallas.

En la figura 4.2 se observa que la película no es simétrica respecto al espesor, probablemente se deba que las láminas de níquel no estaban en el centro de las mallas. Ésto muestra que es difícil hacer depósitos de níquel ya que es un material magnético. Además puede representar desventajas cuando se requieran películas bastante uniformes.

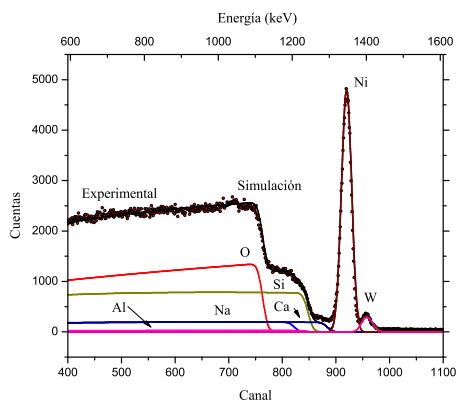
Los espectros de la figura 4.3 son de la película 1 depositada en el vidrio, colocado debajo de las mallas, por medio de evaporación resistiva.



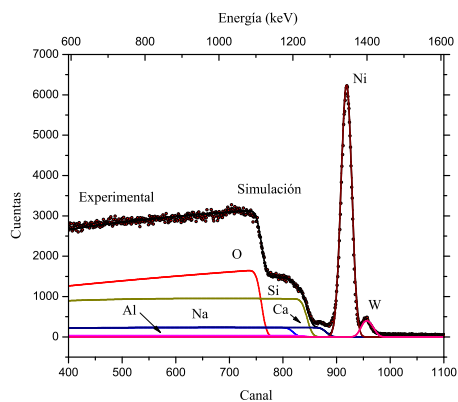
(a)



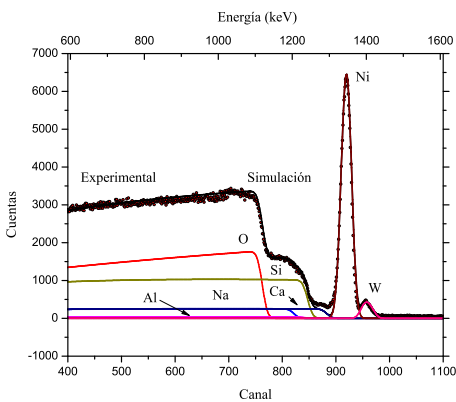
(b)



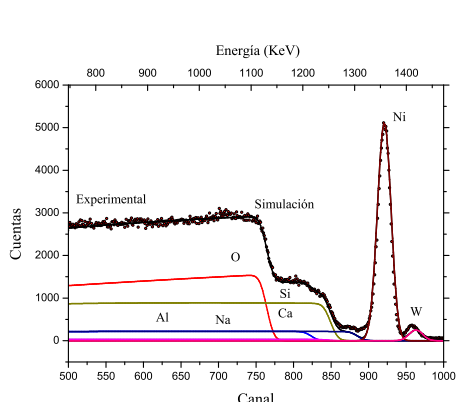
(c)



(d)



(e)



(f)

Figura 4.3: Espectro RBS y simulación para la muestra 1 de evaporación térmica colocada abajo de las mallas. Los espectros se obtuvieron en las posiciones de a) 5 mm, b) 15 mm, c) 25 mm, d) 35 mm, e) 45 mm y f) 55 mm.

En la figura 4.4 se muestran los espesores, como función de la distancia horizontal sobre el sustrato, para la muestra 1 por evaporación térmica colocada abajo de las mallas. La línea sólo se usa como ayuda visual para seguir el orden de los puntos.

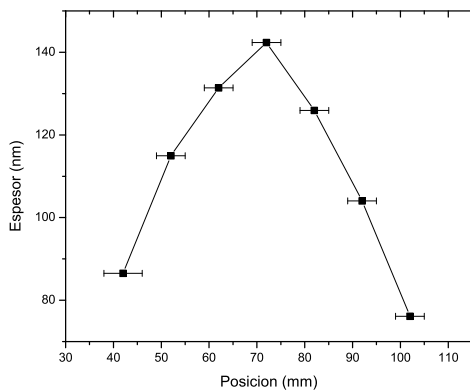


Figura 4.4: Espesores para la película de níquel 1 colocada abajo de las mallas.

La figura 4.4 muestra que en este caso es mucho más simétrica respecto a los espesores, comparada con la muestra 1 de níquel.

La diferencia más clara entre los dos grupos de espectros es el cambio en la altura de los picos de níquel, lo que indica un cambio en la tasa de depósito. El cambio en la tasa de depósito se confirma por medio de la simulación.

De igual manera, en la figura 4.5 se muestran Los espectros para la muestra 5 por evaporación térmica colocada arriba de las mallas.

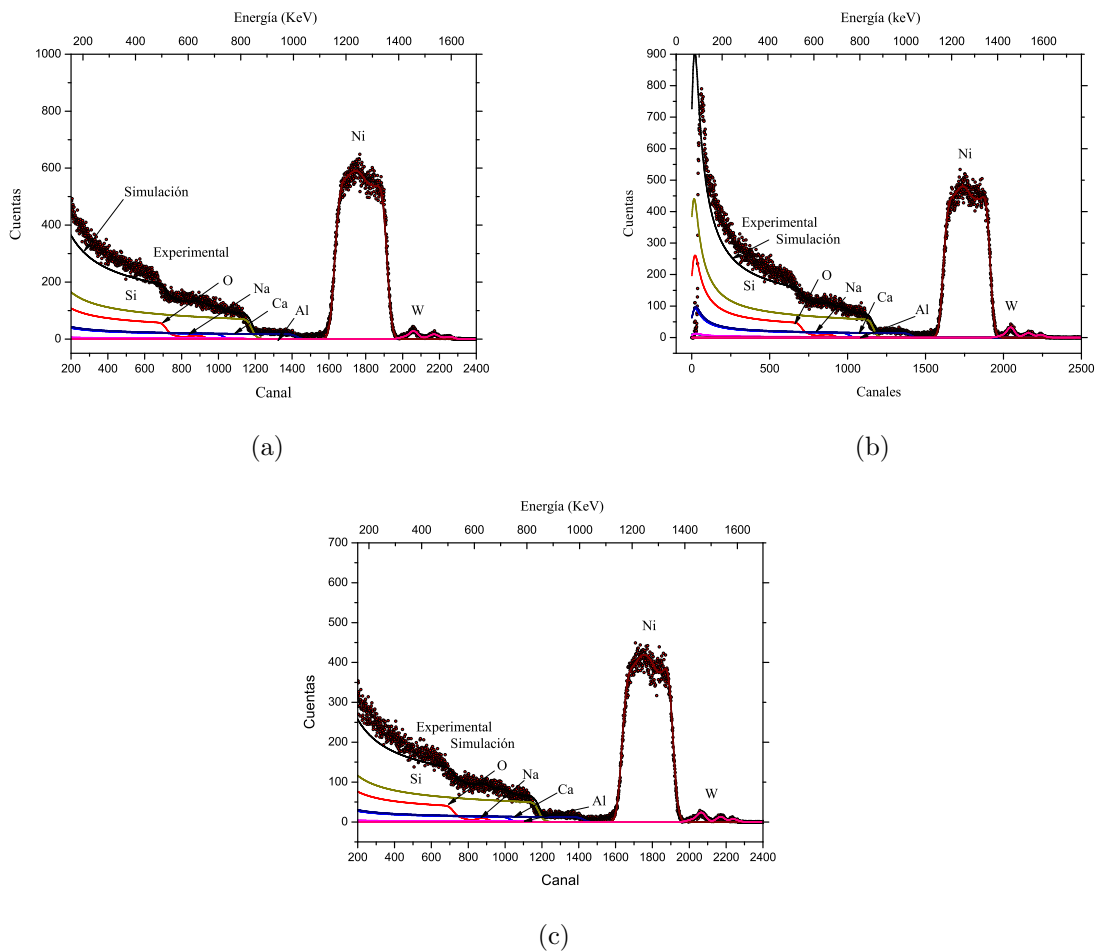


Figura 4.5: Espectro RBS y simulación para la muestra 5 de evaporación térmica colocada arriba de las mallas. Los espectros se obtuvieron en las posiciones de a) 20 mm, b) 37 mm y c) 54 mm.

La característica más evidente de las figuras 4.5 es que en la parte correspondiente al tungsteno se observan tres picos, que a su vez corresponden a las tres evaporaciones.

En la figura 4.6 se muestran los espesores, como función de la distancia horizontal sobre el sustrato, para la muestra 5 por evaporación térmica colocada arriba de las mallas. La línea sólo se usa como ayuda visual para seguir el orden de los puntos.

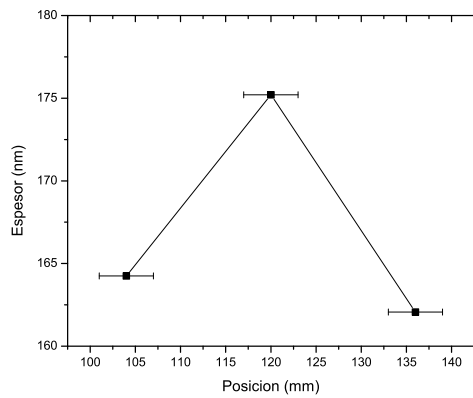
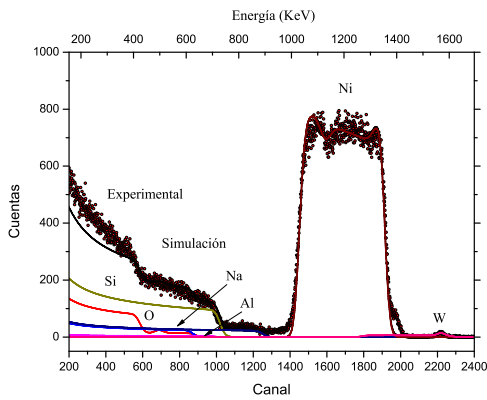
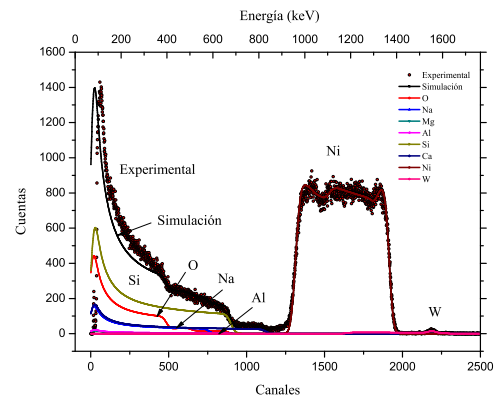


Figura 4.6: Espesores para la película de níquel 5 por evaporación térmica colocada arriba de las mallas.

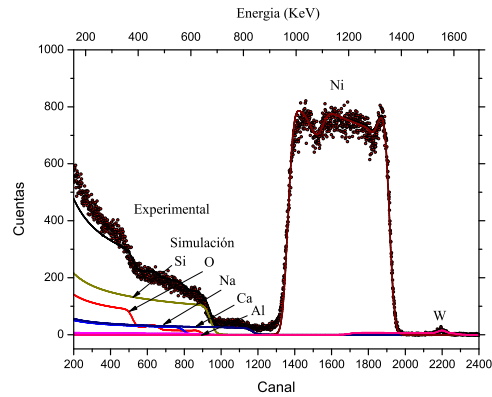
La figura 4.7 muestra los espectros corresponden a la muestra 5 de níquel sobre vidrio, colocado abajo de las mallas. Se obtuvo al hacer incidir partículas alfa con una energía de 1.8 MeV. Corresponde a una serie de tres evaporaciones, como se comentó en el desarrollo experimental.



(a)



(b)



(c)

Figura 4.7: Espectro RBS y simulación para la muestra 5 de evaporación térmica colocada abajo de las mallas. Los espectros se obtuvieron en las posiciones de a) 20 mm, b) 37 mm y c) 54 mm.

En las figuras 4.7 se observa que en la región del níquel tenemos tres picos que corresponden a las tres películas.

En la figura 4.8 se muestran los espesores, como función de la distancia horizontal sobre el sustrato, para la muestra 5 por evaporación térmica colocada abajo de las mallas. La línea sólo se usa como ayuda visual para seguir el orden de los puntos.

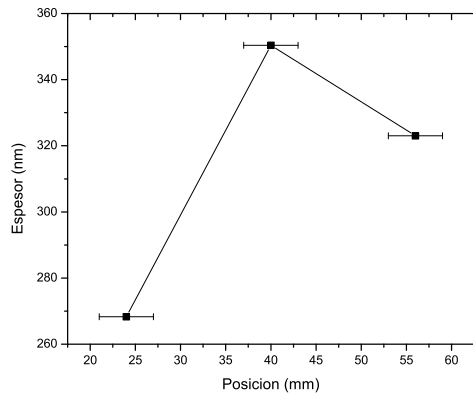


Figura 4.8: Espesores para la película de níquel 5 por evaporación térmica colocada abajo de las mallas.

El espectro obtenido para el vidrio con partículas alfa, se muestra en la figura 4.9.

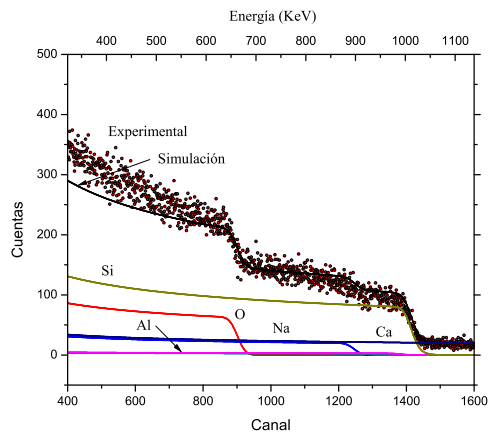


Figura 4.9: Espectro RBS y simulación para el vidrio usado como sustrato.

Se observa en la figura 4.9 que para energías menores a 400 keV la simulación es diferente a los datos. No consideramos esta diferencia para energías bajas ya que puede tratarse de ruido.

4.1.2. Cañón de electrones para níquel

Se obtuvieron espectros RBS para las películas de níquel depositadas sobre cristal de silicio y sobre vidrio. Ambos se muestran en la figura 4.10. Éstos se obtuvieron al hacer incidir protones de 2.1 MeV sobre las muestras.

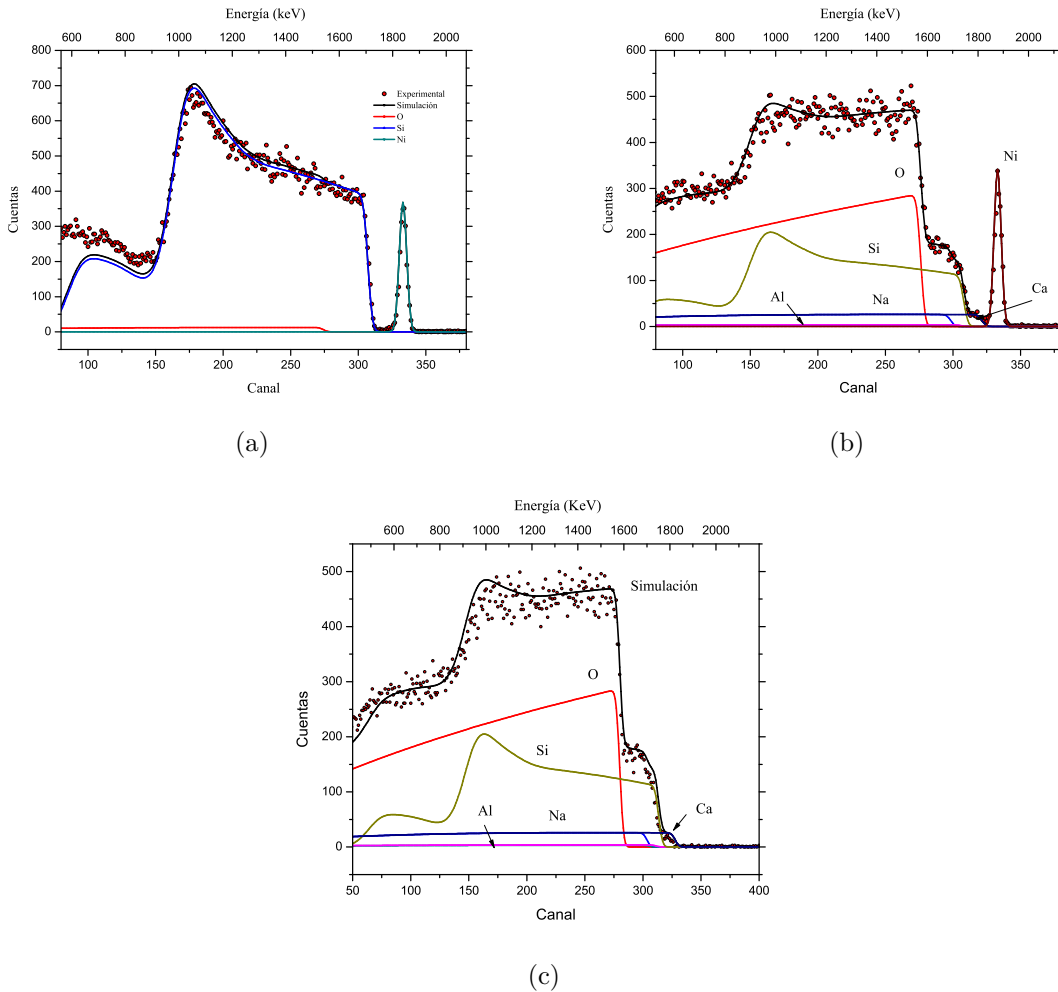


Figura 4.10: Espectro RBS y simulación de: a) La película de níquel de la primer evaporación por cañón de electrones sobre silicio, b) la película de níquel de la primer evaporación por cañón de electrones sobre vidrio y b) vidrio usado como sustrato.

El grosor de las dos películas es aproximadamente el mismo, como se mencionó antes este depósito se utilizó para tener un valor aproximado de la tasa de depósito. Además se utilizó para poder comparar los depósitos en diferentes sustratos y sus respectivos espectros.

Se usó como sustrato un cristal de silicio ya que éste tiene una superficie más uniforme que el vidrio. En el silicio podemos apreciar la topografía de las películas sin que interfiera significativamente el sustrato.

4.1.3. *Sputtering* de tungsteno

El siguiente conjunto de espectros BRS corresponden a las películas de tungsteno depositadas sobre vidrio. Se obtuvieron al hacer incidir protones con una energía de 1.8 MeV. Se presentan los espectros mejor ajustados y que representan mejor el conjunto de muestras.

Los espectros para la película de tungsteno 3 se muestran en la figura 4.11.

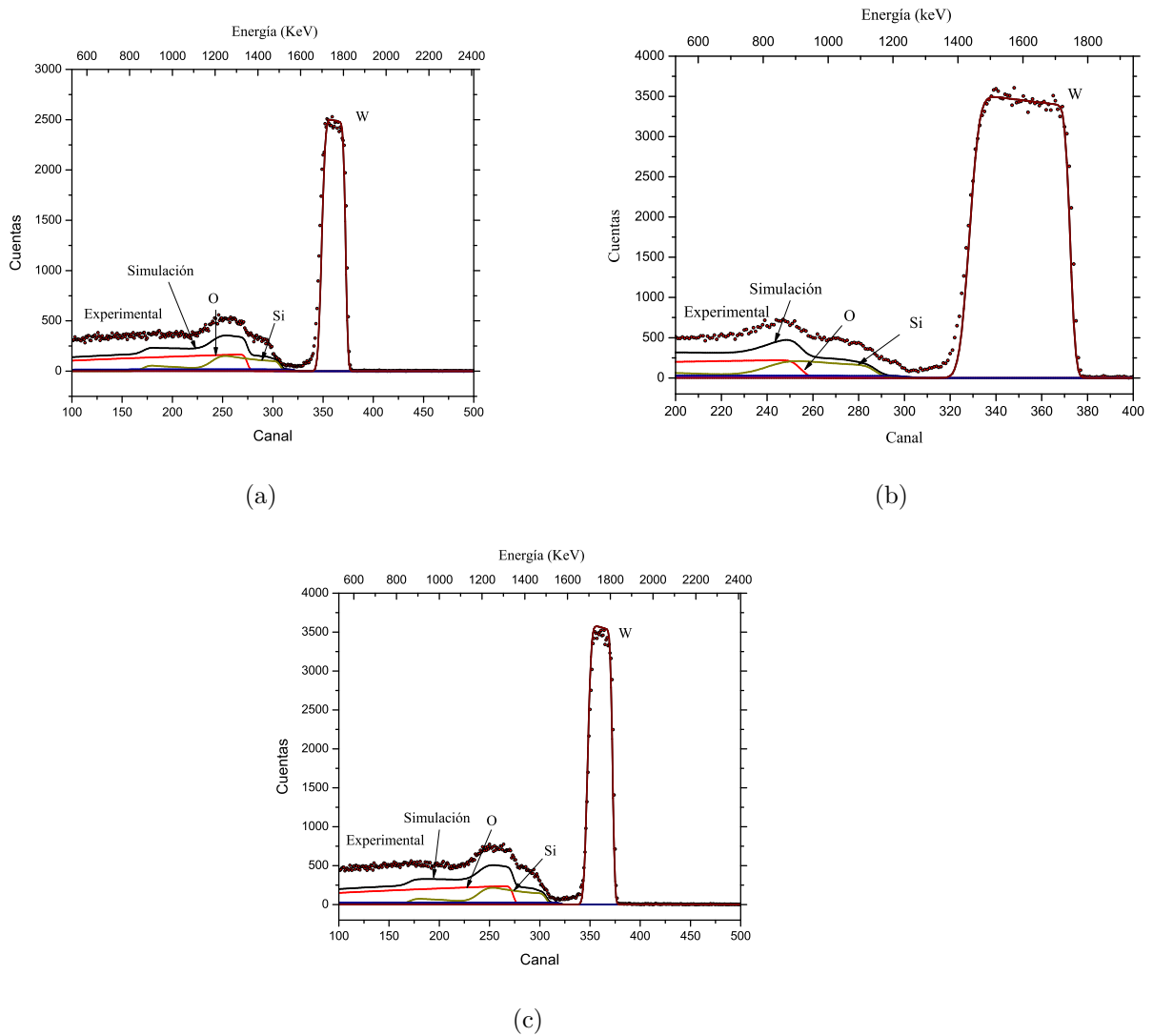


Figura 4.11: Espectros y simulación para la muestra de tungsteno 3 fabricada por *sputtering*. En la posición a) 11 mm, b) 37 mm y c) 63 mm.

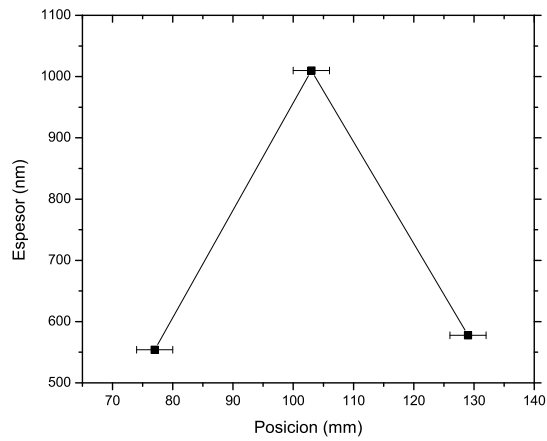


Figura 4.12: Espesores para la película de Tungsteno 3. Las líneas no representan una tendencia sólo el orden de los puntos.

La figura 4.13 tiene el espectro obtenido para la muestra 4 de tungsteno fabricada por *sputtering*.

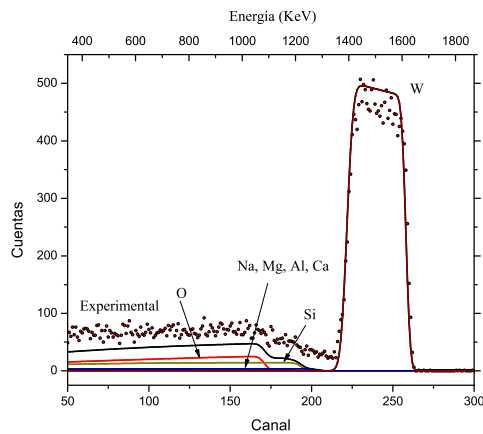


Figura 4.13: Espectro RBS y simulación para la película de tungsteno 5 fabricada por *sputtering*. En la posición horizontal sobre la muestra de: a) 28 mm y b) 46 mm.

Finalmente se presenta el espectro RBS para la muestra 6 de tungsteno en la figura 4.14.

Los espesores y las tasas de depósito de las muestras por evaporación térmica, cañón de electrones y *sputtering* se presentan en las tablas: 4.1, 4.2 y 4.3 respectivamente. Los espesores se calcularon como se explica en el desarrollo experimental. La forma de

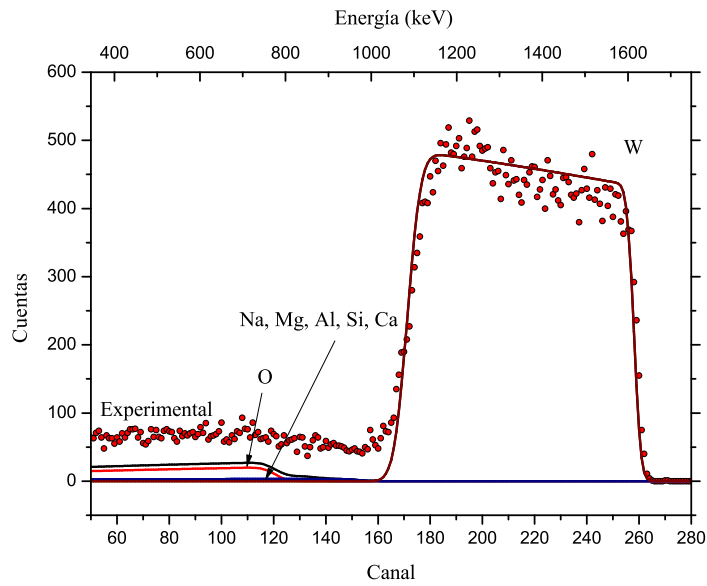


Figura 4.14: Espectro RBS y simulación para la película de tungsteno 5 fabricada por *sputtering*.

calcular la incertidumbre resulta demasiado largo. Podemos asegurar que el error entre las simulaciones y los datos experimentales fue menor al 30 %.

Tabla 4.1: Espesores para las películas de níquel fabricadas por evaporación térmica.

Muestra	Espesor promedio (nm)
Evaporación térmica 1 arriba	63.62
Evaporación térmica 1 abajo	111.61
Evaporación térmica 5 arriba	167.17
Evaporación térmica 5 abajo	313.90

Tabla 4.2: Espesores para las películas de níquel fabricadas por cañón de electrones.

Muestra	Espesor (nm)
Muestra 1 de níquel sobre silicio	82.13
Muestra 1 de níquel sobre vidrio	84.32

Tabla 4.3: Tabla con la información de cada una de las películas de tungsteno, obtenida por RBS.

Muestra	Espesor promedio(nm)	Tiempo de deposito (± 1 min)	Tasa de deposito (nm/min)
1	1923.35	60	32.06
2	840.573	120	7.00
3	713.93	90	7.93
4	1416.79	150	9.45
5	1891.69	210	9.01

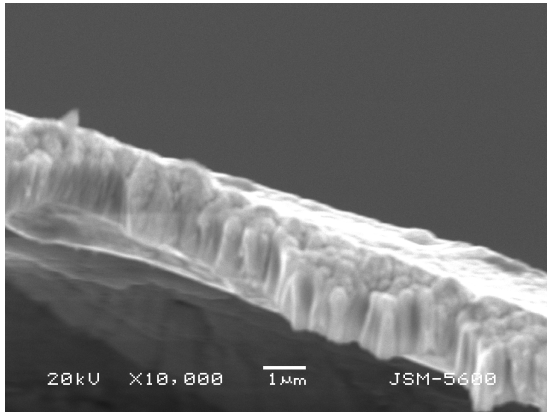
Solo se presentan las tasas de depositos para las muestras de tungsteno. Ésto debido a que los tiempos de depósito de las muestras de tungsteno fueron relativamente más largos que los de evaporación térmica y cañón de electrones.

En la tabla 4.3 se observa que en la muestra 1 la tasa de depósito fue 32.06 nm/min. Lo que es más de 3.8 veces la tasa de depósito promedio de las otras cuatro muestras. Ésto se debe a que el sustrato se colocó a 2.5 cm del blanco, aumentando la cantidad de material que llega a la película. Es importante tener tasas de depósito altas. En particular cuando se requieren películas bastante gruesas para ser manipuladas y que sean capaces de autosustentarse o sustentarse en mallas. El problema que se tuvo con la muestra 1 fue que durante el proceso de fabricación se observó delaminación. Parte de la película comenzó a desprenderse del sustrato. Por este motivo se decidió aumentar a 5 cm la distancia entre el blanco y el sustrato. Los resultados en la tasa de depósito se observan en la tabla 4.3 para las muestras 2, 3, 4 y 5. De esta manera se trató de obtener una distancia de depósito adecuada para obtener muestras relativamente gruesas y sin delaminación.

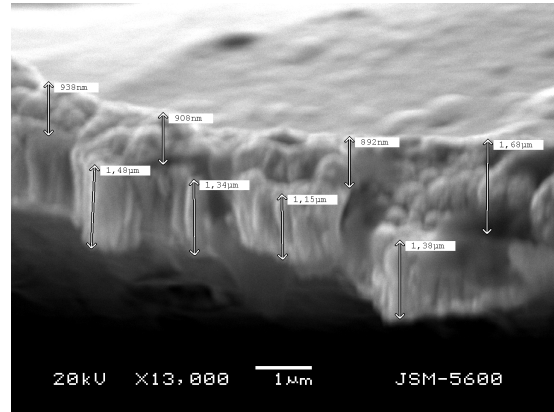
4.2. Microscopía

4.2.1. SEM y EPMA

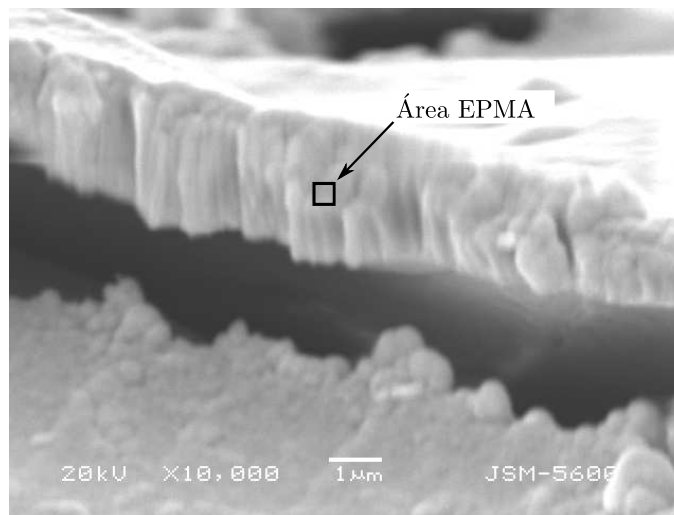
Como se mencionó en el capítulo anterior la muestra 5 de tungsteno se colocó de lado, para poder medir su espesor con el microscopio electrónico de barrido.



(a) Amplificación x1000.



(b) Amplificación x1300



(c) Amplificación x10000, el cuadrado indica el lugar donde se realizó EPMA.

Figura 4.15: Imagen obtenida por microscopio de barrido SEM del perfil de las películas de Tungsteno fabricadas.

A partir de la figura 4.15 se puede observar que el crecimiento de la película es el crecimiento usual en *sputtering*. [34]

En las figuras 4.15 (a), (b) y (c), se observa la película ligeramente despegada del sustrato. Se observa una región negra en las imágenes, que corresponde a la separación de la película y el vidrio. Es así que se puede medir con mayor detalle el espesor de la película.

En la figura 4.15(b) se observan las medidas que se hicieron de la película. Según la imagen, ésta podría tener dos subcapas. La primera (la interna) tiene un espesor promedio de $(1.34 \pm 0.14) \mu\text{m}$ y la segunda (externa) tiene un espesor promedio de $(1.10 \pm 0.38) \mu\text{m}$. La suma de los espesores promedio de cada capa es de $(2.44 \pm 0.5) \mu\text{m}$. El espesor calculado por RBS para la muestra 5 de tungsteno es de $1.89 \mu\text{m}$. El error relativo de estos dos valores es de 0.29.

El cuadrado que se observa en la figura 4.15 (c) representa el lugar donde se realizó el análisis EPMA. El resultado de este análisis se muestra en la figura 4.16.

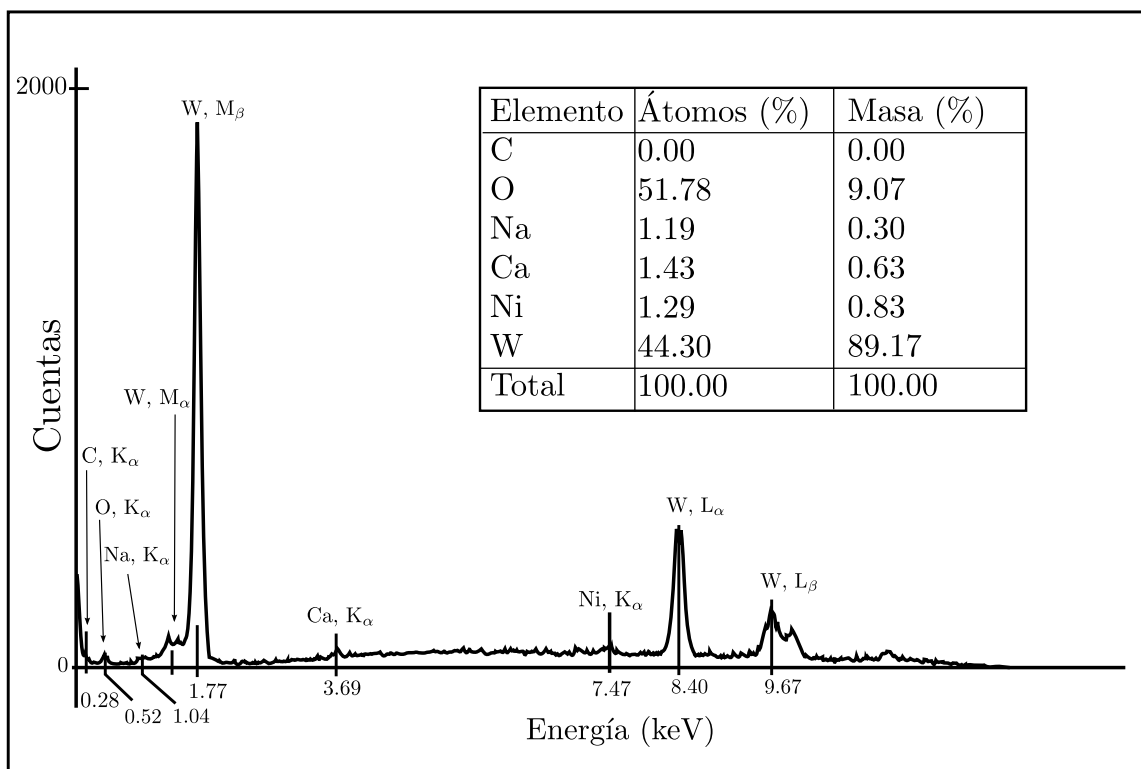
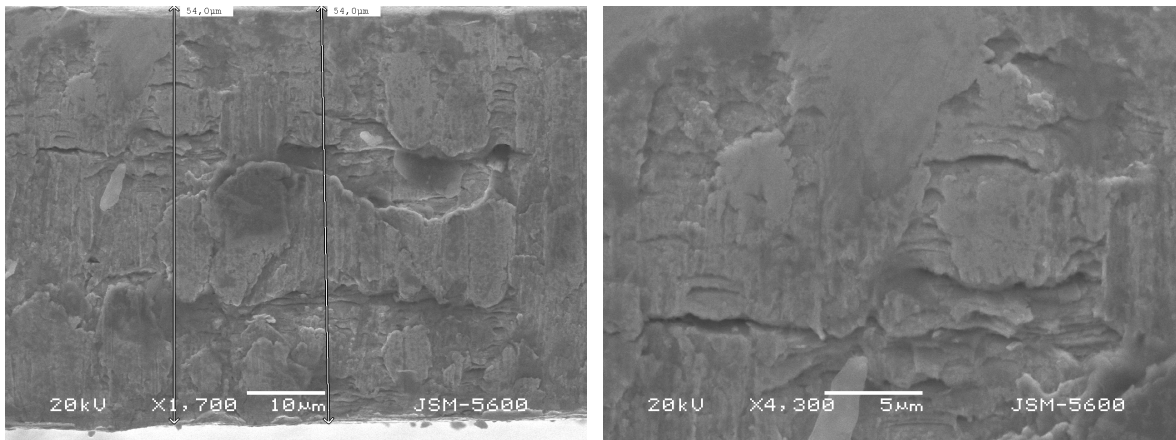


Figura 4.16: Espectro EPMA-EDS. Donde se muestran las transiciones de cada pico

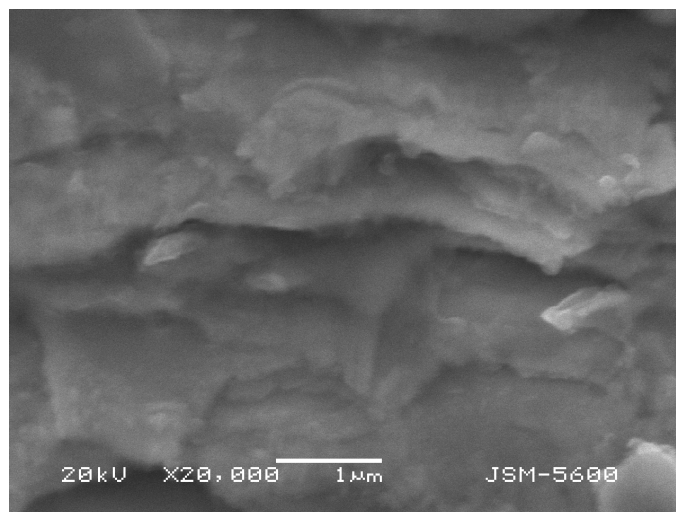
Se observa que se detectan otros elementos como oxígeno, sodio, calcio y níquel. Los últimos están presentes en una baja cantidad; la muestra pudo contaminarse después de ser fabricada o pueden tratarse de impurezas del vidrio. En el caso del oxígeno puede

tratarse de oxidación, aunque sería necesario otros estudios para estar completamente seguros sobre la manera en que se oxidan las películas.



(a) Amplificación x1700.

(b) Amplificación x4300



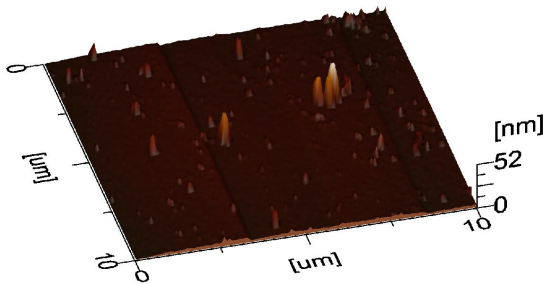
(c) Amplificación x20000

Figura 4.17: Imagen obtenida por microscopio de barrido SEM, del perfil de láminas comerciales de tungsteno.

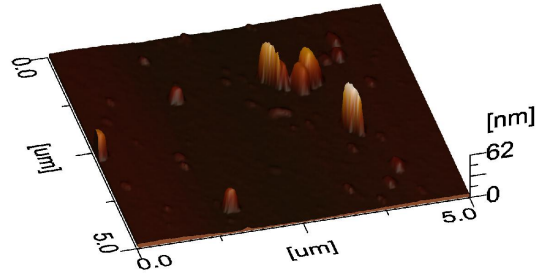
Comparando las figuras 4.15 y las figuras 4.17, podemos decir que tienen diferentes estructuras. Como ya se mencionó, en las primeras tenemos una estructura de columnas; mientras que la lámina, podría tener una estructura de capas. Lo que se observa con más detalle en la figura 4.17(c).

4.2.2. AFM

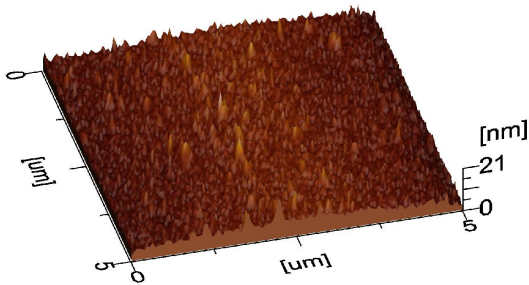
Los resultados obtenidos por AFM son de una manera cualitativos. Por ejemplo, no podemos usarlos para medir el espesor de las películas; la resolución del sistema no lo permite. Además es necesario que la muestra tenga un “escalón”(un lugar junto a la película donde no se haya depositado material).



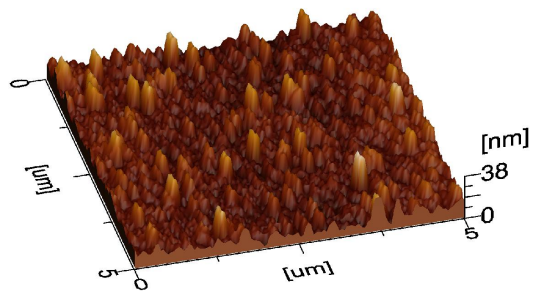
(a) Muestra 1 de níquel fabricada por cañón de electrones sobre silicio.



(b) Muestra 1 de níquel fabricada por cañón de electrones sobre silicio.



(c) Muestra 1 de níquel fabricada por cañón de electrones sobre vidrio.



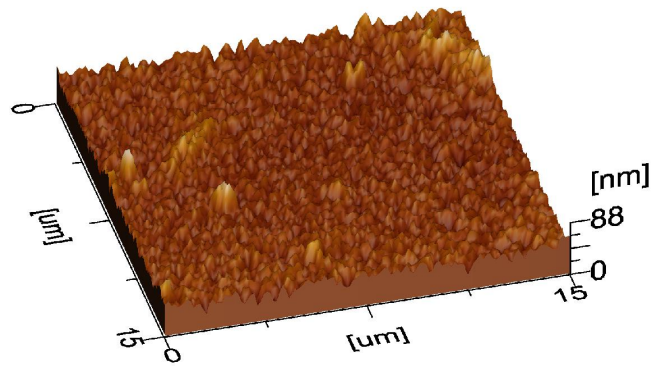
(d) Muestra 2 de níquel fabricada por cañón de electrones sobre vidrio.

Figura 4.18: Imágenes obtenidas por AFM de las superficies de las muestras de níquel fabricadas por cañón de electrones. Con las siguientes escalas: a) $10\ \mu\text{m} \times 10\ \mu\text{m}$, b) $5\ \mu\text{m} \times 5\ \mu\text{m}$, c) $5\ \mu\text{m} \times 5\ \mu\text{m}$ y d) $5\ \mu\text{m} \times 5\ \mu\text{m}$.

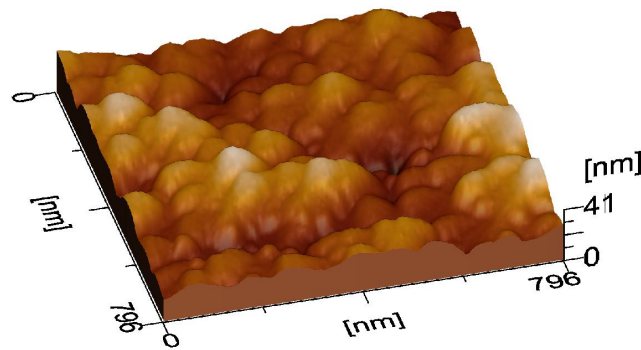
Como se puede ver en la muestra 1 de níquel fabricada por cañón de electrones sobre silicio (figura 4.18) (a)), aunque la película es relativamente delgada, existen puntos donde el crecimiento fue mayor que el resto. Entonces aparentemente el crecimiento no fue completamente uniforme.

La figura 4.18 (d) muestra la película 2 de níquel fabricada por cañón de electrones

sobre vidrio. Como se mencionó antes y en el capítulo de *desarrollo experimental*, esta película es más gruesa que la muestra 1 de níquel por cañon de electrones. En este caso se tiene una mayor densidad de las columnas, lo que hace que aparentemente esta película sea más uniforme.



(a)



(b)

Figura 4.19: Imagen obtenida por AFM de la superficie de la película de tungsteno 5 fabricada por *sputtering* sobre vidrio. Las superficies de análisis son: a) $15 \mu\text{m} \times 15 \mu\text{m}$ y b) $796 \text{ nm} \times 796 \text{ nm}$.

Como se puede observar en las figuras 4.19 (a) y (b), el crecimiento de la película es por puntos.

La diferencia de altura entre los puntos es menor que en el caso de las películas delgadas de níquel, aunque se trata de otro material podemos compararlos en cierta medida. Es por esto que podemos decir que las películas gruesas pueden tener una topografía más uniforme.

A partir de lo que se ve en las figuras 4.15 y en la topografía que se observa en la

figura 4.19, podriamos decir que el crecimiento de la película fue en forma de columnas.

4.3. Eficiencia de moderación

Como se mencionó en el capítulo de desarrollo experimental, se midió la eficiencia de moderación de distintas muestras. Estos resultados se muestran en la tabla 4.4.

Tabla 4.4: Descripción de los sistemas de moderación estudiados y su eficiencia de moderación relativa.

Sistema	Eficiencia de moderación (u. a.) $\pm 3\%$	Extensión de energía
Mallas sin tratar	0.13	10 %
Mallas tratadas (en vacío)	0.23	6 %
Mallas tratadas (en atmósfera de Ar)	0.12	•
Membranas de Parlodion [®] con W incrustado	0.04	•
Películas de tungsteno en mallas sin tratar	0.40	•
Películas de tungsteno en mallas tratadas	0.55	•

Se puede observar que, entre los sistemas medidos, los sistemas con películas delgadas son los que presentan una mayor eficiencia de moderación. Se observa también que la eficiencia es relativamente más alta cuando la película se coloca entre mallas tratadas, comparado a cuando se coloca entre mallas sin tratar. Como se mencionó antes, existen otros sistemas que tienen una eficiencia más grande, como los moderadores de gases nobles. Pero el tungsteno ha mostrado ser una opción bastante eficiente, ya que es relativamente fácil de fabricar y mantener.

Capítulo 5

Conclusiones

El objetivo del presente trabajo fue fabricar películas delgadas de tungsteno y níquel. Además de describir algunas de sus características físicas para más adelante correlacionarlas con la moderación de positrones.

La técnica de RBS fue muy importante en este trabajo. Como se mencionó en la teoría, ésta nos permitió conocer concentraciones elementales y espesores de las muestras.

El presente trabajo también permitió determinar las condiciones apropiadas para realizar los depósitos de níquel y de tungsteno. Además de conocer los sistemas disponibles, su funcionamiento y la infraestructura con la que se cuenta.

Al mismo tiempo se pudieron comparar algunas de las técnicas de caracterización utilizadas: RBS, SEM y AFM. Un ejemplo específico es la película de tungsteno 5. Los espesores obtenidos por RBS son cercanos a las $2 \mu\text{m}$ lo que concuerda, con un cierto error, con lo observado en las imágenes de microscopía SEM.

En los espectros de las películas de níquel fabricadas por evaporación térmica se puede observar que el material de las mallas (tungsteno) se depositó también en la película. En el caso de que se usen como moderadores, se piensa que esto no es un problema grave, ya que el tungsteno es otro material usado como moderador. Aunque es necesario realizar la medida de la eficiencia para saber de manera definitiva qué efecto tendrá.

El microscopio SEM fue útil para poder medir el espesor de las películas; nos permitió observar la estructura de las películas. Por ejemplo, en las figuras 4.15 (a), (b) y (c) se puede observar como si la película hubiese tenido un crecimiento en columnas.

Como se puede observar en la figura 4.16, el espectro nos indica qué elementos se

encuentran dentro de la película de tungsteno. Podemos observar que se tiene tungsteno pero también elementos como oxígeno, carbono, sodio y níquel. Las bajas concentraciones hacen pensar que puede deberse a impurezas en el sustrato. Finalmente, se presentan las imágenes con microscopio SEM de láminas comerciales de Tungsteno. Podemos comparar la estructura interna de las películas fabricadas y las láminas comerciales. Lo que hace pensar que las películas tendrán una menor cantidad de defectos.

Con las imágenes de AFM se observó que la topografía superficial de las películas es bastante uniforme. Además de que se pudo comparar la uniformidad en función del espesor y del tipo de sustrato. Se observó que no existe una diferencia apreciable entre las películas sobre silicio o sobre vidrio. Además, las películas más gruesas resultaron ser menos rugosas.

Pudimos observar que las películas de níquel fabricadas por cañón de electrones fueron uniformes, aunque para poderse usar como moderadores deben ser más gruesas.

En el caso del tungsteno, se comprobó que el sistema de la figura *sputtering* podría producir películas lo suficientemente gruesas para ser usadas como moderadores. Aunque es necesario saber de donde provienen los otros elementos detectados.

Se midió la eficiencia de moderación de algunos sistemas, donde resultó que las películas de tungsteno tenían la mayor eficiencia de moderación.

Por último se concluye que las películas delgadas de tungsteno fabricadas por *sputtering* son la mejor opción para usarse como moderadores, ya que el sistema nos permitió fabricar películas relativamente gruesas y resultaron tener la mayor eficiencia de moderación comparadas con otros sistemas. Es por este motivo que se invirtió tanto tiempo en fabricar películas delgadas.

Bibliografía

- [1] M. Charlton y J. W. Humberston, *Positron Physics* (Cambridge University Press, Reino Unido, 2001).
- [2] Lawrence Berkeley National Laboratory, *Electron-positron Pair: Matter/antimatter*, ca, U.S.A.
Imagen tomada del sitio Science photo library:
<http://www.sciencephoto.com/media/1378/view>
- [3] C. M. Surko, G. F. Gribakin y S. J. Buckman (2005) Low-energy positron interactions with atoms and molecules, *Journal of Physics B: Atomic, Molecular and Optical Physics*, **38** (6), 57.
- [4] P. Coleman, Ed., *Positron Beams And Their Applications* (World Scientific Pub. Co., Singapore, 2000).
- [5] Y. C. Jean, P. E. Mellon y D. M. Schrader, Eds., *Principles and Applications of Positron and Positronium Chemistry* (World Scientific Pub. Co. Inc., Singapore, 2003).
- [6] A. P. Mills (1981) Observation of the Positronium Negative Ion, *Physical review letters*, **46** (11), 717.
- [7] William R. Leo, *Techniques for Nuclear and Particle Physics Experiments: A How-To Approach* (Springer Science and Business Media, Alemania, 1994).
- [8] Henrik Bluhme (2000) *Ionisation by Positron Impact*. Tesis de doctorado. Institute of Physics and Astronomy University of Aarhus, Dinamarca.
- [9] Antonio Zecca, Luca Chiari, A. Sarkar, S. Chattopadhyay y M.J. Brunger (2010) Procedures for conditioning W and Ni moderators for application in positron scat-

- tering measurements, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*, **268** (5), 533.
- [10] B. Y. Tong (1972) Negative Work Function of Thermal Positron in Metals, *PHYSICAL REVIEW B: condensed matter and materials physics*, **5** (4), 1436.
- [11] W. H. Cherry, Tesis de doctorado, Princeton University, 1958.
- [12] A. P. Mills y E. M. Gullikson (1986) Solid neon moderator for producing slow positrons, *Appl. Phys. Lett.* **49** 1121.
- [13] A. P. Mills y W. S. Crane (1984) Comment on emission of band-gap-energy positrons from surfaces of LiF, NaF, and other ionic crystals, *Phys. Rev. Lett.* **53**, 2165.
- [14] E. Gramsch, J. Thrower y K. G. Lynn (1987) Development of transmission positron moderator, *Appl. Phys. Lett.* **51** 1862.
- [15] K. G. Lynn, B. Nielsen y J. H. Quateman (1985) Development and use of a thin film transmission positron moderator, *Appl. Phys. Lett.* **47** 239.
- [16] H.M. Weng, C.C. Ling, C.D. Beling, S. Fung, C.K. Cheung, P.Y. Kwan y I.P. Hui (2004) Tungsten mesh as positron transmission moderator in a monoenergetic positron beam, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms* **225** (3), 397.
- [17] L. Liskay, Zs. Kajcsos, M. F. Barthe, L. Henry y G. Duplâtrec, A. Nagy (2002) Improved tungsten moderator structures for low positron beams, *Applied Surface Science* **194** (1-4), 16.
- [18] T.C. Griffith (1994) Early experiments with slow positrons in atomic physics, *Hyperfine Interactions*, **89** (1), 3.
- [19] G. P. Karwasz, A. Zecca, R. S. Brusa, D. Pliszka (2004) Application of positron annihilation techniques for semiconductors, *Journal of Alloys and Compounds*, **382** (1-2), 244.
- [20] J. Miranda, *Técnicas Analíticas de Origen Nuclear: Un curso introductorio* (IF-UNAM, México, 1996).

- [21] Donald M. Mattox, *Handbook of Physical Vapor Deposition (PVD) Processing* (William Andrew applied science publishers, San Diego, 2010).
- [22] Perla Patricia Hernández Colorado (2006) *Elaboración y optimización de espejos concentradores dobles (Al/SiO₂/Al/SiO₂) de primera superficie para el Sistema Híbrido Solar Geotérmico*. Tesis de maestría. Universidad Nacional Autónoma de México, México.
- [23] Professor K.S. K.S Sree Harsha, *Principles of Vapor Deposition of Thin Films*, (Elsevier Science, Gran Bretaña, 2006).
- [24] Cruz Cárdenas Julio César (2012) *Síntesis y simulación de la preparación de películas basadas en aluminio y titanio depositadas por sputtering con magnetron*. Tesis de maestría. Universidad Nacional Autónoma de México, México.
- [25] Ch. Steinbruchel (1985) A Simple Formula for Low - Energy Sputtering Yields, *Applied Physics A*, **36** (1), 37.
- [26] P.J. Kelly y R.D. Arnell (2000) Magnetron sputtering a review of recent developments and applications, *Vacuum*, volumen 56 (3), 159–172.
- [27] J. R. Bird y J. S. Williams, Eds., *Ion Beams for Materials Analysis* (Academic Press, San Diego, 1989).
- [28] Glenn F. Knoll, *Radiation detection and measurement*, 2a. Ed. (John Wiley and Sons, Nueva York, 1989).
- [29] Francisco Javier Ramírez Jiménez, *Instrumentación Electrónica Nuclear* (Contribuciones del Instituto Nacional de Investigaciones Nucleares al avance de la Ciencia y la Tecnología en México, Mexico, 2010).
- [30] Kenneth S. Krane, *Introductory Nuclear Physics* (John Wiley and Sons, Nueva York, 1987).
- [31] Eduardo Andrade, *Aceleradores de Partículas* (IFUNAM Física Experimental, México, 2001).
- [32] Ray F. Egerton, *Physical Principles of Electron Microscopy: An Introduction to TEM, SEM, and AEM* (Springer, USA, 2008).

- [33] K. S. Birdi, *Scanning Probe Microscopes: Applications in Science and Technology* (CRC Press, USA, 2003).
- [34] Tolga Tavsanoğlu, Ceren Begun, Murat Alkan y Onuralp Yücel (2013) Deposition and Characterization of Tungsten Carbide Thin Films by DC Magnetron Sputtering for Wear-Resistant Applications, *JOM*, **65** (4), 562.
- [35] Rainer Behrisch, Wolfgang Eckstein, Eds., *Sputtering by Particle Bombardment: Experiments and Computer Calculations from Threshold to MeV Energies* (Springer, USA, 2007).