

16
20
UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

Facultad de Ciencias

“ Estudio de películas de NdF_3 por haces iónicos ”
Tesis que para obtener el grado de
Físico
presenta Alejandro Crispo Sosa.

Directora de tesis: Dra. Alicia Oliver.

**TESIS CON
FALLA DE ORIGEN**

octubre de 1991.



UNAM – Dirección General de Bibliotecas Tesis Digitales Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS © PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

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

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

Introducción	1
Capítulo 1 Procesos básicos.	3
1.1 PODER DE FRENAMIENTO.	4
1.1.1 Poder de frenamiento nuclear.	4
1.1.2 Poder de frenamiento electrónico.	9
1.1.3 Ley de Bragg.	10
1.2 PROCESOS EN CASCAIDA.	11
1.3 EROSIÓN IÓNICA.	13
Capítulo 2 Simulación de procesos.	17
2.1 ÁNGULO DE DISPERSIÓN Y TRANSFERENCIA DE ENERGÍA.	19
2.2 PODER DE FRENAMIENTO NUCLEAR.	21
2.3 PODER DE FRENAMIENTO ELECTRÓNICO.	21
2.4 DISTANCIA ENTRE COLISIONES Y PARÁMETRO DE IMPACTO.	23
Capítulo 3 Técnicas de análisis	24
3.1 RBS.	25
3.1.1 Conceptos básicos.	26
3.1.2 Medición de espesores.	27
3.1.3 Altura del espectro.	30
3.1.4 Muestras multicomponentes.	32
3.2 PIXE.	36
3.2.1 Conceptos básicos.	36
3.2.2 Detección de rayos X.	40

3.2.3 Medición de espesores.	41
3.3 RNRA.	42
3.3.1 Conceptos básicos.	43
3.3.2 Determinación de perfiles de concentración de flúor.	45

Capítulo 4 Procedimiento experimental 48

4.1 PREPARACIÓN DE MUESTRAS.	49
4.2 CARACTERIZACIÓN DE MUESTRAS.	50
4.2.1 Análisis por RBS.	50
4.2.2 Análisis por PIXE.	53
4.2.3 Análisis por RNRA.	54
4.3 PRODUCCIÓN DE DAÑO.	57
4.3.1 Daño con argón de 7 keV.	57
4.3.2 Daño con argón de 150 keV.	59

Capítulo 5 Resultados y conclusiones 60

5.1 RESULTADOS	61
5.1.1 Muestras 1, 2 y 3.	61
5.1.2 Muestra 4.	64
5.1.3 Muestra 5.	66
5.1.4 Incertidumbres.	67
5.2 ANÁLISIS.	68
5.2.2 Resultados experimentales	68
5.2.2 Simulación por TRIM	70
5.3 CONCLUSIONES.	71

Referencias 74

Podemos decir que el estudio de películas delgadas empezó desde el siglo XVII con físicos como Newton, Hooke y Boyle y desde entonces se ha reconocido su utilidad. En un principio su estudio estuvo dirigido hacia sus propiedades ópticas, sin embargo pronto se comenzaron a estudiar tanto sus propiedades mecánicas, químicas como eléctricas y magnéticas.

Sus propiedades ópticas hacen a las películas delgadas útiles en la fabricación de filtros y superficies antirreflejantes. Algunas piezas de maquinaria son sometidas a fuertes esfuerzos mecánicos al mismo tiempo que están expuestas a sustancias corrosivas. Como es difícil encontrar materiales ideales para estas situaciones, muchas veces se construye la pieza de un material que resista el esfuerzo mecánico y se le recubre con una película delgada resistente al ataque químico. El recubrimiento con películas delgadas es además útil para evitar lubricantes así como para terminados decorativos de piezas.

Sin embargo actualmente sus aplicaciones más importantes se encuentran en la electrónica donde se construyen desde resistencias hasta transistores y diodos a base de películas delgadas. Dicho uso ha permitido reducir el tamaño de dispositivos electrónicos considerablemente; sin embargo, es precisamente este tamaño reducido el que ocasiona algunos otros efectos indeseables como la electroimanciación y la interdifusión que cambian sus propiedades eléctricas.

Hoy en día se estudian intensamente formas, de cómo es posible cambiar algunas propiedades de las películas delgadas. Algunas de estas formas se basan en la irradiación de la película delgada con iones para tratar de "implantar" ^{los iones} en la película, para cambiar la concentración de los componentes de la misma o para mezclar una porción de ella con otro material también en forma de película o como sustrato.

En este trabajo se estudian películas delgadas de fluoruro de neodimio debido ^a que presentan algunas propiedades eléctricas [1] que, en comparación con otros fluoruros ^{que} [2], las podrían hacer útiles en la fabricación de componentes electrónicos como, por ejemplo, transistores de efecto de campo.

El estudio de estas películas consistió, en este trabajo, esencialmente en cuantificar la erosión iónica producida por haces de iones de argón, es decir, cuántos átomos de la superficie son expulsados de la superficie debido a la irradiación. Durante este trabajo se buscó también observar desabsorción de flúor como consecuencia de la irradiación, ya que ésta se ha observado en otros trabajos [3]. Igualmente se estudió el problema con la intención de producir mezcla atómica en el futuro.

En los primeros capítulos se hace un breve análisis de los fenómenos involucrados en este estudio, así como se describe un programa de cómputo ampliamente utilizado para simular éstos. En el tercer capítulo se describen las técnicas nucleares RBS (retrodispersión de Rutherford), PIXE (producción de rayos X inducidos por protones) y RNRA (análisis por reacciones nucleares resonantes) con las que se hizo la caracterización y el estudio de las películas de fluoruro de neodimio. El cuarto capítulo describe el desarrollo experimental y finalmente el quinto capítulo muestra los resultados obtenidos, su análisis y las conclusiones que se pueden extraer de los mismos.

Capítulo 1

Procesos básicos

En este primer capítulo se discuten brevemente algunos de los procesos más importantes ocurridos al irradiar un material con iones. En primer lugar se explica el poder de frenamiento, que es de primordial importancia en los siguientes fenómenos, los procesos en cascada y la erosión iónica.

1.1 PODER DE FRENAMIENTO.

En la transferencia de energía de un ion que atraviesa un material [4], se pueden distinguir dos tipos de procesos: La interacción del ion incidente con los núcleos de los átomos que forman el blanco y la interacción con los electrones del material. El efecto inmediato que tienen estas interacciones es que después de atravesar el ion una distancia dx dentro del material, el ion habrá perdido cierta energía dE . A esta pérdida de energía por unidad de longitud, se la llama "poder de frenamiento" o "pérdida de energía específica" y en general la podemos escribir como:

$$\frac{dE}{dx} = \left(\frac{dE}{dx} \right)_e + \left(\frac{dE}{dx} \right)_n \quad (1.1)$$

Además se ha encontrado experimentalmente que $-dE/dx$ depende de la energía del ion incidente como se muestra en la figura 1.1, siendo a bajas energías el poder de frenamiento nuclear más importante, mientras que a altas energías es el frenamiento electrónico mayor.

Si se divide
Dividiendo el poder de frenamiento dE/dx entre el número de átomos en el blanco, obtenemos: *de otro tipo*.

$$\varepsilon = \frac{1}{N} \left(\frac{dE}{dx} \right) \quad (1.2)$$

que es la sección eficaz de frenamiento y es una propiedad atómica.

1.1.1 Poder de frenamiento nuclear.

El poder de frenamiento nuclear [5] *se puede* lo podemos considerar como el resultado de las colisiones elásticas coulombianas entre el ion y los núcleos del material que forma el blanco.

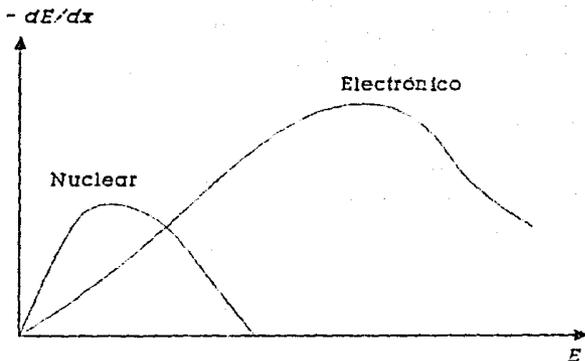


Figura 1.1 Poder de frenamiento como función de la energía del proyectil.

La figura 1.2 muestra una colisión típica entre dos cuerpos con un parámetro de impacto p . El ion incidente es desviado a un ángulo θ_1 , transfiriéndole una energía $T(E, p)$ al núcleo del material, que retrocede a un ángulo θ_2 .

Si el material tiene una densidad atómica N , entonces en una "capa" suficientemente delgada de material hay $N dx$ átomos, de los cuales $2\pi p dp N dx$ están a una distancia entre p y $p + dp$ perpendiculares a la trayectoria del ion. De lo anterior obtenemos que la energía transferida por el ion en dx está dada por:

$$\Delta E = -N \Delta x \int_0^{\infty} T(E, p) 2\pi p dp$$

de donde:

$$-\frac{dE}{dx} = N \int_0^{\infty} T(E, p) 2\pi p dp$$

o bien, si consideramos la sección eficaz diferencial de dispersión a una energía E que involucra una transferencia de energía T :

$$-\frac{dE}{dx} = N \int_{T_m}^{T_{max}} T d\sigma(E, T) \quad (1.3)$$

donde T_{max} es la máxima transferencia de energía posible, que corresponde a una colisión frontal y T_m es la mínima transferencia de energía posible, que se determina según el modelo que se utilice.

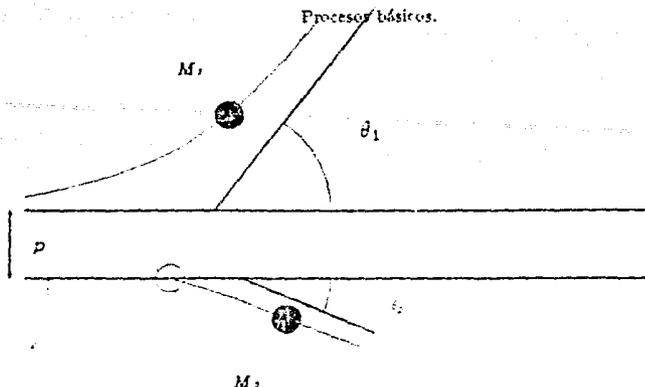


Figura 1.2 Colisión entre el proyectil y el átomo del blanco.

Desde el sistema de referencia centro de masa la colisión se observa como se muestra en la figura 1.3, en el cual $E_{cm} = E\mu/M_1$ donde $\mu = M_1M_2/(M_1 + M_2)$ es la masa reducida.

De la conservación de momento angular $(2M_1E_{cm})^{1/2}$ y de energía nos daremos cuenta de que:

$$z^2 + x^2 = \frac{1}{E^2} \left(1 - \frac{V(u)}{E_{cm}} \right) \quad (1.3)$$

con $u = \frac{1}{r}$

De la ecuación se obtiene:

Resolviendo esta ecuación, obtenemos:

$$\theta_{CM} = -2p \int_0^{u_{max}} \frac{du}{\left(1 - \frac{V(u)}{E_{cm}} - p^2u^2 \right)^{1/2}} \quad (1.5)$$

De donde obtenemos el ángulo de dispersión y su relación con la transferencia de energía T :

$$\tan \theta_1 = \frac{\text{sen } \theta_{CM}}{\cos \theta_{CM} + M_1/M_2} \quad (1.6)$$

y

$$\cos \theta_1 \left(1 - \frac{T}{E} \right) = 1 - \frac{(M_1 + M_2)T}{2M_1E} \quad (1.7)$$

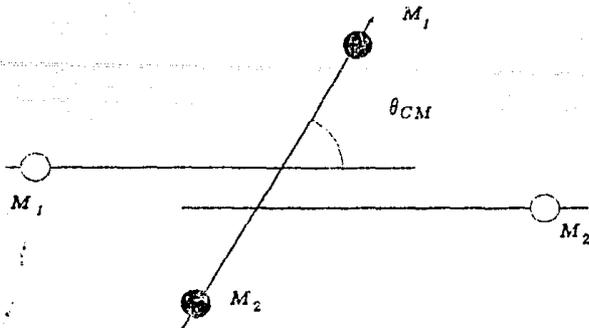


Figura 1.3 Colisión observada desde el sistema de referencia centro de masa.

Para resolver la ecuación de dispersión (1.5) es necesario no sólo conocer la forma analítica del potencial nuclear, sino que además ésta debe de satisfacer ciertas condiciones para poder integrarla. En general el potencial tiene la forma que se muestra en la figura 1.4. Para calcular este potencial existen muchas teorías, como por ejemplo la aproximación empírica de Molière del potencial de Thomas-Fermi o la aproximación simple de Rutherford que es válida a distancias cortas del núcleo y donde se considera solamente la repulsión electrostática de los núcleos.

En el caso de Rutherford, para energías del proyectil suficientemente altas:

$$T = E \sin^2 \frac{\theta_{CM}}{2} \quad (1.8)$$

y

$$p = b \cot \frac{\theta_{CM}}{2}$$

donde $b = Z_1 Z_2 e^2 / E_{CM}$

Además la sección eficaz de dispersión diferencial para una transferencia de energía T , bajo las mismas condiciones es:

$$\frac{d\sigma}{dT} = \frac{1}{4} \pi b^2 T_{max} / T^2$$

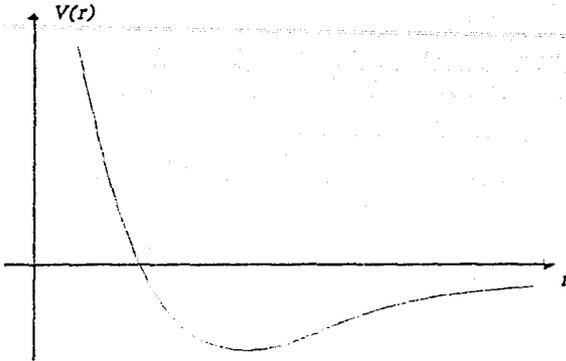


Figura 1.4 Potencial nuclear.

Sustituyendo en la ecuación (1.3) ^{se obtiene} obtenemos finalmente:

$$-\left(\frac{dE}{dx}\right) = \frac{1}{4} \pi N t^2 T_{max} \int_{T_m}^{T_{max}} \frac{dT}{T}$$

ó bien:

$$-\left(\frac{dE}{dx}\right) = \frac{1}{4} \pi N t^2 T_{max} \ln(T_{max}/T_m) \quad (1.9)$$

donde I es la energía de excitación promedio del electrón en el blanco y es aproximadamente $11Z_2$ eV y T_m esta relación ^{con} el espacio interatómico del blanco.

A bajas energías, el potencial de interacción ~~lo~~ ^{se escribe} podemos escribir, según el modelo estadístico del átomo de Thomas-Fermi como el potencial de Coulomb "apantallado" por una función:

$$V(r) = \frac{Z_1 Z_2}{r} \phi(r/a) \quad (1.10)$$

donde a es el radio de apantallamiento de Firsov para la colisión:

$$a = \frac{0.855a_0}{(Z_1^{1/2} + Z_2^{1/2})^{2/3}} \quad (1.11)$$

$\phi(r/a)$ se puede considerar como $a/2r$ con lo que se llega a una expresión para $(dE/dx)_n$, la cual, aunque no refleja la dependencia con la energía del proyectil, sí da el orden de magnitud. Para cálculos más exactos debe considerarse el potencial de Thomas-Fermi o su aproximación empírica de Molière:

$$\phi(r/a) = 0.35 \exp(-0.3r/a) + 0.55 \exp(-1.2r/a) + 0.1 \exp(-6r/a)$$

para el cual las soluciones de la integral de dispersión, Ecuación (1.5), se encuentran tabuladas.

En la figura 1.5 se muestran los poderes de frenamiento obtenidos para los distintos potenciales discutidos brevemente.

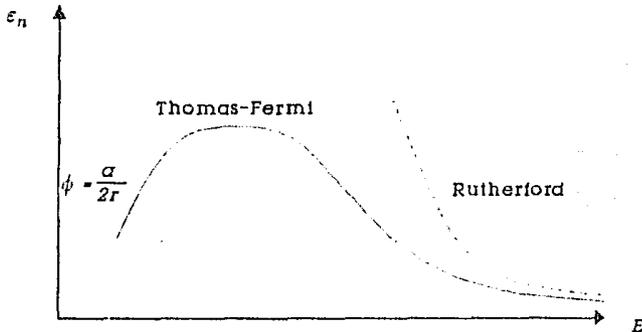


Figura 1.5 Poder de frenamiento nuclear.

1.1.2 Poder de frenamiento electrónico.

Cuando un ion se mueve a través de un material, el ion pierde energía debido a la interacción con los electrones del material, que son excitados o expulsados de los átomos del material. Debido a que el tamaño del núcleo es mucho menor que el radio del átomo, la interacción del ion con los electrones es en realidad lo que domina a energías no demasiado bajas, sobre todo si el ion incidente es ligero. Sin embargo, ya que la masa del ion es mucho mayor que la masa del electrón, la interacción electrónica no produce desviación importante en la trayectoria del ion.

A suficientemente altas energías, es decir cuando la velocidad del ion es mayor que la velocidad del electrón orbital, velocidad de Bohr ($v_0 = Z_1 e^2 / \hbar$), el poder de frenamiento electrónico se puede calcular como lo hizo Bohr en 1913 clásicamente, considerando la interacción del ion con el electrón, y por lo tanto la transferencia de energía como una rápida perturbación al estado estacionario del átomo. Bethe hizo el mismo cálculo cuánticamente en 1931, dando como resultado:

$$-\frac{dE}{dz} = \frac{4\pi Z_1^2 e^4 N}{m v^2} \ln \frac{2mv^2}{I} \quad (1.12)$$

donde I es la energía de excitación promedio del electrón que para la mayoría de los elementos es aproximadamente $10Z_2$. En esta región de energías del ion, el poder de frenamiento electrónico disminuye con la energía ya que el ion permanece menos tiempo en la cercanía del átomo cuando su velocidad es mayor. Es importante señalar que en el cálculo de la expresión anterior están presentes dos contribuciones: una debida a las colisiones directas entre el ion y los electrones y otra debida a transferencia de energía a distancia por resonancia, las dos de la misma magnitud.

Cuando la energía del ion no es tan alta y los efectos de intercambio de electrones entre el ion incidente y los átomos del blanco es más importante, Lindhard y Scharif obtuvieron a partir del modelo de Thomas-Fermi la siguiente expresión:

$$-\frac{dE}{dz} = \xi_c \delta \pi e^2 N a_0 Z_1 Z_2 (Z_1^2 + Z_2^2)^{-\frac{1}{2}} v / v_0 \quad (1.13)$$

donde ξ_c es una constante adimensional del orden de $Z_1^{1/6}$, a_0 es el radio de Bohr y v_0 es la velocidad de Bohr. Hay que hacer notar que en esta región de energías del ion, el poder de frenamiento electrónico es proporcional a la velocidad del ion. El máximo en el frenamiento electrónico se encuentra precisamente entre estas dos regiones.

1.1.3 Ley de Bragg.

Cuando el material que forma el blanco está compuesto por más de un elemento, la sección eficaz de frenamiento es la suma de los poderes de frenamiento de cada uno de los elementos que lo forman. A este postulado se le conoce como ley de Bragg y lo podemos escribir como:

$$\epsilon^{A_m B_n} = m \epsilon^A + n \epsilon^B \quad (1.14)$$

donde $\epsilon^{A_m B_n}$ es el poder de frenamiento en un material compuesto por m átomos de A y n átomos de B , ϵ^A y ϵ^B son las secciones eficaces de frenamiento de A y B respectivamente.

En todo lo anterior no se han tomado en cuenta efectos relativistas, ya que a las energías de interés, éstos no se manifiestan.

1.2 PROCESOS EN CASCADA.

Al bombardear un material con iones [6], éstos producen una serie de efectos a lo largo de su trayectoria dentro del material, entre los que se pueden mencionar desplazamientos de los átomos del material de su posición original e implantación de iones en el material como los más importantes. Éstos a su vez son la causa de cambios de estructura y de fase en los materiales, así como de la erosión superficial.

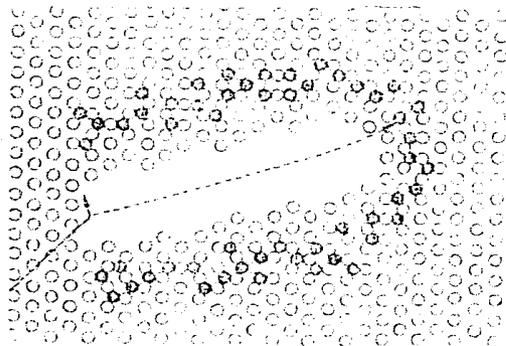


Figura 1.6 Cascada producida por un ion.

En estos procesos nos interesa saber cómo se distribuyen los iones implantados dentro del material así como el daño que causan (desplazamientos, energía depositada, etc) a lo largo de su trayectoria. La ecuación de transporte de Boltzmann permite calcular la distribución de momento tanto para los iones incidentes como para los átomos desplazados del material:

Supongamos que el blanco es amorfo o que está orientado en una dirección al azar, que

es homogéneo en todas las direcciones perpendiculares a la superficie y que está constituido por una sola clase de átomos, entonces, si $f(p, z)$ es el número de partículas con momento entre p y $p+dp$ que cruzan una unidad de área a una profundidad z , la distribución espacial está dada por la ecuación de transporte de Boltzmann:

$$\frac{\delta f(p)}{\delta z} = N \int \left[f(p') \frac{d\sigma(p' - p)}{\cos \theta_{p'}} \right] - \left[f(p) \frac{d\sigma(p - p')}{\cos \theta_p} \right] + Q(p) \quad (1.15)$$

En esta ecuación $d\sigma$ es el área diferencial que presenta un átomo del blanco a un ion incidente con momento p para que sea dispersado con momento p' . Si el momento con que es dispersado un ion es menor que cierto límite, se considera que se detiene y se elimina de la distribución. Los factores $\cos \theta$ resultan al considerar que algunas partículas deben atravesar una distancia $dz/\cos \theta$ al moverse oblicuamente. Q es un término que permite incorporar a la distribución las partículas que son desplazadas. Además se tiene la condición de frontera que en $z = 0$ (en la superficie) todas las partículas tienen un momento inicial p ($f(p, 0) = k(p - p_0)$).

Para poder calcular la ecuación de Boltzmann (15) es necesario hacer algunas suposiciones adicionales (no inherentes a la ecuación misma):

1. La sección eficaz $d\sigma$ es la suma de una parte elástica nuclear $d\sigma_n$ y una parte electrónica inelástica $d\sigma_e$.
2. La dispersión consiste de una serie de colisiones binarias, de tal manera que la contribución de varios elementos de un material compuesto, es simplemente la suma de cada una de ellas.
3. El frenamiento electrónico sólo causa pérdida de energía en forma continua.
4. Sólo las colisiones nucleares causan desviaciones en las trayectorias de los iones y desplazamientos en los átomos del blanco.
5. La mecánica clásica de dos cuerpos se puede utilizar para describir las colisiones.
6. Para cada colisión con una transferencia de energía T mayor que la energía de ligamento se crea una nueva partícula para la distribución consistente con la quinta condición.

Cuando además se linealiza la ecuación de Boltzmann, considerando los átomos del blanco como "fijos", hablamos de cascadas lineales.

Entre los desplazamientos, podemos decir que existen tres tipos:

1. Desplazamientos primarios, que son producidos por iones con alta o mediana energía. Éstos son los de mayor alcance.
2. Desplazamientos secundarios, que son producidos por átomos a medianas energías desplazados anteriormente.
3. Desplazamientos en cascada, que se producen a bajas energías por lo que tienen un alcance pequeño.

Cuando la energía del ion es muy baja y su número atómico es alto, la sección eficaz de frenado es grande, no pudiéndose utilizar ya el modelo de cascadas lineales. En este caso, la energía transferida es mucho mayor que el calor latente de fusión, formandose alrededor de la trayectoria del ion una zona de material fundido donde los átomos del material ya no se pueden considerar estacionarios. Este problema se vuelve muy complicado, involucrando procesos termodinámicos demasiado rápidos como para alcanzar una situación de equilibrio, llegando a tener núcleos a altas temperaturas mientras que los electrones están "fríos".

1.3 EROSIÓN IÓNICA.

La erosión iónica [7] consiste en el desprendimiento de átomos de la superficie debido a colisiones elásticas con los iones incidentes. A bajas energías, como se ha mencionado anteriormente, el frenamiento nuclear es el que predomina, no sólo transfiriendo energía a los átomos del blanco, sino también momento. El coeficiente de erosión iónica es la razón de átomos del blanco expulsados sobre el número de iones incidentes:

$$Y = \text{coeficiente de erosión iónica} = \frac{\text{número de átomos expulsados}}{\text{número de iones incidentes}}$$

En el proceso de erosión iónica los átomos de la superficie son expulsados cuando los proyectiles le transfieren suficiente energía a los átomos del blanco para que éstos retrocedan y sean capaces de producir otros retrocesos en otros átomos. Algunos de estos nuevos átomos en retroceso llegan a la superficie con suficiente energía para poder escapar del sólido. El proceso de erosión involucra una complicada serie de colisiones con muchos átomos y desviaciones como se muestra en la figura 1.7. Para algunos sistemas, por ejemplo

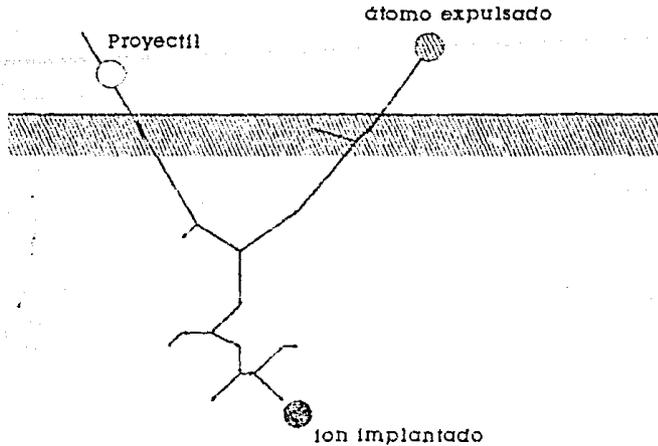


Figura 1.7 Proceso de erosión superficial.

silicio bombardeado con argón, la expulsión del primer átomo con el que choca el proyectil está cinemáticamente prohibida.

El problema de la erosión se puede estudiar por medio de la teoría de transporte, considerando el flujo de energía depositada en la superficie. Los resultados más importantes de tal análisis dado por la teoría de Sigmund [8], [9], se muestran a continuación:

El coeficiente de erosión iónica es proporcional al número de desplazamientos en el blanco, y éste a su vez, en el régimen lineal de cascada, a la densidad de energía depositada por unidad de longitud debida al frenamiento nuclear, por lo tanto:

$$Y = \Lambda F_D(E_0) \quad (1.16)$$

donde Λ contiene todas las propiedades del material, como la energía de ligamento superficial y $F_D(E_0)$ es la densidad de energía depositada en la superficie que depende del tipo del proyectil, su energía y su ángulo de incidencia, así como de los parámetros Z_2 , M_2 y N del blanco:

$$F_D(E_0) = \alpha N \left(\frac{dE}{dx} \right)_n \quad (1.17)$$

Cuando el blanco está formado por un material amorfo, la teoría de cascada lineal nos

dice que:

$$\Lambda \simeq \frac{0.042}{NU_0} \quad (\text{\AA}/\text{eV}) \quad (1.18)$$

$$\alpha = \alpha(M_2/M_1) \simeq 0.25 \quad (1.19)$$

donde U_0 es la energía de ligamento superficial que se puede estimar a partir del calor de sublimación.

Para la descripción de la erosión iónica de un material compuesto por dos elementos A y B es necesario considerar la concentración del material en la superficie C_A^s , C_B^s de cada elemento y en el grueso de la muestra C_A^g y C_B^g . En un principio: *homogénea*

$$C_A^s/C_B^s = C_A^g/C_B^g$$

Al comenzar a ser bombardeada la muestra se comienzan a perder Y_A átomos del elemento A y Y_B del elemento B por cada ion incidente. La proporción de átomos de A y B que son expulsados *va a depender* del número de átomos de A y de B que haya en la superficie así como de las energías de ligamento superficial de cada elemento:

$$\frac{Y_A(0)}{Y_B(0)} = f_{AB} \frac{C_A^g}{C_B^g}$$

Después de cierto tiempo la concentración en la superficie habrá cambiado, habiendo aumentado la concentración de átomos para los cuales la energía de ligamento es mayor. *Para* un tiempo suficiente para alcanzar un estado de equilibrio, la conservación de masa requiere que:

$$\frac{Y_A(\infty)}{Y_B(\infty)} = \frac{C_A^g}{C_B^g}$$

Es decir, la variación de la composición superficial compensa la diferencia de energías de ligamento.

La figura 1.8 muestra como va cambiando Y para el silicio y el platino cuando *PSi* es bombardeado con iones de argón de 40 keV.

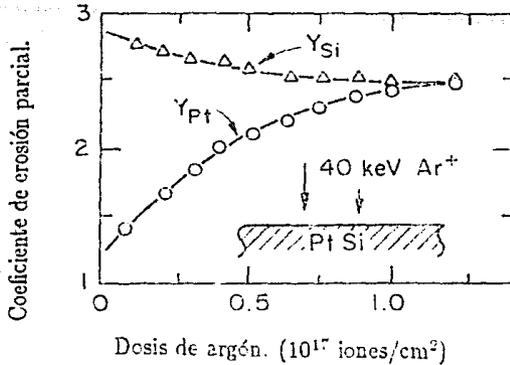


Figura 1.8 Erosión iónica parcial del Si y Pt.

En general, los átomos que son expulsados provienen de dos o tres capas de átomos adentro de la superficie, por lo que lo que hemos llamado concentraciones superficiales, corresponde a algunas capas más adentro del material, unos cuantos Angstroms de profundidad, por lo que es difícil observar esta diferencia aún con los mejores métodos de análisis de superficies.

Para dosis altas, el coeficiente de erosión iónica puede disminuir o aumentar, debido a que en el blanco se ha acumulado suficiente cantidad de iones implantados en la superficie. Los iones incidentes no sólo expulsan átomos del material del blanco, sino también del mismo proyectil implantado, cambiando así algunas propiedades, como por ejemplo $\alpha(M_2/M_1)$ o la estructura de la superficie.

Capítulo 2

Simulación de procesos

La simulación de la distribución de daño en el material se puede obtener utilizando el método de Montecarlo que consiste en "seguir" muchas partículas dentro del material, formando así muchas "historias" sobre las que se toma un promedio. A continuación se describen las relaciones que se utilizan en el programa de cómputo TRIM (TRANsport of Ions in Matter) [10], [11] que ha sido ampliamente utilizado en años recientes.

Cada historia se supone que comienza con una partícula con una energía, una dirección y una posición inicial. La partícula cambia de dirección y pierde energía en forma discreta como resultado de colisiones elásticas binarias con los núcleos de los átomos y pierde energía en forma continua entre cada dos colisiones debido a la interacción inelástica con los electrones. Finalmente, la historia termina cuando la energía cae abajo de un valor predeterminado o cuando su posición sale del blanco. Además se supone al blanco amorfo y se ignoran posibles reacciones nucleares y otros efectos de menor importancia.

Como este método es estadístico y requiere seguir muchas historias, es necesario hacer algunas simplificaciones adicionales que reduzcan el tiempo de cálculo sin afectar demasiado la exactitud de éstos.

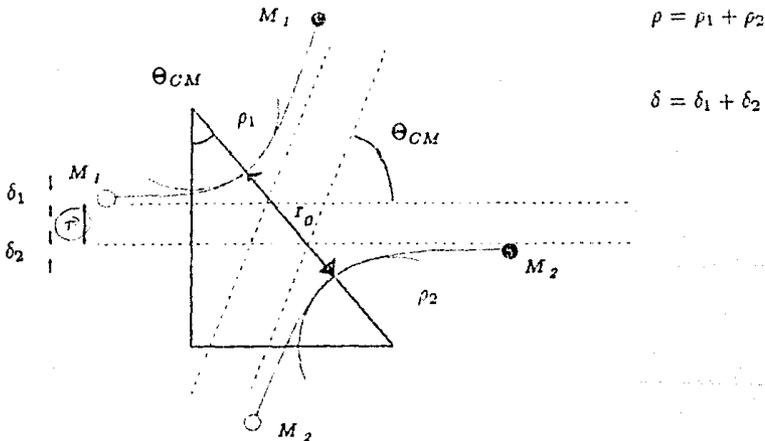


Figura 2.1 Trayectorias de las partículas en el sistema centro de masa.

2.1 ÁNGULO DE DISPERSIÓN Y TRANSFERENCIA DE ENERGÍA.

La primera simplificación se hace al evitar hacerse la integral numérica de dispersión (1.5) para ello, en el programa TRIM, se observa de la figura 2.1 que el ángulo de dispersión en el sistema de referencia centro de masa satisface una relación como la siguiente:

$$\cos \frac{\theta_{CM}}{2} = \frac{\rho + p + \delta}{\rho + r_0} \quad (2.1)$$

donde r_0 , la distancia de máxima aproximación, se calcula, por el método de Newton en a lo más tres pasos iterativos, a partir de la ecuación (1.4) con $r_0 = 1/u_{max}$:

$$1 - \frac{V(r_0)}{E_{CM}} - \left(\frac{p}{r_0}\right)^2 = 0$$

y los radios de curvatura ρ se calculan a partir de la regla elemental de la fuerza centrífuga:

$$\rho = \frac{2[E_{CM} - V(r_0)]}{-V'(r_0)}$$

En este momento es conveniente definir la energía reducida como:

$$\epsilon = \frac{\alpha E_{CM}}{Z_1 Z_2 e^2} \quad (2.2)$$

con Z_1, Z_2 y α , los números atómicos del ion incidente, del blanco, la carga del electrón y la distancia de apantallamiento (de Firsov) dada por la ecuación (1.11).^{*} Así mismo, conviene escribir algunas distancias en unidades de esta distancia de apantallamiento:

$$B = \rho/a \quad R_0 = r_0/a \quad R_c = \rho/a \quad \text{y} \quad \Delta = \delta/a$$

de donde la ecuación (1) se puede reescribir como:

$$\cos \frac{\theta_{CM}}{2} = \frac{B + R_c + \Delta}{R_0 + R_c} \quad (2.3)$$

^{*} de hecho, en el programa TRIM se utiliza la distancia de apantallamiento:

$$a_F = \frac{0.8854a_0}{Z_1^{23} + Z_2^{23}}$$

Para determinar Δ consideramos el límite para altas energías, donde se debe obtener la forma para el potencial no apantallado de Coulomb, luego parametrizamos la forma obtenida para Δ :

$$\Delta = A \frac{R_0 - B}{1 + G}$$

con

$$A = 2\alpha\epsilon B^{\beta}$$

y

$$G = \gamma[(1 + A^2)^{1/2} - A]^{-1}$$

donde:

$$\alpha = 1 + C_1 \epsilon^{-1/2}$$

$$\beta = \frac{C_2 + \epsilon^{1/2}}{C_3 + \epsilon^{1/2}}$$

$$\gamma = \frac{C_4 + \epsilon}{C_5 + \epsilon}$$

(2.4)

En estas ecuaciones, los parámetros a determinar son de C_1 a C_5 y para ello se ajustan por mínimos cuadrados a los valores obtenidos exactamente de la integral de dispersión ec. (1.5) (para una forma de potencial particular ver tabla 2.1). Con esto se ha obtenido una ecuación algebraica para el ángulo de dispersión, en lugar de una integral.

	Molière
C_1	0.6743
C_2	0.009611
C_3	0.005175
C_4	10.0
C_5	6.314

Tabla 2.1 Coeficientes para el potencial de Molière

⁴⁴ el potencial utilizado en el TRIM es:

$$\phi_{II} = 0.1818 \exp(-3.2r/a_{II}) + 0.5099 \exp(-0.2423r/a_{II}) + 0.2802 \exp(-0.4029r/a_{II}) + 0.02817 \exp(-0.2616r/a_{II})$$

que sus autores llaman potencial universal y es más apropiado que la aproximación de Molière de acuerdo a los valores experimentales.

Con el ángulo en el centro de masa podemos obtener la energía transferida en una colisión, Ecuación (1.7), y el ángulo de dispersión, ecuación (1.6).

Para energías suficientemente grandes $\epsilon > 10$ se puede calcular el ángulo de dispersión utilizando simplemente el potencial de Coulomb siendo en este caso:

$$\sin^2 \frac{\theta_{CM}}{2} = [1 + (2eB)^2]^{-1}$$

2.2 PODER DE FRENAMIENTO NUCLEAR.

Para el cálculo de tablas de poder de frenamiento el programa TRIM obtiene una fórmula algebraica definiendo:

$$S_n(\epsilon) = \frac{e}{\pi u^2 T_{MnE}} S_n(E) \quad (2.5)$$

para ajustar una curva de la forma:

$$S_n(\epsilon) = \frac{\ln(1 + a\epsilon)}{2(\epsilon + b\epsilon^c + d\epsilon^{1/2})}$$

a los resultados exactos (realizando todas las operaciones para algún potencial dado) donde a, b, c y d son constantes. Para altas energías se ajusta mejor una curva de la forma:

$$S_n(\epsilon) = \frac{\ln \epsilon}{2c}$$

que reproduce mejor el comportamiento del poder de frenamiento nuclear dado por el potencial no apantallado de Coulomb.

2.3 PODER DE FRENAMIENTO ELECTRÓNICO.

El poder de frenamiento electrónico se calcula en TRIM escribiendolo como:

2.4 DISTANCIA ENTRE COLISIONES Y PARÁMETRO DE IMPACTO.

La distancia entre colisiones L se escoge de tal manera que la desviación angular promedio permanezca constante, de acuerdo a Bohr y Williams:

$$L = \frac{0.02[1 + (M_1/M_2)]^2}{4\pi a^2 N} \frac{\epsilon^2 + 0.052\epsilon^{1.32}}{\ln(1 + \epsilon)} \quad (2.8)$$

donde R_n es un número al azar entre 0 y 1.

Para altas energías ($\epsilon \gg 10$) son pocas las colisiones que producen una desviación significativa al proyectil, por lo que podemos considerar que al atravesar una distancia L sólo tiene una colisión con el átomo con parámetro de impacto mínimo dando como resultado:

$$L = [-\ln(R_n/\pi NL)]^{1/2}$$

Para bajas energías, cuando L en la ecuación (2.8) resulta ser menor que la distancia interatómica promedio $N^{1/3}$, se toma precisamente $N^{1/3}$ en lugar de L dando como resultado para el parámetro de impacto:

$$p = [R_n/(\pi N^{2/3})]^{1/2}$$

2.4 DISTANCIA ENTRE COLISIONES Y PARÁMETRO DE IMPACTO.

La distancia entre colisiones L se escoge de tal manera que la desviación angular promedio permanezca constante, de acuerdo a Bohr y Williams:

$$L = \frac{0.02[1 + (M_1/M_2)]^2}{4\pi a^2 N} \frac{\epsilon^2 + 0.052\epsilon^{1.32}}{\ln(1 + \epsilon)} \quad (2.8)$$

donde R_n es un número al azar entre 0 y 1.

Para altas energías ($\epsilon \gg 10$) son pocas las colisiones que producen una desviación significativa al proyectil, por lo que podemos considerar que al atravesar una distancia L sólo tiene una colisión con el átomo con parámetro de impacto mínimo dando como resultado:

$$p = [-\ln(R_n/\pi N L)]^{1/2}$$

Para bajas energías, cuando L en la ecuación (2.8) resulta ser menor que la distancia interatómica promedio $N^{1/3}$, se toma precisamente $N^{1/3}$ en lugar de L dando como resultado para el parámetro de impacto:

$$p = [R_n/(\pi N^{2/3})]^{1/2}$$

Como ya se mencionó en la introducción, existen una gran cantidad de técnicas para analizar películas delgadas, no sólo su espesor sino también su composición y su estructura. Desafortunadamente, hasta la fecha no podemos decir que exista una técnica que sea mejor que las demás y que pueda ser utilizada en todos los casos, sino que la mayoría de las veces es necesario utilizar más de una técnica para así complementar la información que nos da cada una de ellas. En este capítulo se describen las técnicas que fueron utilizadas en este trabajo para la caracterización de las películas de fluoruro de neodimio.

3.1 RBS.

La técnica de retrodispersión de Rutherford (RBS por sus siglas en inglés) ofrece una gran cantidad de posibilidades para el estudio de materiales, por lo que ha sido utilizada en diversas formas. En esta sección sólo se explicará la parte que nos ha sido útil en este trabajo dejando sin explicar muchas de las posibilidades de esta técnica de análisis, por ejemplo el estudio de multicapas y perfiles de concentración. Para una mayor profundización en esta técnica se puede consultar el libro de Chu y Mayer [4].

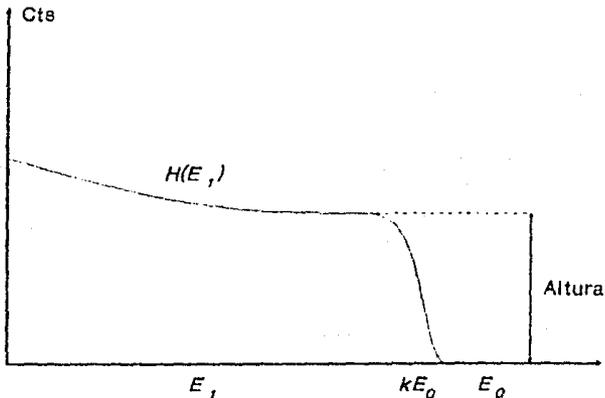


Figura 3.1 Espectro de RBS.

3.1.1 Conceptos básicos.

Esta técnica consiste en hacer incidir un haz de partículas con energía E_0 sobre una muestra para así obtener información sobre ella.

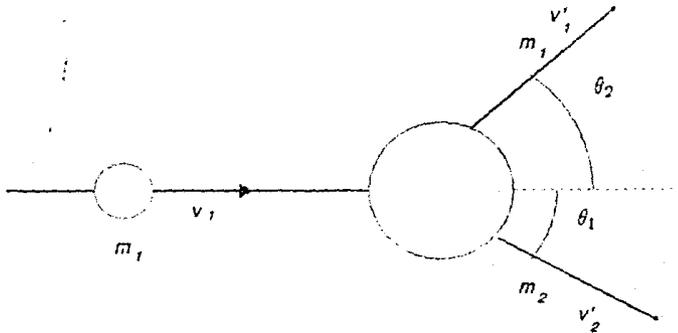


Figura 3.2 Colisión del proyectil con un átomo del blanco.

Supongamos que tenemos una fuente colimada de partículas, con energía E_0 dirigida hacia la muestra, al incidir el haz sobre ella, algunas partículas son retrodispersadas con energía $E < E_0$. Para analizar las partículas retrodispersadas se utiliza un detector que cada vez que llega a él una partícula envía a un pre-amplificador un pulso eléctrico proporcional a la energía de la partícula, este pulso pasa después a un amplificador y finalmente a un multicanal que cuenta el número de pulsos en cada intervalo de energía (canal). El multicanal muestra el número de cuentas en cada canal, dándonos así el "espectro" de la muestra. El espectro de una muestra con un sólo componente es generalmente como el de la figura 3.1.

Para una partícula incidente que es dispersada por un átomo que se encuentra en la superficie de la muestra [13], si la colisión es elástica podemos escribir por conservación de momento y de energía (ver figura 3.2):

$$m_1 v_1 = m'_1 v'_1 \cos \theta_1 + m_2 v'_2 \cos \theta_2 \quad (3.1)$$

$$0 = m_1 v_1' \sin \theta_1 + m_2 v_2' \sin \theta_2 \quad (3.2)$$

$$1/2 m_1 v_1^2 = 1/2 m_1 v_1'^2 + 1/2 m_2 v_2'^2 \quad (3.3)$$

Si $E_0 = 1/2 m_1 v_1^2$ y $E = 1/2 m_1 v_1'^2$ entonces, despejando de las ecuaciones anteriores obtenemos:

$$E = \left\{ \frac{m_1 \cos \theta_1 + \sqrt{m_2^2 - m_1^2 \sin^2 \theta_1}}{m_1 + m_2} \right\}^2 E_0 \quad (3.4)$$

Definimos :

$$K = E/E_0 = \left\{ \frac{m_1 \cos \theta_1 + \sqrt{m_2^2 - m_1^2 \sin^2 \theta_1}}{m_1 + m_2} \right\}^2 \quad (3.5)$$

3.1.2 Medición de espesores.

Las partículas que son retrodispersadas en la superficie de la muestra se observan en el espectro de la figura 3.1 como se indica. Las partículas que son retrodispersadas en el interior de la muestra tienen una energía menor que KE_0 , ya que antes de ser dispersadas pierden parte de su energía al atravesar la muestra, y después de la colisión también antes de salir a la superficie.

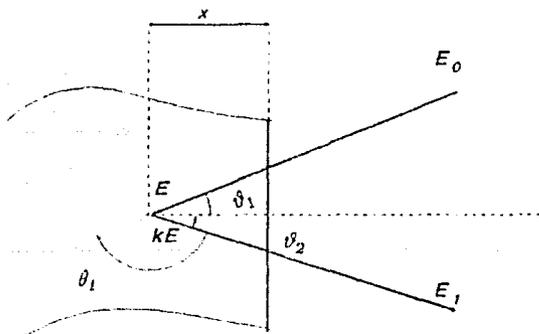


Figura 3.3 Diagrama.

Para el análisis del espectro nos interesa saber de qué profundidad fue dispersada la partícula que en el multicanal aparece con una energía E_1 . De la figura 3.3, si E_0 es la energía de la partícula incidente, E es la energía de la partícula después de recorrer una distancia $x/\cos \vartheta_1$ e inmediatamente antes de ser dispersada, KE su energía inmediatamente después de ser retrodispersada y E_1 la energía con que la partícula sale a la superficie, entonces podemos escribir las siguientes ecuaciones donde dE/dx es la pérdida de energía:

$$x/\cos \vartheta_1 = - \int_{E_0}^E dE/(dE/dx) \quad (3.6)$$

$$x/\cos \vartheta_1 = - \int_{KE}^{E_1} dE/(dE/dx) \quad (3.7)$$

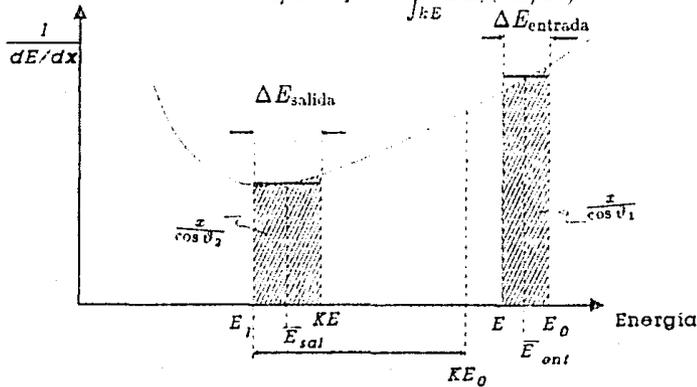


Figura 3.4 Gráfica $(dE/dx)^{-1}$ como función de la energía.

Si suponemos dE/dx constante en cada una de las ecuaciones anteriores, es decir durante la entrada y la salida de la partícula,

$$E = E_0 - \frac{x}{\cos \vartheta_1} \frac{dE}{dx} \Big|_{entrada} \quad (3.8)$$

$$E_1 = E_0 - \frac{x}{\cos \vartheta_2} \frac{dE}{dx} \Big|_{salida} \quad (3.9)$$

Eliminando E de las dos ecuaciones anteriores:

$$kE_0 - E_1 = [s]x \quad (3.10)$$

ó bien:

$$\Delta E = [s]x \quad (3.11)$$

donde

$$\Delta E = kE_0 - E_1 \quad (3.12)$$

$$[s] = \frac{k}{\cos \vartheta_1} \left(\frac{dE}{dx} \right)_{\text{entrada}} + \frac{1}{\cos \vartheta_2} \left(\frac{dE}{dx} \right)_{\text{salida}} \quad (3.13)$$

A $[s]$ se le llama factor de pérdida de energía. Definiendo la sección eficaz de frenado $\sigma(1.2)$: podemos reescribir (3.13) como:

$$[s] = \frac{k}{\cos \vartheta_1} \varepsilon_{\text{entrada}} + \frac{1}{\cos \vartheta_2} \varepsilon_{\text{salida}} \quad (3.14)$$

Utilizando la sección eficaz de frenado, podemos escribir (11) como:

$$\Delta E = [s]N \lambda \quad (3.15)$$

La relación lineal entre la profundidad de la dispersión y la diferencia de energía ΔE es solamente válida mientras se pueda suponer dE/dx como constante.

Hasta el momento hemos dicho que dE/dx se puede considerar constante, pero no hemos dicho qué valor se le debe asignar. dE/dx depende de la energía y debe evaluarse en una energía intermedia entre E_0 y E a la entrada y entre KE y E_1 a la salida. Evaluando dE/dx en

$$\bar{E}_{\text{ent}} = (E + E_0)/2 \quad (3.16)$$

para la entrada y en:

$$\bar{E}_{\text{sal}} = (kE + E_1)/2 \quad (3.17)$$

para la salida y suponiendo que la mitad de la energía total perdida $E = KE_0 - E_1$ es perdida durante la entrada y la otra mitad durante la salida, es decir que E es aproximadamente $E_0 - 1/2 E$ entonces (3.16) y (3.17):

$$\bar{E}_{\text{ent}} = E_0 - \Delta E/4 \quad (3.18)$$

$$\bar{E}_{\text{sal}} = E_1 + \Delta E/4 \quad (3.19)$$

Evaluando dE/dx en los valores anteriores obtenemos $\frac{dE}{dx}$. Esta aproximación es la aproximación de energía media.

3.1.3 Altura del espectro.

En el análisis de RBS también nos interesa poder relacionar la altura del espectro de energía y el número de centros dispersores por unidad de área donde ocurrió la dispersión. Para ello recordámonos que en el espectro de energías un intervalo de energía (canal) corresponde a una capa de material, t , a una profundidad x bien determinada. Su altura depende del espesor de la capa de material, t , de su densidad atómica N , del ángulo sólido Ω que cubre el detector, del número Q de partículas incidentes y de la sección eficaz (promediada en el ángulo Ω) evaluada en la energía E inmediatamente anterior a la colisión. Matemáticamente podemos escribir:

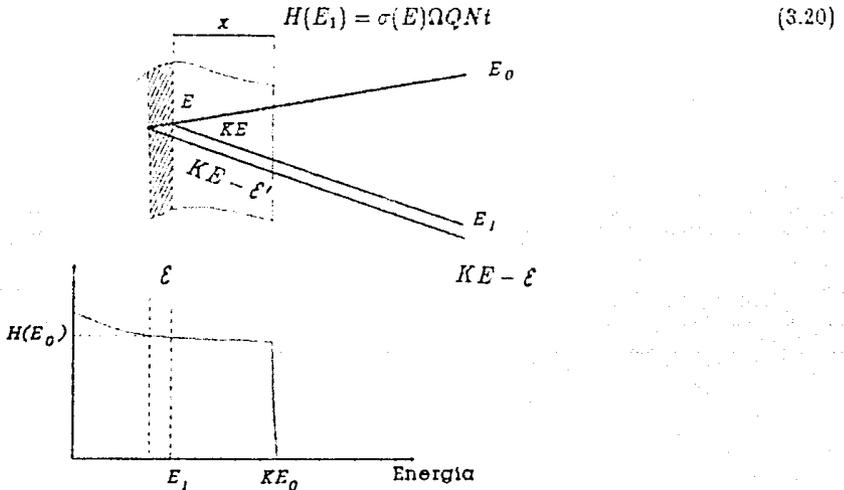


Figura 3.5 Representación esquemática de la retrodispersión a una profundidad x , su espectro y su nomenclatura.

Si la incidencia de las partículas no es normal, sino formando un ángulo $\cos \vartheta_1$, entonces:

$$H(E_1) = \sigma(E)\Omega Q N t / \cos \vartheta_1 \quad (3.21)$$

De acuerdo a la ecuación (3.15):

$$\Delta \mathcal{E} \approx \mathcal{E}' = [\varepsilon(E)] Nt \quad (3.22)$$

donde \mathcal{E}' es la diferencia de energías entre las partículas retrodispersadas en las dos diferentes caras de la capa de material de espesor t y

$$[\varepsilon(E)] = \frac{k}{\cos \vartheta_1} \varepsilon(E) + \frac{1}{\cos \vartheta_2} \varepsilon(kE) \quad (3.23)$$

Entonces:

$$H(E_1) = \sigma(E) \Omega Q \mathcal{E}' / [\varepsilon(E)] \cos \vartheta_1(E) \quad (3.24)$$

Sólo resta relacionar la diferencia de energías entre dos partículas después de sus respectivas colisiones (\mathcal{E}') en las dos caras de la capa y la diferencia de energías (\mathcal{E} , energía por canal) con que son detectadas después de atravesar la distancia x dentro del material. La pérdida de energía en la trayectoria de salida está dada por (3.7):

$$Nx / \cos \vartheta_2 = - \int_{kE}^E dE / \varepsilon \quad (3.25)$$

Considerando que el espesor t es mucho menor que x , la trayectoria de salida para las dos partículas es esencialmente la misma por lo que podemos escribir la siguiente ecuación, donde los extremos de la integral toman los valores que se muestran para cada partícula:

$$\int_{kE}^{E_1} dE / \varepsilon = - \int_{kE - \mathcal{E}'}^{E_1 - \mathcal{E}} dE / \varepsilon \quad (3.26)$$

De la figura 3.6 se observa que si \mathcal{E} y \mathcal{E}' son mucho menores que E y que kE y que por lo tanto se pueden considerar como diferenciales, entonces:

$$\mathcal{E}' / \mathcal{E} = \varepsilon(kE) / \varepsilon(E_1) \quad (3.27)$$

Y sustituyendo en (3.24):

$$H(E_1) = \sigma(E) \Omega Q [\mathcal{E} / \varepsilon(E) \cos \vartheta_1] [\varepsilon(kE) / \varepsilon(E_1)] \quad (3.28)$$

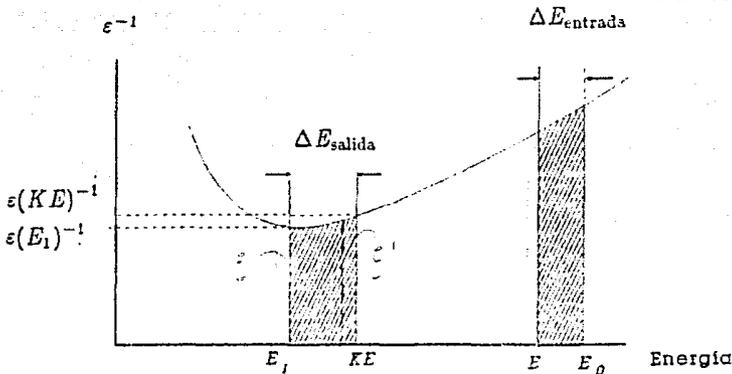


Figura 3.6 Interpretación gráfica de la diferencia de energías de dos partículas retrodispersadas con una diferencia infinitesimal de profundidad.

Nótese que en la ecuación anterior si $E = E_0$, es decir en la superficie, entonces $E_1 = KE_0$ y por lo tanto:

$$H_0 = \sigma(E_0) \Omega Q \mathcal{E}' / \epsilon_0 \cos \vartheta_1 \quad (3.29)$$

3.1.4 Muestras multicomponentes.

En el análisis de muestras con más de un componente lo descrito hasta ahora sigue siendo completamente válido, sólo que hay que tomar en cuenta las siguientes consideraciones:

1. Al penetrar el haz de partículas en la muestra, éstas pierden energía por su interacción con más de un elemento, por lo que su sección eficaz de frenado depende de la composición de la muestra.

2. Al llegar una partícula a cierta profundidad x , con una energía E , puede tener más de una forma de ser retrodispersada, dependiendo de con qué tipo de átomo interacciona. Es decir, que el factor cinamático depende del átomo en cuestión.

Supongamos que tenemos una muestra homogénea con dos elementos A y B en una proporción m/n . Entonces, la sección eficaz de frenado está dada, según la regla de Bragg, ec. (1.14).

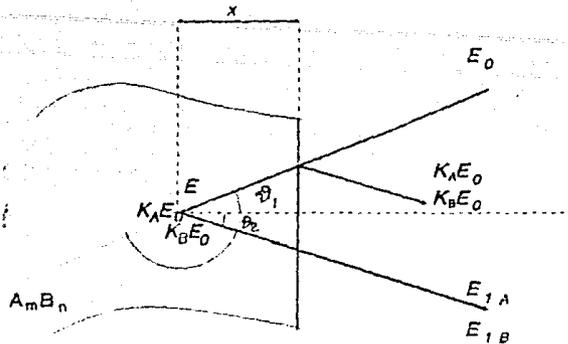


Figura 3.7 Descripción de la retrodispersión en una muestra compuesta.

Después de la colisión, la ec. (3.15) puede tener cualquiera de las dos siguientes posibilidades:

$$\Delta E_A = [\varepsilon]_A N s \quad (3.30)$$

$$\Delta E_B = [\varepsilon]_B N s \quad (3.31)$$

donde:

$$[\varepsilon]_A = \frac{k_A}{\cos \vartheta_1} \varepsilon_{\text{entrada}} + \frac{1}{\cos \vartheta_2} \varepsilon_{\text{salida}} \quad (3.32)$$

$$[\varepsilon]_B = \frac{k_B}{\cos \vartheta_1} \varepsilon_{\text{entrada}} + \frac{1}{\cos \vartheta_2} \varepsilon_{\text{salida}} \quad (3.33)$$

dependiendo del átomo con el que sufrió la colisión el proyectil. Ahora tenemos dos relaciones entre la profundidad de la colisión y la energía de la partícula retrodispersada al ser detectada.

Bajo las hipótesis de la aproximación de energía media obtenemos relaciones similares a (3.18) y (3.19) para cada elemento.

En el multicanal se observa el resultado de los dos tipos de interacción simultáneamente, es decir que el espectro del compuesto aparece como la superposición de los espectros de cada elemento (pero con el frenamiento del compuesto $\varepsilon = \varepsilon^{A_m B_n}$).

La altura del espectro es, por lo tanto, la suma de las alturas de cada espectro:

$$H = H_A + H_B$$

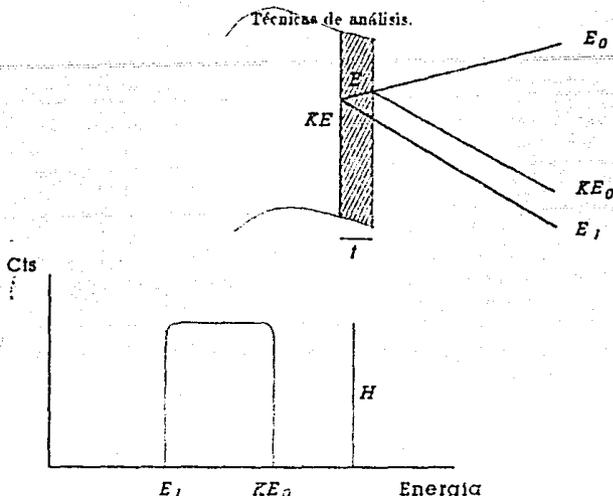


Figura 3.8 Espectro de RBS para una película delgada.

donde $H_A(E_1)$ y $H_D(E_1)$ están dadas de acuerdo a (3.28):

$$H_A(E_1) = \sigma(E_A) \Omega Q \left[\frac{\xi}{\varepsilon(E_A)} \cos \vartheta_1 \right] \left[\frac{\varepsilon(k_A E_A)}{\varepsilon(E_1)} \right] \quad (3.34)$$

$$H_D(E_1) = \sigma(E_D) \Omega Q \left[\frac{\xi}{\varepsilon(E_D)} \cos \vartheta_1 \right] \left[\frac{\varepsilon(k_D E_D)}{\varepsilon(E_1)} \right] \quad (3.35)$$

para $E_1 < K_A E_0$ y $E_1 < K_D E_0$ respectivamente e igual a cero para $E > K E_0$ según el caso.

Cuando la muestra consiste de una película delgada entonces el espectro de RBS es como el que se muestra en la figura 3.8. En este caso el ancho del espectro está relacionado con el espesor de la película.

Para las partículas que son retrodispersadas en la superficie de la muestra aparecen en el espectro a una energía $K E_0$, mientras que las que son retrodispersadas en la cara posterior de la muestra aparecen con una energía E_1 . Como sabemos de (3.11) la profundidad donde ocurrió la retrodispersión y la diferencia de energías están relacionadas por:

$$t = \Delta E / [s] \quad (3.36)$$

donde t es el espesor de la película.

Si la película está formada por más de un elemento y es suficientemente delgada, entonces, el espectro como el que se muestra en la figura 3.9, donde la "señal" del elemento más ligero se observa a la izquierda y el del elemento pesado a la derecha.

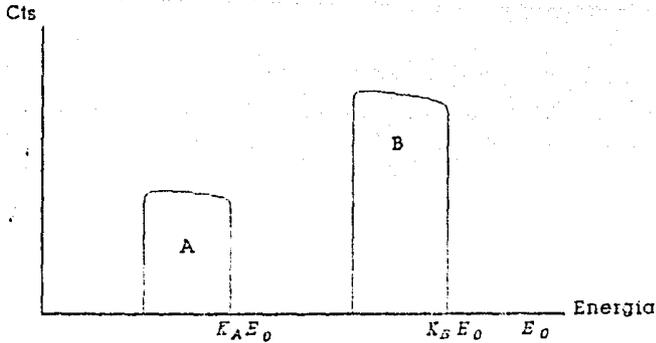


Figura 3.9 Espectro de una película delgada compuesta por dos elementos.

Entonces podemos calcular el espesor de la película utilizando cualquiera de los elementos, es decir, utilizando (3.30) ó (3.31):

$$t = \Delta E_A / |s|_A = \Delta E_D / |s|_D \quad (3.37)$$

Además, evaluando (3.34) y (3.35) en $k_A E_0$ y $k_B E_0$ respectivamente:

$$H_{A,0} = \sigma_A(E_0) \Omega Q m \mathcal{E} / \epsilon_{A,0} \cos \vartheta_1 \quad (3.38)$$

$$H_{D,0} = \sigma_D(E_0) \Omega Q r \mathcal{E} / \epsilon_{D,0} \cos \vartheta_1 \quad (3.39)$$

Como en los espectros de películas delgadas la altura es prácticamente constante:

$$H_A(k_A E_0 - \Delta E_A) = H_{A,0} = H_A \quad (3.40)$$

$$H_D(k_D E_0 - \Delta E_D) = H_{D,0} = H_D \quad (3.41)$$

de donde dividiendo las ecuaciones anteriores:

$$\frac{H_A}{H_D} = \frac{\sigma_A m |\epsilon|_D}{\sigma_D n |\epsilon|_A} \quad (3.42)$$

Utilizando (3.37):

$$\frac{H_A}{H_D} = \frac{\sigma_A m \Delta E_D}{\sigma_D n \Delta E_A} \quad (3.42)$$

De esta expresión podemos medir la concentración o la estequiometría de la película:

$$\frac{m}{n} = \frac{\sigma_B H_A \Delta E_A}{\sigma_A H_B \Delta E_B} \quad (3.48)$$

3.2 PIXE.

La técnica que se describe a continuación ha sido muy utilizada, sobre todo para determinar concentraciones de elementos en algunos materiales. Recientemente se ha utilizado también la fuerte variación de la sección eficaz de ionización (de producción de rayos X) con la energía del proyectil [14], [15] para medir espesores de películas delgadas. Un estudio profundo de las posibilidades y limitaciones de esta técnica se puede encontrar en el libro de Campbell [16].

La técnica de análisis PIXE se basa en el hecho de que al incidir un haz de partículas (generalmente protones) en una muestra, el proyectil ioniza alguna de las capas internas de los átomos del material dejando una vacante (ver figura 3.10). Esta vacante deberá ser cubierta por algún electrón de una capa superior produciendo un exceso de energía (de 1 a 40 keV) que se manifiesta en la emisión de un fotón o de un electrón Auger. Si se analizan los electrones Auger emitidos, podemos obtener información del blanco (AES Espectroscopia de Electrones Auger); si se analizan los fotones emitidos tenemos PIXE (Emisión de rayos X inducidos por protones).

La gran variedad de niveles y subniveles de energía dan como resultado muchas líneas de emisión de rayos X. Sin embargo, no todas son permitidas por las reglas de selección ($\Delta l = \pm 1$). La figura 3.11 muestra algunas de estas líneas, la manera como son producidas y su nomenclatura.

3.2.1 Conceptos básicos.

La sección eficaz de ionización $\sigma(E)$ es la probabilidad de ionizar un átomo, es decir de expulsar un electrón. Para obtener alguna expresión analítica [17] de la sección eficaz de ionización es necesario hacer desarrollos teóricos como la aproximación de onda plana de Born (PWBA), la aproximación semiclassical (SCA), la aproximación del encuentro binario (BEA) o la aproximación de onda plana de Born con correcciones por pérdida de energía, efectos relativistas del electrón a expulsar, deflexión coulombiana del proyectil y perturbación de estados estacionarios del electrón (ECPSSR) entre las más importantes.

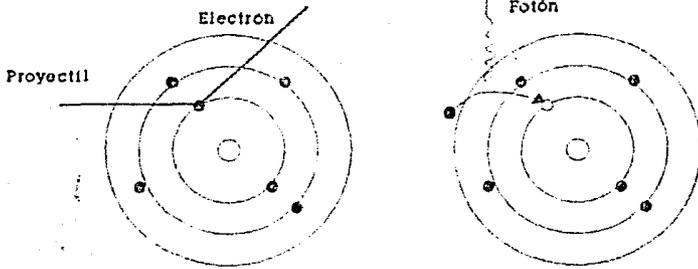


Figura 3.10 Diagrama del proceso de producción de vacante y fotón.

La sección eficaz de producción de rayos X $\sigma_X(E)$ representa la probabilidad de producir un fotón de rayos X de una determinada línea (transición) y está relacionada con la anterior por la siguiente fórmula:

$$\sigma_X(E) = \sigma(E) \omega_K P \quad (3.44)$$

para la capa K, siendo ω_K la fluorescencia o probabilidad de emisión de rayos X correspondiente a la capa K producidos por cada vacante producida y P la intensidad relativa de la línea en cuestión.



Figura 3.11 Líneas de rayos X producidas por las diferentes transiciones atómicas.

Para la sección eficaz de producción de rayos X de capas superiores, es necesario tomar en cuenta la posibilidad de tener transiciones no radiativas (llamadas transiciones

de Coster-Kronig) entre las subcapas, por ejemplo, para las líneas L_α , L_β , etc que se producen de las transiciones a las subcapas L_3 , L_2 y L_1 :

$$\begin{aligned}\sigma_{X,L_\alpha} &= (\sigma_{L_1} f_{1,3} + \sigma_{L_1} f_{1,2} f_{2,3} + \sigma_{L_2} f_{2,3} + \sigma_{L_3}) w_3 F_{3\alpha} \\ \sigma_{X,L_\beta} &= \sigma_{L_1} w_1 F_{1\beta} + (\sigma_{L_1} f_{1,2} + \sigma_{L_2}) w_2 F_{2\beta} + \\ &+ (\sigma_{L_1} f_{1,3} + \sigma_{L_1} f_{1,2} f_{2,3} + \sigma_{L_2} f_{2,3} + \sigma_{L_3}) w_3 F_{3\beta}\end{aligned}$$

donde σ_{L_i} es la sección eficaz de ionización de la subcapa L_i , w_i son las fluorescencias, $f_{i,j}$ la probabilidad de una transición no radiactiva de la subcapa j a la subcapa i y $F_{i\alpha}$ es la probabilidad de que ocurra una transición radiactiva a la subcapa i y que contribuya a la línea α .

Aunque las expresiones anteriores se pueden calcular, para éllo es necesario conocer las secciones eficaces de ionización de cada subcapa, por lo que en la práctica es preferible definir una fluorescencia promedio (\bar{w}_L) y una intensidad relativa (P_i) de cada línea, entonces, en analogía con la capa K :

$$\sigma_{X,L_i} = \sigma_L \bar{w}_L P_i \quad (3.45)$$

con σ_L , la sección eficaz de ionización total de la capa L .

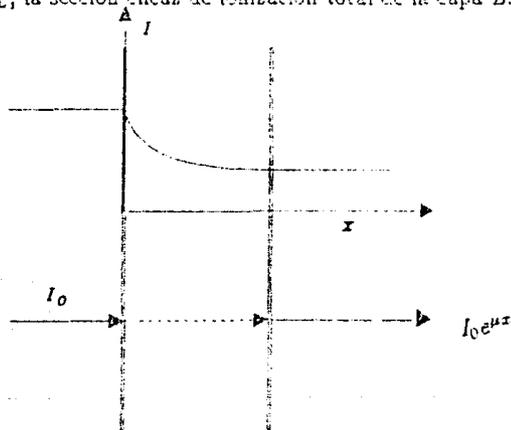


Figura 3.12 Absorción de rayos X.

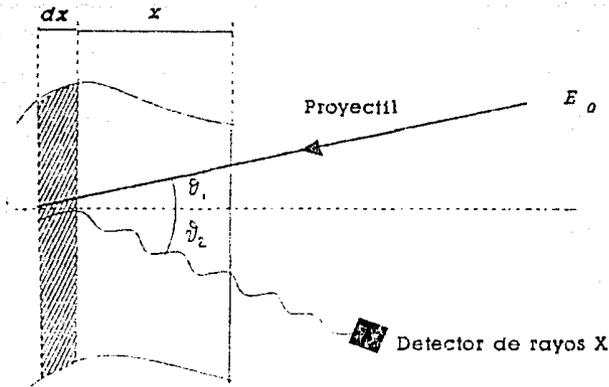


Figura 3.13 Diagrama del método PIXE.

Después de que un fotón de rayos X se produce dentro de la muestra, existe la posibilidad de que sea absorbido dentro de la misma, es decir, de que no llegue al detector. En una muestra homogénea, la atenuación de los rayos X (i.e. el número de fotones que son absorbidos por unidad de longitud de material atravesado) es proporcional a su intensidad I (fotones que atraviesan):

$$\frac{dI}{dx} = -\mu I \quad (3.46)$$

Resolviendo la ecuación obtenemos que la intensidad está dada por:

$$I = I_0 e^{-\mu x} \quad (3.47)$$

A μ se le llama coeficiente de atenuación y está relacionado con las secciones eficaces de efecto fotoeléctrico, efecto Compton, fluorescencia en bajas energías y con la densidad atómica del blanco, ya que tal atenuación se debe precisamente a esos efectos.

Cuando la muestra está formada por mezclas o compuestos de la forma $A_n B_m$, el coeficiente de atenuación total se expresa en forma similar a la ley de Bragg ec. (1.14):

$$\mu_{A_n B_m} = n\mu_A + m\mu_B \quad (3.48)$$

3.2.2 Detección de rayos X.

Si tenemos una muestra como en la figura 3.13, y hacemos incidir un haz de partículas sobre ella, el número de fotones provenientes de la capa entre x y $x + dx$ que vamos a detectar está dado por la expresión:

$$dN_X = Q \frac{\Omega}{4\pi} N \epsilon \sigma_X(E(X)) e^{-\mu x / \cos \theta} dx \quad (3.49)$$

donde Q es el número de partículas incidentes, ϵ la eficiencia del detector, N la densidad atómica del elemento de interés y Ω el ángulo subtendido por el detector.

Para conocer el número total de fotones que recibe el detector es necesario integrar la expresión anterior desde cero hasta x_{max} , el alcance de las partículas incidentes (si el blanco es suficientemente grueso):

$$N_X = Q \frac{\Omega}{4\pi} N \epsilon \int_0^{x_{max}} \sigma_X(E(x)) e^{-\mu x / \cos \theta} dx \quad (3.50)$$

considerando la muestra y el haz de partículas incidentes como homogéneos.

O bien, en términos de la sección eficaz de ionización:

$$N_X = Q \frac{\Omega}{4\pi} N \epsilon W P \int_0^{x_{max}} \sigma(E(x)) e^{-\mu x / \cos \theta} dx \quad (3.51)$$

Nótese que, como la sección eficaz de ionización (y por lo tanto de producción de rayos X) depende de la energía, para calcular la integral anterior es necesario conocer la energía de las partículas después de atravesar una distancia x . Lo anterior se logra a partir de la siguiente expresión:

$$E = E_0 - \frac{1}{\cos \theta_1} \int_0^x \left(\frac{dE}{dx} \right) dx \quad (3.52)$$

La eficiencia del detector [18], [14], aunque es constante para una energía determinada del proyectil, depende de la energía del fotón de rayos X como se muestra en la figura 3.14, donde se aprecia que la eficiencia tiene una meseta para la cual la eficiencia es máxima. Esta meseta depende del volumen activo del detector. Así pues, la eficiencia y la resolución del método es mayor para algunas líneas de emisión de rayos X, por ejemplo, las líneas K

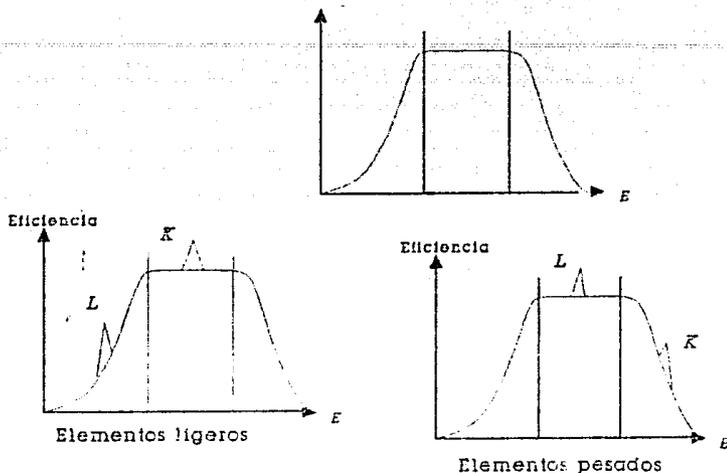


Figura 3.14 Eficiencia de un detector de rayos X.

de los elementos pesados y las líneas *L* de los ligeros tienen energías mayores y menores, respectivamente, a la energía de la región de máxima eficiencia del detector.

3.2.3 Medición de espesores.

Para medir espesores de películas delgadas por medio de esta técnica, existen varios métodos [17], uno de ellos [19], que tiene la ventaja de no ser necesario conocer ni la eficiencia ni el ángulo sólido del detector, consiste en comparar el espectro de la muestra con el espectro de un patrón grueso. Así, mientras que el número de rayos X detectados para el patrón grueso está dado por la ecuación (3.51), para la muestra es sólo la integral de cero a *t*, el espesor de la película. Así pues, definimos:

$$C = \frac{N_X}{N_X'} \quad (3.53)$$

como el cociente del número de rayos X detectados de la muestra con la película delgada entre el número de rayos X detectados del patrón grueso:

$$C = \frac{\int_0^t \sigma(E(x/\cos \theta_1)) e^{-\mu' \cos \theta_1} dx}{\int_0^{\frac{t \sin \theta_1}{\cos \theta_2}} \sigma(E(x/\cos \theta_1)) e^{-\mu \cos \theta_2} dx} \quad (3.54)$$

donde *t* es el espesor de la película y las demás cantidades están definidas de acuerdo a la figura 3.15.

Utilizando expresiones para la pérdida de energía, sección eficaz de producción de rayos X y valores para el coeficiente de absorción, se puede calcular numéricamente C como función del espesor de la película para varias energías, obteniendo así una serie de curvas con las que podemos comparar las medidas obtenidas experimentalmente (líneas continuas, figuras 5.2).

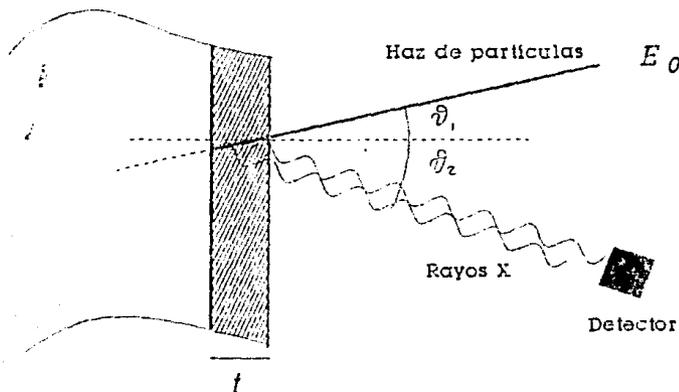


Figura 3.15 Medición de espesores de películas por PIXE.

Finalmente hay que señalar que si el blanco está compuesto por más de un elemento, algunas líneas de emisión de rayos X de unos pueden coincidir con las de otros, superponiéndose en este caso los espectros. Además, en los espectros aparece radiación de fondo así como radiación secundaria.*

3.3 RNRA

Esta técnica surgió como consecuencia de la gran acumulación de datos sobre secciones eficaces de reacciones nucleares durante la intensa investigación en décadas anteriores para

* Bremsstrahlung producido por el frenamiento de iones incidentes y electrones secundarios; rayos γ producidos por excitación nuclear y que producen efecto Compton en el detector, etc.

entender la estructura del núcleo. Su uso es principalmente para obtener perfiles de concentración de elementos ligeros en muestras, ya que son precisamente estos elementos los que presentan mayores resonancias en sus secciones eficaces de reacción nuclear a bajas energías de proyectil, también ligeros.

3.3.1 Conceptos básicos.

Cuando un blanco es bombardeado, las partículas cargadas son desviadas debido a la interacción coulombiana y por lo tanto, no pueden alcanzar el núcleo, a menos que tengan una energía comparable con la de la barrera coulombiana ($Z_1 Z_2 / A^{1/3}$ con A masa atómica del proyectil). En este caso, las partículas pueden ser capturadas por los núcleos y formar un núcleo compuesto en un estado altamente excitado. En el modelo del núcleo excitado se supone que toda la energía de excitación se distribuye al azar entre todos los nucleones, dando como resultado, que ninguno tiene la energía suficiente como para poder escapar inmediatamente del núcleo.³⁴ Sin embargo, en algunas ocasiones (sobre todo a altas energías del proyectil) la transferencia de energía es directamente a un nucleón en particular o a un grupo de ellos (partículas α , deuterios, etc.).

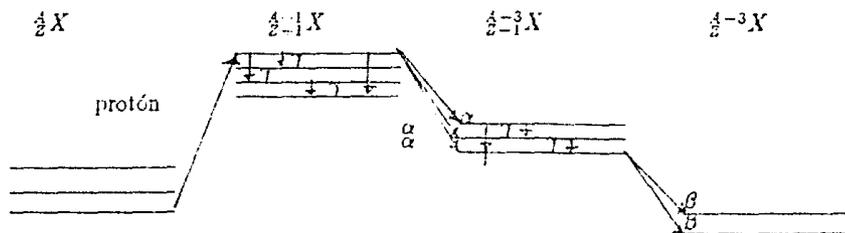


Figura 3.16 Representación esquemática de una reacción nuclear producida por un protón.

El núcleo compuesto se puede desexcitar de varias maneras, emitiendo partículas α , protones, rayos γ , etc. Por ejemplo, supongamos que un protón incide sobre un núcleo ${}^A_Z X$ formándose un núcleo compuesto como se muestra en la figura 3.16, este núcleo puede desexcitarse a su estado base emitiendo rayos γ (conservando su número atómico y su masa), o bien puede emitir partículas α de varias energías, dependiendo de a qué nivel de energía del núcleo residual caiga. Si el nivel de energía no es el estado base del núcleo,

³⁴ El núcleo compuesto tiene una vida media de $10^{-14} \cdot 10^{-16}$ s que es muy larga comparada con el tiempo que tarda un nucleón en atravesar el núcleo ($10^{-21} \cdot 10^{-22}$ s).

éste puede a su vez emitir rayos γ . Además, cuando el núcleo residual es inestable, puede decaer emitiendo partículas β .

Las secciones eficaces de reacciones nucleares no pueden en general, ser expresadas por una fórmula analítica única, por ejemplo la figura 3.17 muestra que la sección eficaz de la reacción $^{19}\text{F}(p, \alpha\gamma)^{16}\text{O}$ varía suavemente para energías mayores y menores que 340 keV, pero que alrededor de esta energía, la sección eficaz tiene una resonancia. Para fines específicos, las secciones eficaces se pueden consultar en varias compilaciones (Feldman y Picraux [20] , por ejemplo).

De acuerdo a la teoría de Breit-Wigner (que trata a la sección eficaz de las resonancias), la probabilidad de la reacción $X(a, b)Y$ puede denotarse por la sección eficaz $\sigma(a, b)$ como el producto de cada uno de los dos pasos de la reacción:

$$\sigma(a, b) = \sigma_c(a) \cdot \Gamma_b/\Gamma$$

donde $\sigma_c(a)$ es la sección eficaz para la formación del núcleo compuesto y Γ_b/Γ es la probabilidad relativa de la emisión b .

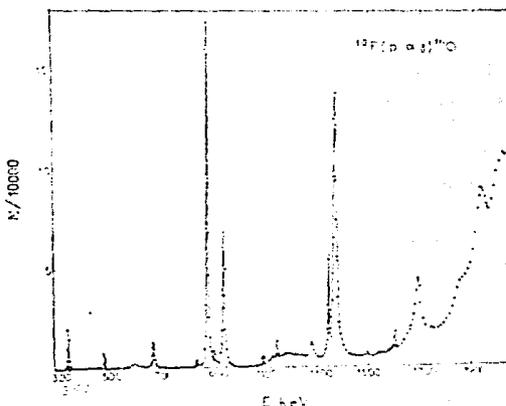


Figura 3.17 Sección eficaz de la reacción nuclear $^{19}\text{F}(p, \alpha\gamma)^{16}\text{O}$.

En general, la sección eficaz depende de la energía del proyectil y de la masa y la carga del blanco, dando como resultado la ecuación de Breit-Wigner que en su forma más sencilla tiene la siguiente expresión para la sección eficaz en la vecindad de una resonancia:

$$\sigma(a, b) = \frac{\lambda^2}{4\pi} \frac{\Gamma_a \Gamma_b}{(E - E_R)^2 + (\Gamma/2)^2} \quad (3.55)$$

donde λ es la longitud de onda de De Broglie del ion incidente. Nótese que esta expresión tiene su máximo para una energía del proyectil $E = E_R$.

Las resonancias nucleares permiten que algunas reacciones nucleares (generalmente las de los elementos ligeros) puedan ser utilizadas para determinar, no solo la presencia de un elemento en una muestra, sino también su distribución como función de la profundidad en la misma.

3.3.2 Determinación de perfiles de concentración de flúor.

Para determinar el perfil de concentración de flúor en una muestra, se puede utilizar la reacción nuclear $^{19}\text{F}(p, \alpha)^{16}\text{O}$ que presenta como se puede apreciar en la figura 17 una resonancia a 340 keV (con $\Gamma = 2.4$ keV). Esta reacción, así como sus aplicaciones en análisis de materiales han sido ampliamente estudiados por Amsel [21].

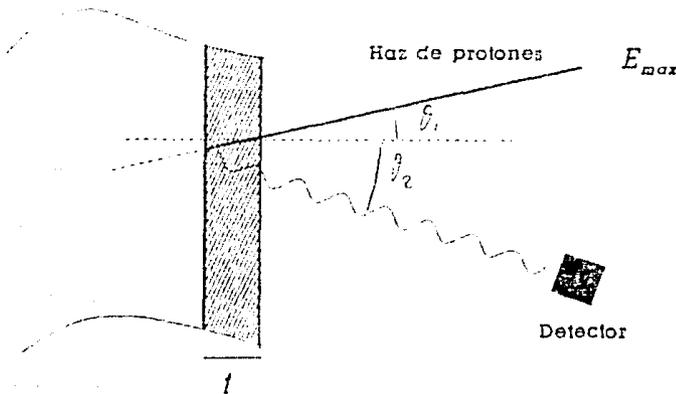


Figura 3.18 Medición de espesores por reacciones nucleares.

Supongamos que tenemos una muestra como se observa en la figura 3.18, entonces, si la energía inicial del proyectil es E_0 , después de atravesar una distancia z , su energía E está dada por la ecuación (3.52). Si consideramos que la energía de la resonancia es $E_R = 340$ keV, para que se produzca la reacción a una profundidad t (y por lo tanto se puedan detectar rayos γ), es necesario que la energía original del proyectil sea:

$$E_{max} = E_R + \frac{1}{\cos \theta_1} \int_0^t \left(\frac{dE}{dz} \right) dz$$

es decir, que ni para energías menores que E_R ni mayores que E_{max} se detectarán rayos γ , ver figura 3.19. Además, el número de rayos γ es proporcional a la concentración de flúor en el blanco. Relacionando $\Delta E = E_{max} - E_R$ con el espesor de la película y considerando dE/dz como constante (ya que es mucho menor que la energía del proyectil), obtenemos:

$$t = \frac{\Delta E \cos \theta_1}{\left(\frac{dE}{dz} \right)_{\text{flúor}}} \quad (3.56)$$

Para hacer un análisis más cuidadoso es necesario considerar el ancho de la resonancia, para ésto, $\sigma(E)$ se considera dada por la forma de Breit-Wigner, ec. (3.55), y se integra sobre la energía del proyectil. Además se considera que el haz no es monoenergético, y por lo tanto, que tiene una distribución en E y en x . Entonces, el número de rayos γ detectados cuando la energía inicial del ion es E_0 es:

$$N_\gamma(E_0) = \int_{E_0}^{\theta} \int_0^{\infty} C(x) \sigma(E) W(E_0; E, x) dE dz \quad (3.57)$$

donde $C(x)$ es la concentración de flúor en la muestra y $W(E_0; E, x)$ es la probabilidad de que un ion inicialmente con una energía E_0 tenga energía E a una profundidad x .

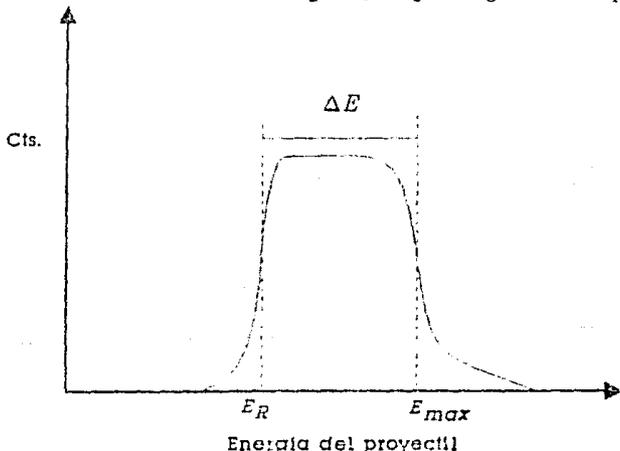


Figura 3.19 Perfil de concentración de flúor.

La energía del haz se considera que tiene una distribución gaussiana alrededor de E_0 , originalmente, y que al ir penetrando el centro de la distribución se va desplazando de acuerdo a la ecuación (3.52). Debido a la naturaleza estadística de los eventos dentro del material, esta distribución originalmente delgada alrededor de E_0 se va haciendo cada vez más ancha alrededor de E (Straggling). $W(E_0; E, x)$ está dada de acuerdo a lo anterior.

Con las consideraciones anteriores se puede hacer un programa de cómputo que simule teóricamente el número de rayos γ detectados como función de la energía de bambardeo, por ejemplo el realizado por J. Rickards [22]. En este programa se considera el poder de frenamiento electrónico con la fórmula de Montenegro (2.7) y el nuclear con la fórmula de Ziegler (2.5). La concentración se le puede dar por medio de alguna función o punto por punto (no necesariamente constante).

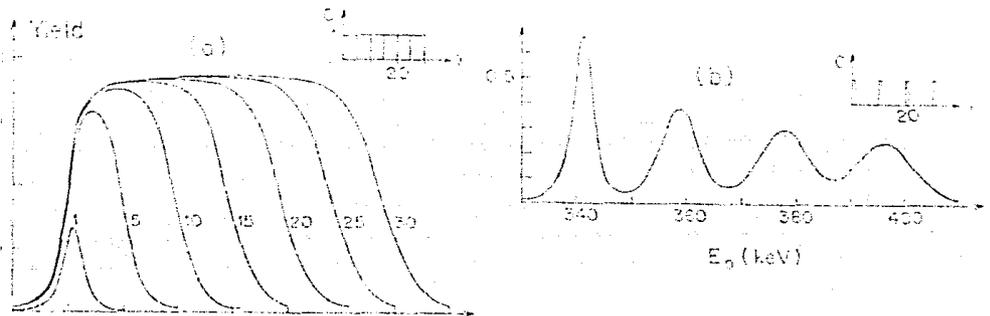


Figura 3.20 Perfiles de concentración de flúor calculados teóricamente.

En la figura 3.20 se muestran algunos de los perfiles encontrados con este programa. En el primer caso se muestran los perfiles para varios espesores (todos con concentración constante). En el segundo caso, se tienen varias capas delgadas de flúor a distintas profundidades dentro del blanco, nótese el efecto del Straggling.

Capítulo 4

Procedimiento experimental

Después de haber hecho una descripción de los fundamentos de algunos fenómenos que ocurren cuando una muestra es irradiada con iones, y después de discutir brevemente algunas formas de análisis de muestras para su caracterización, a continuación se describen los procedimientos experimentales utilizados en este trabajo para el estudio de películas de fluoruro de neodimio.

4.1 PREPARACIÓN DE MUESTRAS.

Para este trabajo se prepararon cinco muestras. Todas ellas consistieron de sustratos de carbón amorfo pulidos sobre los que se evaporó una película de fluoruro de neodimio. El pulido de los sustratos se hizo con pasta de diamante y con alúmina, obteniendo superficies lisas.

Para la evaporación de fluoruro de neodimio se utilizó un arreglo como el que se muestra en la figura 4.1. En él se aprecia que el fluoruro de neodimio en forma de polvo se colocaba sobre una laminilla de molibdeno desfilada parcialmente por la mitad en forma de canal. Esta laminilla estaba a su vez sostenida por dos barras de cobre. Sobre la laminilla de molibdeno, 12 cm arriba de ella, se colocaban los sustratos de carbón pulido. Posteriormente, se ponía una campana sobre todo el sistema para poder hacer vacío. El vacío se hizo con una bomba mecánica hasta aproximadamente 10^{-3} torr, luego, con una bomba difusora hasta alcanzar una presión alrededor de 2×10^{-6} torr. Una vez alcanzada esta presión se producía una diferencia de potencial entre los dos postes de cobre que sujetaban la lamina de molibdeno, por la que circulaba una corriente de hasta 100 A, suficiente para alcanzar la temperatura de evaporación del fluoruro de neodimio. El fluoruro de neodimio así evaporado, se depositaba sobre los sustratos de carbono. De acuerdo a la literatura [1], el fluoruro de neodimio depositado de esta manera no presenta estructura cristalina (es amorfo). Además, como se señalará posteriormente, el compuesto conserva su estequiometría.

Para el análisis por PIXE, se prepararon dos patrones, uno de ellos se obtuvo también por evaporación de la misma manera como se describió anteriormente. Este patrón se utilizó en las muestras 1, 2 y 3. Para la muestra 4 se preparó un patrón mediante presión, para él se colocó cierta cantidad de fluoruro de neodimio en un pastillador y éste en una

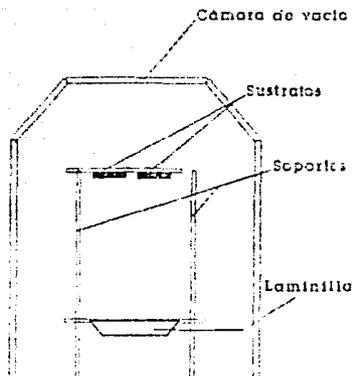


Figura 4.1 Dispositivo utilizado para la preparación de películas de fluoruro de neodimio.

prensa hidráulica de cerca de 100 toneladas. La "pastilla" así obtenida se pegó con pintura de plata a un sustrato de aluminio.

4.2 CARACTERIZACIÓN DE MUESTRAS.

Una vez que se tenían preparadas las muestras, se procedió a su caracterización, para ello se utilizaron las técnicas descritas en el capítulo anterior. Con estas técnicas se midió el espesor de la película de fluoruro de neodimio depositada en el sustrato, así como su estequiometría.

4.2.1 Análisis por RBS.

El análisis por retrodispersión de Rutherford se hizo con un haz de partículas α de 2 MeV de energía producidos con el acelerador de 5.5 MeV del Instituto de Física.

El funcionamiento de un acelerador Van de Graaff consiste esencialmente en cargar (positivamente en este caso) una campana de un material conductor. Para ello se tiene una banda de material aislante que en uno de sus extremos está conectada mediante un peine colector a una fuente de alto voltaje y del otro (como se muestra en la figura 4.2),

mediante otro peine, a la campana o terminal. La banda ^{de metal} es movida por medio de un par de poleas, de tal manera que la carga que colecta de la fuente de alto voltaje, la deposita en el extremo de la terminal. El aumento de carga en la terminal provoca que se eleve el potencial en ella, hasta que se llega a una situación de equilibrio en la que la carga depositada es igual a la carga que se pierde por el haz, por las resistencias y por las puntas de corona (por donde se producen descargas en caso de exceso de carga en la terminal). Para mantener esta diferencia de potencial entre la terminal y tierra, aquella se encuentra rodeada de SF_6 .

Dentro de la terminal se encuentra una fuente de iones, que consiste en una ampolla de vidrio donde se introduce gas desde una botella. En esta ampolla el gas es ionizado por medio de una señal de radiofrecuencia entre los electrodos que al agitar los átomos les transfiere a los electrones la energía necesaria para separarse de éstos. El plasma que queda en la ampolla es extraído mediante campos eléctricos y magnéticos y es conducido al tubo acelerador que está rodeado de platos equipotenciales separados por resistencias.

Después de que el haz ha recorrido el tubo acelerador, un electroimán con una fuente de corriente regulada deflecta (y selecciona a la vez) las partículas con la energía deseada a un ángulo deseado. Para medir el campo magnético producido por el electroimán se utiliza la frecuencia de oscilación del núcleo de hidrógeno sometido a un campo externo. Conociendo el campo magnético se puede determinar la energía de las partículas.

Al salir del electroimán, las partículas pasan a una línea de trabajo, en la cual hay válvulas, colimadores, trampas y un par de rejillas conectadas a un circuito retroalimentador que sirve para estabilizar el haz. Durante todo el trayecto es importante que las partículas no se encuentren otras moléculas en su camino, por lo que desde la fuente de iones hasta la cámara inclusive se encuentra al alto vacío (10^{-6} torr). Tal vacío se obtiene mediante bombas difusoras y turbomoleculares apoyadas por bombas mecánicas y con trampas de aire líquido a lo largo de toda la línea. Al final de ésta, se encuentra la cámara de análisis.

En esta cámara, se pone la muestra en el centro de ella, de tal manera que el haz de partículas α con energía de 2 MeV incide normalmente a la muestra, como se puede observar en la figura 4.3. Las partículas α retrodispersadas se detectan con un detector de barrera superficial de 2.5 cm de diámetro a un ángulo de 170° respecto a la dirección original del haz y a una distancia de 15 cm del blanco. Conectado al detector está un preamplificador que a la vez que amplifica la señal del detector, acopla las impedancias de este con el amplificador. En el amplificador la señal es aún más amplificada para poder pasar al multicanal (tarjeta ADC para computadora personal con la programación adecuada), donde los pulsos son analizados y clasificados según su altura. En a este análisis

Fuente de iones

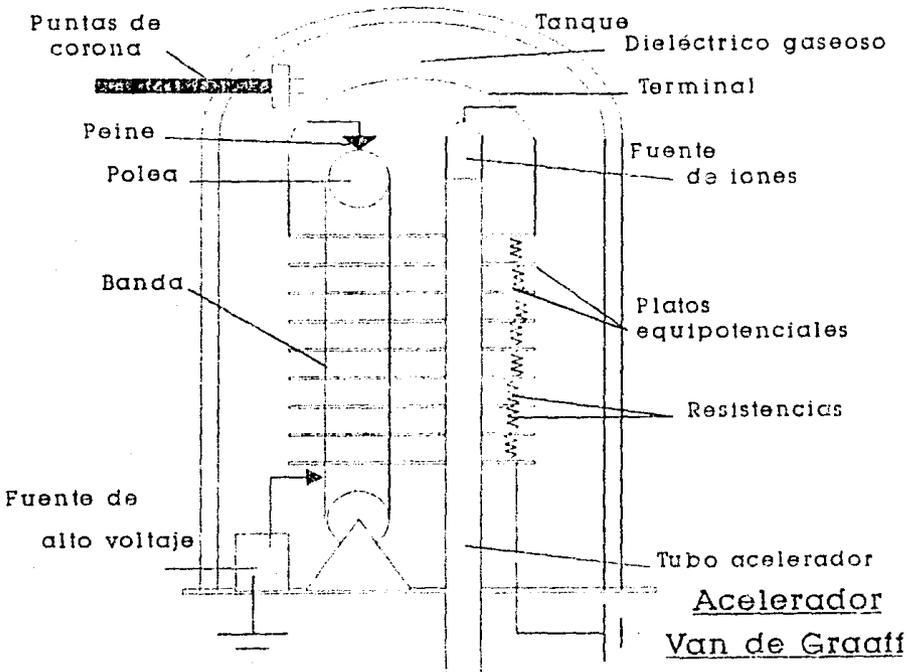
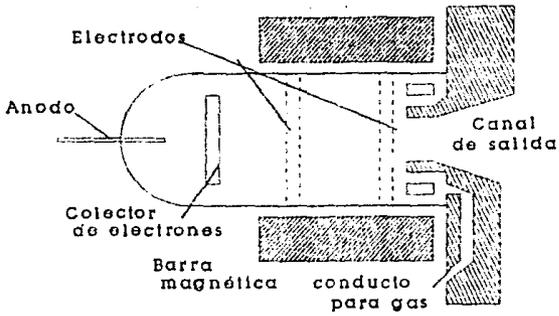


Figura 4.2 Diagrama de un acelerador Van de Graaff y fuente de iones.

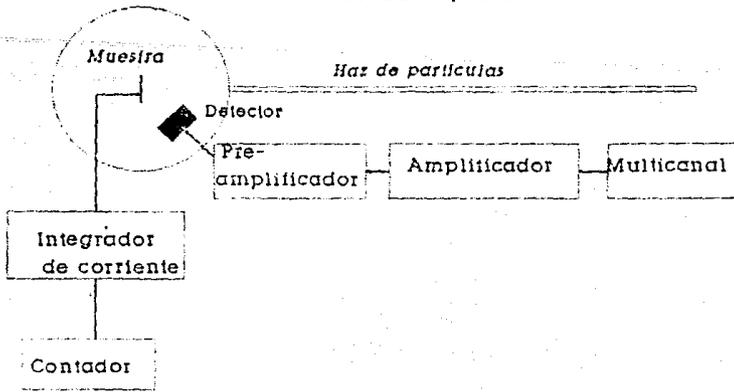


Figura 4.3 Cámara de dispersión para análisis por RBS.

del multicanal a lo que llamamos espectro, y se puede observar en la figura (5.1). El portamuestras se conecta a un integrador de corriente y de ahí a un contador para saber cuál es la carga total que se le da a la muestra.

Para la calibración del sistema, se consideraron los picos del neodimio y del flúor de los espectros y se observó a qué canal correspondía cada uno. Además de otro espectro de una muestra de pulida de cobre se obtuvo otro punto de referencia entre el canal y la energía correspondiente. Con estos tres puntos se tiene una recta, de la que se obtiene 3.6 keV/canal. El poder de frenamiento de partículas α en fluoruro de neodimio para el análisis se calculó por medio del TRIM, figura 4.4.

4.2.2 Análisis por PIXE.

El análisis por PIXE se hizo utilizando el acelerador horizontal de 700 keV del Instituto de Física. Con él se obtuvieron haces de protones de 400, 500, 600 y 700 keV de energía necesarios para el análisis.

El funcionamiento de este acelerador es completamente análogo al del acelerador de 5.5 MeV, sólo que después del electroimán, el haz de partículas puede pasar a cualquiera de las tres líneas (ver figura 4.5), dependiendo del campo magnético.

La cámara del acelerador Van de Graaff de 700 keV donde se hizo el análisis por PIXE se muestra en la figura 4.6. En ella se observa que el blanco se coloca sobre un

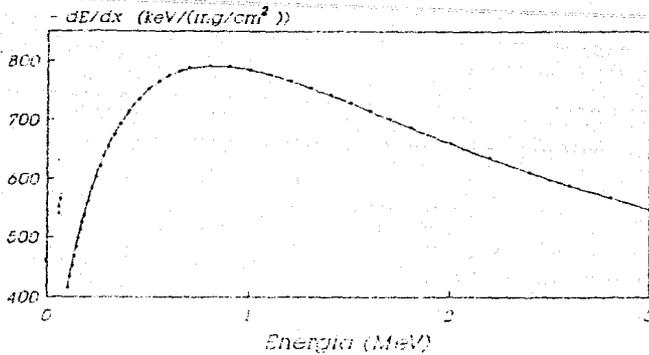


Figura 4.4 Poder de frenamiento de partículas α en fluoruro de neodimio.

portamuestras que puede girarse en el centro de la cámara. Para el análisis, la muestra se colocó normalmente al haz de protones y los rayos X emitidos se detectaron a un ángulo de 160° respecto a la dirección del haz de protones. El detector utilizado fue uno de estado sólido de Si(Li), con las mismas conexiones que en el caso de RBS. Al portamuestras también se le conectó un integrador de corriente y un contador, que además sirve como contador maestro para detener automáticamente el conteo de rayos X. Para hacer las mediciones se utilizó la línea L_α del neodimio, que es la línea con mejor resolución y con mayor intensidad.

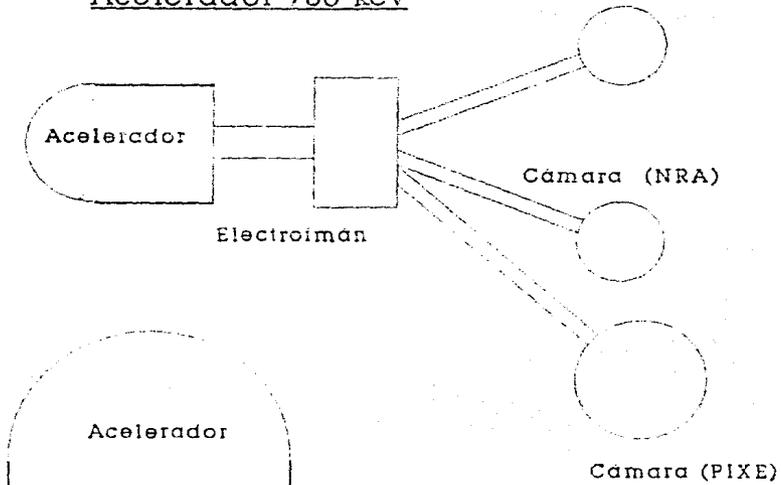
En este caso, la calibración en energías del multicanal se hizo considerando las líneas L_L , L_α , L_β del neodimio, que se distinguen fácilmente en el espectro. De todos modos, con las muestras 1, 2 y 3, se tomó el espectro del cobre, donde aparecen sus líneas K_α y K_β (8 y 8.93 keV).

4.2.3 Análisis por RNRA.

Este análisis se realizó utilizando protones de 300 a 450 keV de energía producidos por el mismo acelerador horizontal de 700 keV.

La cámara utilizada se muestra en la figura 4.7, en este caso la muestra se colocó al final de la cámara para poder colocar un detector centellador atrás de ella. El haz de protones incide normalmente, los rayos γ son detectados por un cristal de yoduro de sodio con impurezas de talio, NaI(Tl), de $4'' \times 4''$ con su respectivo fotomultiplicador, su

Acelerador 700 keV



Acelerador 5.5 MeV

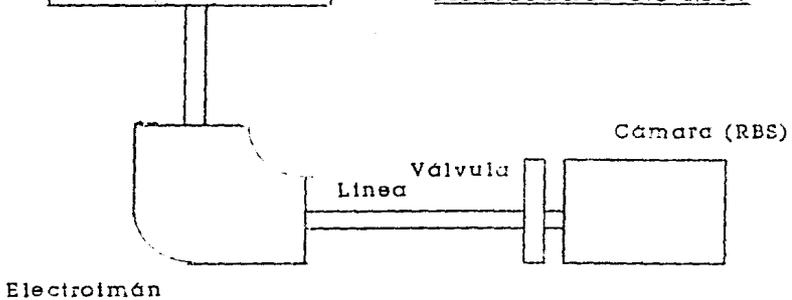


Figura 4.5 Diagrama de los aceleradores Van de Graaff del Instituto de Física.

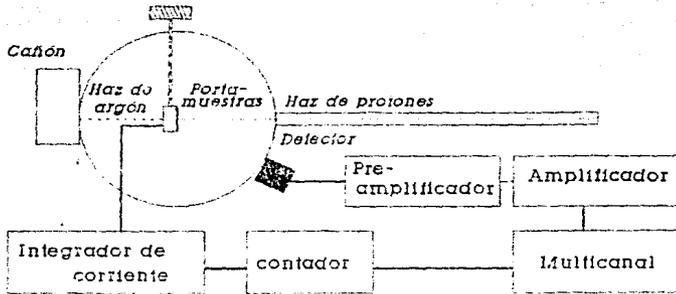


Figura 4.6 Cámara para análisis por la técnica PIXE.

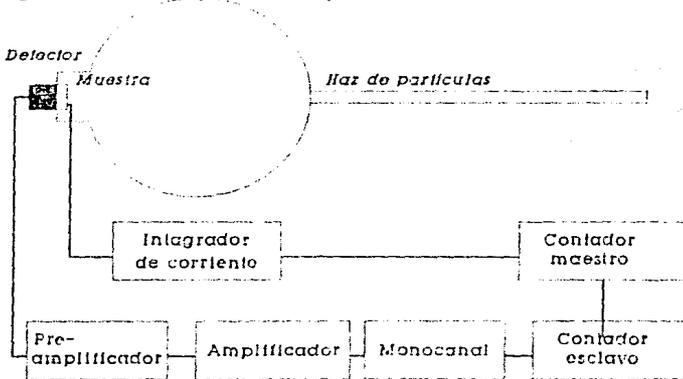


Figura 4.7 Cámara utilizada en el análisis por reacciones nucleares.

preamplificador, amplificador y monocanal con una ventana adecuada para dejar contar sólo los rayos γ con energías de 5.118 a 6.14, ya que, aunque los rayos γ producidos por la reacción $^{19}\text{F}(p, \alpha\gamma)^{16}\text{O}$ tienen una energía de 6.14 MeV, éstos producen varios efectos dentro del cristal, dispersión Compton y producción de pares, que produce dos "picos de escape" en el espectro de rayos γ a energías de 5.63 y 5.118 MeV (figura 4.8). Del

monocanal, sólo pasan los pulsos de interés que son contados por un contador esclavo controlado por el contador maestro del integrador de corriente.

Los perfiles de concentración de flúor encontrados para cada muestra, son comparados con perfiles de concentración obtenidos con el programa de cómputo descrito en el capítulo 3. Para ello se calculan varios perfiles teóricos, se mide su ancho a la mitad de la altura máxima y se grafica este ancho como función del espesor dado. En esta gráfica se puede interpolar fácilmente el valor deseado.

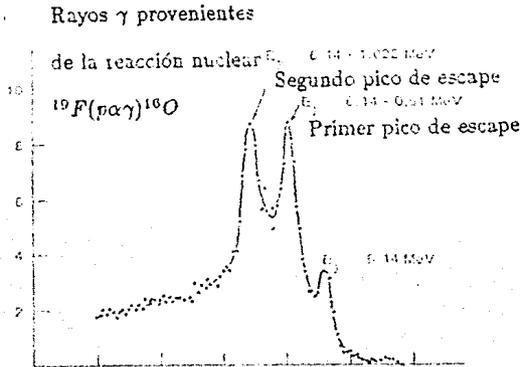


Figura 4.8 Picos de escape producidos dentro del cristal NaI(Tl).

4.3 PRODUCCIÓN DE DAÑO.

4.3.1 Daño con argón de 7 keV.

Para causar erosión iónica se utilizaron iones de argón de 7 keV de energía. Estos iones se produjeron precisamente con un cañón de argón [23]. Éste es un cañón de aplicación múltiple fabricado por VG Scientific, modelo AG2, diseñado para producir iones de gases nobles, principalmente de argón. El cañón está formado en primer lugar, por una fuente de impacto electrónico de cátodo frío, donde el gas llega desde un tanque exterior (ver

figura 4.9). Esta fuente consiste de dos cilindros concéntricos, y de mayor longitud el cilindro exterior. Entre los cilindros se produce una diferencia de potencial, para ionizar el gas en el centro del cilindro interior. El plasma así producido, y confinado por un campo magnético paralelo al eje principal producido por un electromagneto, es extraído axialmente por el orificio de salida con la energía deseada. A la salida del haz de iones se encuentra una lente de tipo Einzel, que tiene la propiedad de cambiar las características focales del haz sin cambiar su energía. Esta lente consiste de tres cilindros consecutivos, siendo el cilindro medio de mayor diámetro y polarizado positivamente.

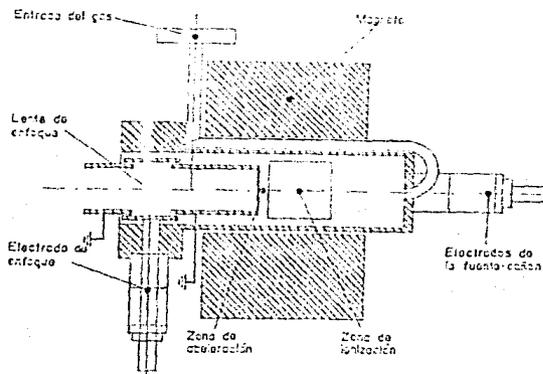


Figura 4.9 Diagrama del cañón de argón utilizado para hacer erosión iónica.

Este cañón se encuentra instalado en la parte posterior de la cámara donde se hizo PIXE como se muestra en la figura 4.6. En este caso, para producir erosión iónica con iones de argón o analizar la muestra, sólo era necesario hacer girar el portamuestras externamente para colocarla en la posición adecuada. Además, ésta, al igual que las demás cámaras, cuenta con medidores de vacío de ionización y con válvulas y bombas de vacío adicionales que permiten abrir la cámara sin perturbar el vacío del resto de la línea.

Durante el experimento se midió una presión de 10^{-4} torr aproximadamente en la cámara para la formación del plasma, un potencial de enfoque en la lente Einzel de 6 keV y una energía de aceleración de 7 keV. La corriente medida en el portamuestras fue de 10-40 μ A. Este cañón se encuentra instalado en la misma cámara donde se hizo PIXE, en la que se dispone de dos bombas de vacío, una turbomolecular que es más rápida y con

la que se alcanzan mejores vacíos y una de difusión que es más lenta y que permite la formación de plasma dentro de la fuente.

4.3.2 Daño con argón de 150 keV.

La irradiación de muestras con iones de argón de 150 keV se hizo en la misma cámara en la que se hizo el análisis por reacciones nucleares. Los iones eran producidos por el acelerador con la energía deseada e incidían normalmente a la muestra.

Capítulo 5

Resultados y conclusiones

5.1 RESULTADOS.

Las muestras 1, 2, 3 y 5 se prepararon simultáneamente, obteniendo para todas ellas características similares. La muestra 4 se preparó posteriormente con una cantidad mayor de fluoruro de neodimio en polvo al momento de evaporar la película.

En primer lugar se hizo RBS a las muestras 1, 2, 3 y 5, de donde se pudo comprobar que la estequiometría del fluoruro de neodimio se conservaba aún después de la evaporación. Igualmente, de los espectros se midió el espesor de las películas de fluoruro de neodimio utilizando tanto el pico de fluor como el de neodimio.

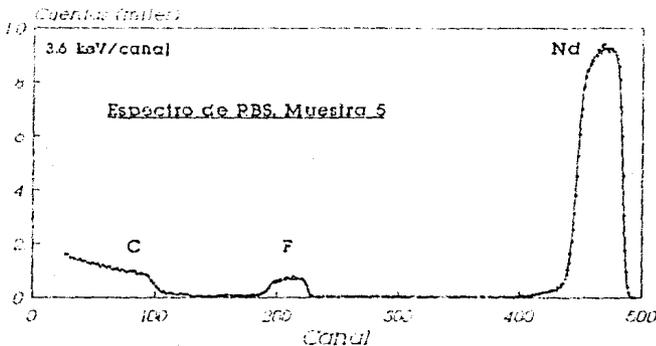


Figura 5.1 Espectro de RBS.

5.1.1 Muestras 1, 2 y 3. ¿?

El espectro de RBS obtenido para la muestra 5 (los espectros obtenidos para las otras muestras son completamente similares) se puede observar en la figura 5.1. En la tabla 5.1 se muestran los resultados obtenidos a partir de cada espectro. En la primera columna, se indica de qué muestra se trata, en la segunda y tercera (ΔE) está señalado el ancho de cada pico (del neodimio y del fluor) en keV, donde se ha tomado el ancho a la mitad de la máxima altura y se ha utilizado la calibración descrita brevemente en el capítulo 4. Las siguientes dos columnas (t) son los espesores obtenidos a partir de éstos picos y del análisis

descrito en el capítulo 3 tanto para el flúor como para el neodimio. H , en las siguientes columnas, es la altura de cada pico en número de cuentas. Finalmente, en la última columna se muestra la ΔE promedio obtenida de cada espectro según la ecuación (3.43), con ΔE y H dados anteriormente y:

$$\sigma_F = 9.7457 \times 10^{-26} \text{ cm}^2$$

$$\sigma_{Nd} = 4.72898 \times 10^{-24} \text{ cm}^2$$

las secciones eficaces a 170° , para partículas α ($M = 4$, $Z = 2$) con 2 MeV de energía.

Muestra	$\Delta E(\text{keV})$		t ($\mu\text{g}/\text{cm}^2$)		H		$\frac{N_F}{N_{Nd}}$
	F	Nd	F	Nd	F	Nd	
1	114.8	132.76	104.7	100.7			
2	110.4	131.1	100.7	99.5	210	2800	3.07
3	112.5	130.68	102.6	99.3	230	3000	3.20
5	115.2	136.8	105.1	103.8	680	9400	2.9569

Tabla 5.1. Resultados de RBS

Ya analizadas las muestras por RBS, se procedió a analizar las muestras 1, 2, y 3 por PIXE. Para ello se calcularon teóricamente los cocientes del número de cuentas de la muestra entre el número de rayos X de la línea L_{α} del patrón grueso como se describió en el capítulo 3 para 400, 500, 600 y 700 keV. Los resultados de éstos cálculos se muestran en la figura 5.2, donde están representados por líneas continuas. En estas mismas gráficas se encuentran superpuestos los resultados encontrados experimentalmente. A cada muestra, al igual que al patrón, se le bombardeó a las cuatro energías mencionadas. De sus espectros se calculó el número de cuentas correspondientes a la línea L_{α} del neodimio como se describe en el capítulo 4, de donde se obtienen los cocientes mostrados en la tabla 5.2 para cada muestra (1, 2 y 3) para cada energía. A partir de estos cocientes y con ayuda de la figura 5.2 se calculan los espesores también mostrados en la tabla 5.1.

Posteriormente se obtuvieron los perfiles de concentración de flúor de cada una de estas muestras. La figura 5.3 muestra los perfiles de concentración, encontrados utilizando la reacción nuclear descrita en el capítulo 3. Las líneas continuas son los perfiles de concentración encontrados teóricamente para películas de fluoruro de neodimio uniformes, tales que el ancho a la mitad de la máxima altura de ellos coincide con el ancho de los perfiles experimentales. En la tabla 5.3 se muestran los anchos en energías a la mitad de la máxima altura de cada perfil, así como el espesor correspondiente al perfil teórico.

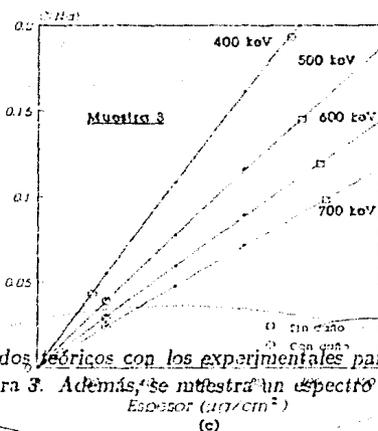
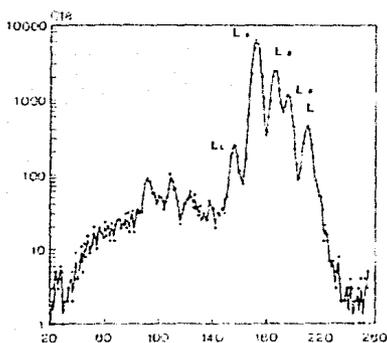
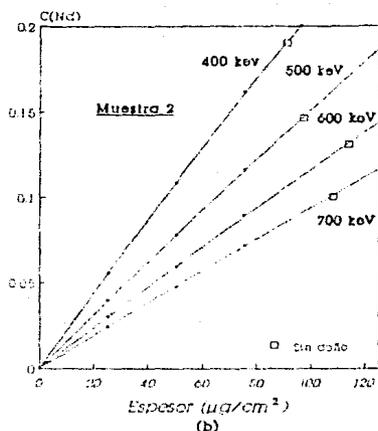
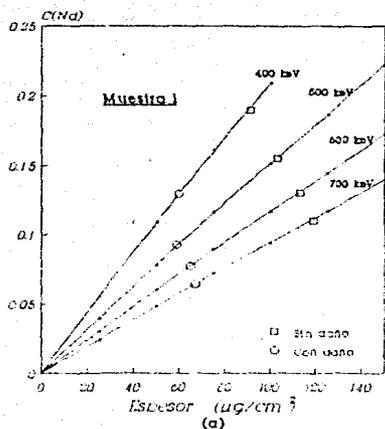


Figura 5.2 Comparación de los resultados teóricos con los experimentales para PIXE. (a) Muestra 1, (b) Muestra 2, (c) Muestra 3. Además, se muestra un espectro típico de PIXE.

Una vez medido el espesor de la película de estas tres muestras por las tres técnicas, se procedió a irradiarlas con iones de argón de 7 keV. A la muestra 1 se le bombardeó durante 10 min con una corriente de 10 μA , a la muestra 2 durante 15 min con una corriente de 10 μA y a la muestra 3 durante 20 min con una corriente promedio de 12.8 μA , a todas ellas sobre un área de 0.79 cm^2 .

Muestra		N_X/N_U^0		t ($\mu\text{g}/\text{cm}^2$)	
		Antes	Después	Antes	Después
1	700 keV	0.110	0.064	119	67
1	600 keV	0.130	0.077	113	65
1	500 keV	0.155	0.092	103	59
1	400 keV	0.19	0.129	91	50
2	700 keV	0.098	—	108	—
2	600 keV	0.119	—	114	—
2	500 keV	0.145	—	97	—
2	400 keV	0.19	—	91	—
3	700 keV	0.100	0.02	105	25
3	600 keV	0.131	0.024	103	25
3	500 keV	0.146	0.024	96	25
3	400 keV	0.19	0.044	92	20

Tabla 5.2. Resultados de PIXE

Después de haberles hecho daño, se les volvió a analizar por PIXE, obteniendo otra vez los cocientes respectivos. Estos resultados se muestran también en la Tabla 5.2 y en la figura 5.2. Finalmente, se les hizo su análisis por reacciones nucleares con lo que se midió su espesor de manera análoga. La figura 5.3 muestra también los perfiles obtenidos después del daño, mismos que aparecen en la Tabla 5.3.

Muestra	ΔE		t ($\mu\text{g}/\text{cm}^2$)	
	Antes	Después	Antes	Después
1	21	12.5	111	64
2	—	9.5	—	47
3	18	7	96	29
4	68.5	—	370	—

Tabla 5.3. Resultados de NRA

5.1.2 Muestra 4.

La muestra 4 se analizó en primer lugar por reacciones nucleares, obteniéndose así su espesor. En la cámara para análisis por PIXE también se le analizó con esta técnica de análisis.

El análisis por reacciones nucleares de esta muestra antes de hacerle daño dio como resultado el perfil de concentración que se muestra en la figura 5.4 y su desarrollo se hizo de manera similar a las muestras anteriores (ver tabla 5.3). El espesor dado por PIXE

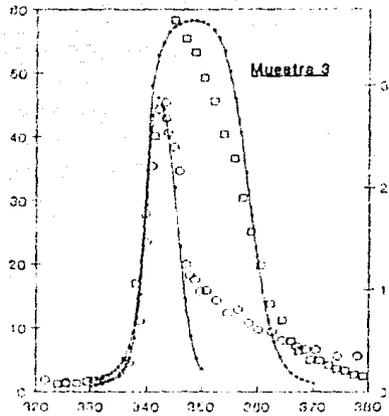
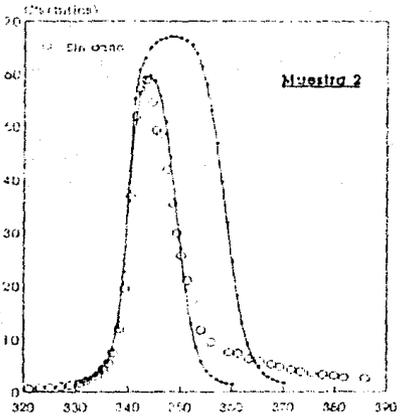
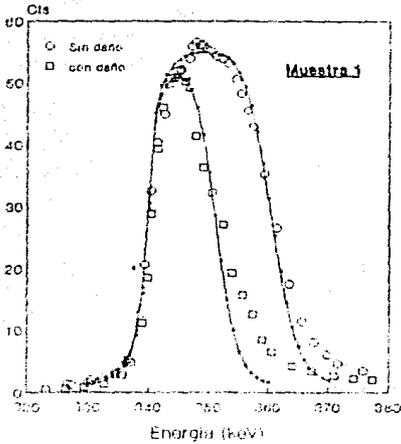


Figura 5.3 Perfiles de concentración para (a) Muestra 1, (b) Muestra 2, (c) Muestra 3. Las líneas continuas son los perfiles encontrados teóricamente.

para esta muestra se puede ver en el primer renglón de la tabla 5.4. Después de hacerle hecho daño sucesivamente a esta muestra en una área de 0.79 cm^2 sucesivamente como lo muestra la misma tabla y la figura 5.4 se le analizó por medio de PIXE otra vez, dando como resultado los valores mostrados en la tabla 5.4. En el primer lugar aparece la dosis total acumulada hasta el momento del análisis; las siguientes cuatro columnas muestran el espesor correspondiente a la muestra de acuerdo (de manera análoga a las muestras

Dosis (iones/cm ²)	t (μg/cm ²)				
	400 keV	500 keV	600 keV	700 keV	Prom.
0 (sin daño)	310	355	370	435	367
0.858 × 10 ¹⁷	275	300	295	330	300
3.0 × 10 ¹⁷	245	275	280	300	272
6.97 × 10 ¹⁷	210	290	260	290	262.5
11.8 × 10 ¹⁷	190	200	215	230	208.8
19.1 × 10 ¹⁷	150	155	155	170	157.5

Tabla 5.4. Resultados de PIXE para la muestra 4.

anteriores, ver figura 5.5) al cociente de rayos X detectados para la muestra entre el de los rayos X detectados con el patrón, cada columna a diferente energía de haz de protones incidentes. Finalmente la última columna muestra el promedio de las cuatro columnas anteriores.

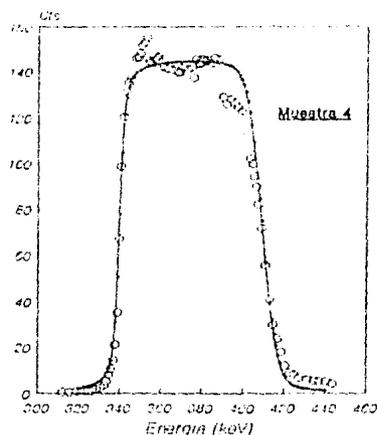
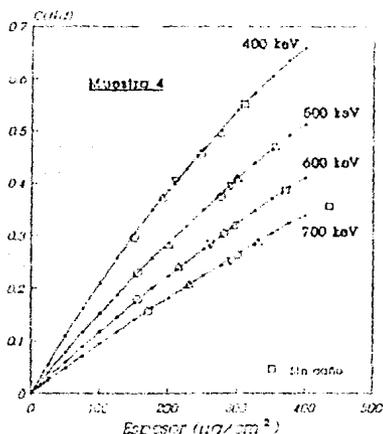
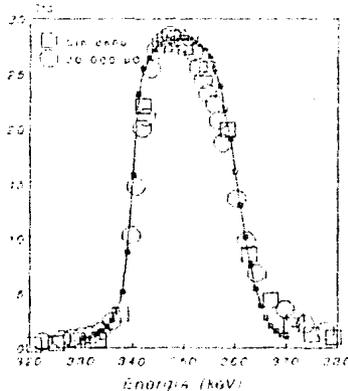


Figura 5.4 Representación gráfica de los resultados obtenidos por (a) PIXE, (b) NRA con la muestra 4.

5.1.3 Muestra 5.

Después de su análisis por RBS (figura 5.1) a la muestra 5 se le hizo inmediatamente su perfil de concentración mediante la reacción nuclear antes descrita (figura 5.5), posteri-

Ormente se le bombardeó sobre una área de 0.13 cm^2 utilizando un colimador de 4 mm de diámetro con iones de argón de 150 keV, a una corriente de 300 nA, acumulando una carga total de 2500 μC . Después de volver a obtener su perfil de concentración no se observó ningún cambio en él, por lo que se volvió a irradiar hasta obtener una carga total acumulada de 5 000, 10 000 y 20 000 μC sucesivamente, sin observar ningún cambio apreciable en los perfiles de concentración tomados después de cada caso. La figura 5.5 muestra además el perfil de concentración después de llevar 20 000 μC acumulados. En ambos casos (y también para los casos con menor daño acumulado) el perfil de concentración uniforme teórico que reproduce mejor los perfiles experimentales es el de ancho igual a 106 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ (correspondiente a 20 keV). La dosis total recibida por esta muestra es, dividiendo la carga total acumulada entre la carga del protón, 1.25×10^{17} iones de argón; y dividiendo entre el área irradiada: 9.9×10^{17} iones/ cm^2 .



Muestra 5

Figura 5.5 Perfiles de concentración de flúor de la muestra 5 sin daño y con 20 000 μC acumulados.

5.1.4 Incertidumbres.

En el análisis por RBS se calculó una resolución de 28.8 keV para partículas α de 1.5570 MeV (2 % aprox.), ésto se hizo considerando el 12 y el 88% de la altura máxima del espectro de la muestra de cobre. Considerando este 2 %, otro 2 % por esparcimiento de energía, 4 % de incertidumbre y aproximadamente 4 % de incertidumbre en las aproximaciones, obtenemos una incertidumbre total de alrededor del 12 % para los espesores medidos con RBS.

En el análisis por PIXE tenemos que la raíz cuadrada del número de cuentas es del orden del 1 % del número de cuentas del pico de la línea L_{α} del neodimio. Por otra parte, la dispersión de los espesores obtenidos con cada energía de protones, es de entre 5 y 11 % en general, por lo que podemos decir que la incertidumbre total es aproximadamente 12 % también.

El ancho en energía del perfil de concentración tiene una incertidumbre de ± 1.5 keV, lo que da por resultado una incertidumbre máxima del 10 %.

Debe señalarse, que la dificultad que representa medir la corriente en la muestra, por ser ésta de un material dieléctrico, el diámetro relativamente grande del haz, así como la no uniformidad de la película depositada, según se pudo observar con microscopio de barrido, hacen que las medidas obtenidas se deban considerar como espesores promedio y con cierta incertidumbre adicional. Por otra parte, el uso, y la subsecuente coincidencia, de las diferentes técnicas, hacen que las medidas realizadas tengan una validez aceptable.

Algunos efectos de fondo de los resultados?
¿Alguna tendencia?

5.2 ANÁLISIS DE RESULTADOS.

5.2.1 Resultados experimentales.

Los resultados anteriores, podemos resumirlos diciendo que para cada muestra tenemos un espesor medido antes y otro después de haberles causado erosión. La muestra 4 representa a su vez varias mediciones entre el daño acumulado y la erosión. En la tabla 5.5 se muestran estos resultados: La primera columna da como referencia la muestra con la que se obtuvo el punto, la segunda indica la dosis total recibida mientras que la última columna da la diferencia de espesor producida por tal irradiación. Esta diferencia de espesores se obtiene de restar el espesor final al espesor original (columnas 3 y 4), considerando a éstos como los promedios dados por cada una de las técnicas empleadas para su medición.

La figura 5.6 donde se grafica el espesor como función de la dosis recibida, muestra gráficamente estos resultados. Nótese cómo el ajuste de una recta a los puntos en la figura 5.6 (a) para las muestras 1, 2 y 3 tiene una pendiente mayor que para la muestra 4 de la figura 5.6 (b). La figura 5.7 muestra la diferencia de espesor como función de la dosis recibida, en esta gráfica se puede apreciar claramente que el daño recibido por las muestras 1-3 es considerablemente menor que el recibido por la muestra 4 (y que la muestra 5). *Tabla 5.5*

Porque en la otra tabla se da la dosis de diferentes

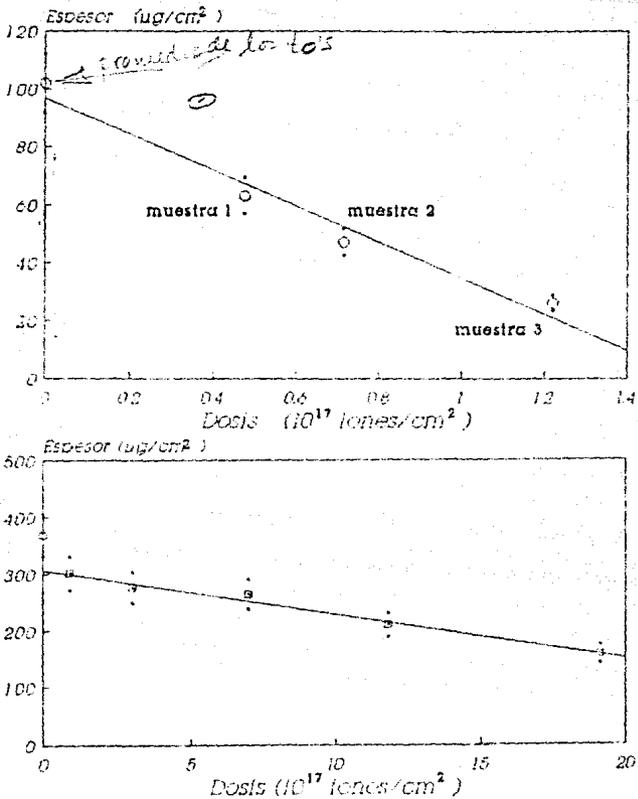


Figura 5.6 *fiscal* Espesor de las películas de fluoruro de neodimio como función de la dosis recibida (a) Muestra 1, 2 y 3; (b) Muestra 4.

Si ajustamos dos rectas a los puntos de la Figura 5.7, una para las muestras 1, 2, 3 y el origen y otra para la muestra 4, encontramos una pendiente de 5.8×10^{-22} g/ion para la primera y una pendiente de 7.8×10^{-23} g/ion para la segunda, de donde si dividimos entre la masa por molécula (3.24×10^{-23}) obtenemos 1.7 moléculas de fluoruro de neodimio

*¿Cómo defino dato?
 ¿Molécula o pulgada/ion incidente?*

Muestra	Dosis (iones/cm ²)	t_0 ($\mu\text{g}/\text{cm}^2$)	t_f ($\mu\text{g}/\text{cm}^2$)	Δt ($\mu\text{g}/\text{cm}^2$)
1	0.476×10^{17}	107	63	44
2	0.715×10^{17}	102	47	55
3	1.220×10^{17}	98	26	72
4	0.856×10^{17}	367	300	67
4	3.000×10^{17}	367	275	92
4	6.970×10^{17}	367	262.5	104.5
4	11.8×10^{17}	367	208.5	158.2
4	19.1×10^{17}	367	157.5	209.5

Tabla 5.5 Resumen de los resultados.

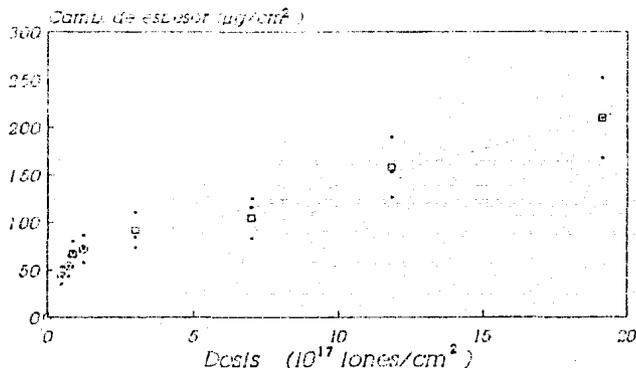


Figura 5.7 Cambio de espesor como función de la dosis recibida.

expulsada por ion incidente para las muestras 1-3 y 0.23 moléculas/ion para la muestra 4.

5.2.2 Simulación por TRIM.

Por medio del programa TRIM se hicieron algunos cálculos y simulaciones de los fenómenos que suceden al bombardear una película de fluoruro de neodimio con iones de argón para tratar de explicar los resultados experimentales. En primer lugar se calculó el poder de frenamiento de iones de argón con energías de 1 eV a 1 MeV en fluoruro de neodimio (figura 5.8). En esta gráfica se aprecia que el poder de frenamiento nuclear es más importante que el electrónico, tanto a 7 como a 150 keV, sin embargo, a 150 keV el

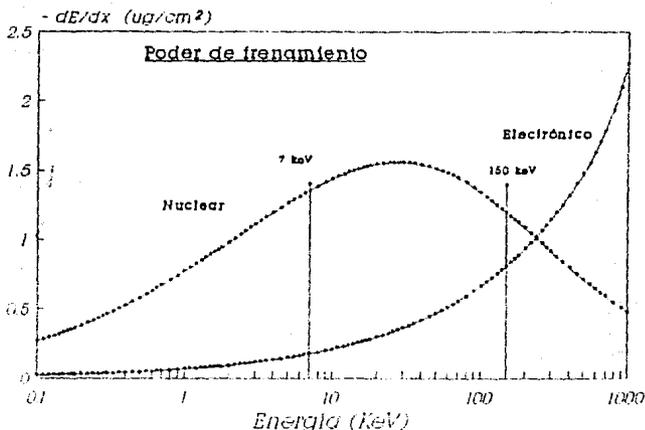


Figura 5.8 Poder de frenamiento de iones de argón en fluoruro de neodimio.

poder de frenamiento electrónico es comparable.

Posteriormente se hicieron las simulaciones de los procesos ocurridos (a) al bombardear una película de fluoruro de neodimio de 4 000 Å con iones de argón de 150 keV, (b) al bombardear una película de fluoruro de neodimio de 1 000 Å con iones de argón de 7 keV. En el segundo caso se consideró una película más delgada ya que se observó que los fenómenos en ese caso eran completamente superficiales. Con estas simulaciones se obtuvieron las distribuciones de átomos desplazados, ionizados, proyectiles implantados, etc, así como las trayectorias de éstos dentro de la película. La figura 5.9 muestra precisamente la distribución de átomos desplazados como función de la profundidad por iones de argón a las energías mencionadas. Además, el TRIM da el coeficiente de erosión iónica parcial de cada elemento calculado como el número de átomos del blanco que "salen" de la superficie entre el número de iones incidentes. Se observa que a 7 keV, éstos coeficientes son ligeramente mayores, lo cual está de acuerdo con la teoría de Sigmund.

5.3 CONCLUSIONES.

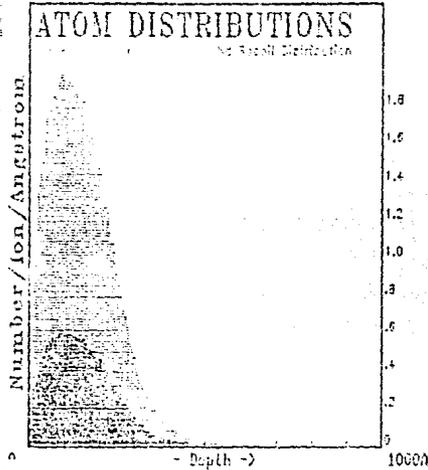
De los resultados anteriores podemos concluir que el fluoruro de neodimio, al igual

Ion Beam - Ar (40 amu)
 Ion Energy - 7 keV
 Ion Angle - 0 degrees
 ndf03 1000A 2.584

 Ion Charge - Ar

 Ion Charge Total 1074 / 99999
 Ion Scattered Ions - 43
 Transmitted Ions

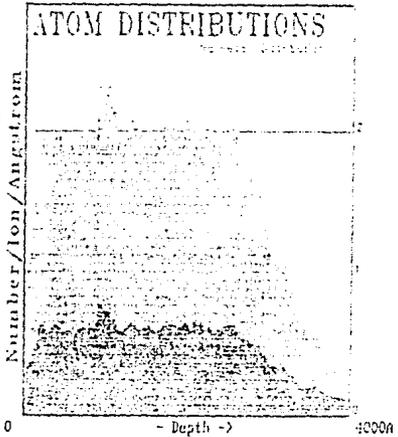
 Etendue = 3.28 eV
 0.3622 63.4
 1.18 195.7



Ar (40 amu)
 150 keV
 0 degrees
 NDF03 4000A 2.584

 Ar
 309
 11
 10

 Etendue - 3.28 eV
 R_d 0.2237 80.0
 F 0.9191 704.6



Handwritten signature

Figura 5.9 Átomos desplazados (TRIM) por iones de argón en una película de fluoruro de neodimio.

que otros materiales [24], presenta un coeficiente de erosión iónica que cambia según la dosis recibida, así, mientras que para dosis del orden de 10^{17} iones/cm² Y tiene un valor de aproximadamente 0.23 moléculas/ion, para dosis de 10^{16} iones/cm² Y tiene un valor mayor

(1.7 moléculas/ion). Lo anterior podemos decir que, como se explicó en el capítulo 1, se debe a la implantación de iones de argón en la película de fluoruro de neodimio, cambiando su composición. Es importante señalar que en los espectros de PIXE de la muestra irradiada, las líneas K_{α} y K_{β} del argón aparecen, así como en espectros posteriores de RBS el argón también aparece.

De acuerdo a la teoría de Sigmund, (1.17) y (1.18), la erosión iónica es proporcional al poder de frenamiento nuclear; por lo que, la erosión del fluoruro de neodimio con iones de argón de 7 y 150 keV, deberían de ser semejantes (como los da el TRIM), más, si se considera que el poder de frenamiento electrónico también puede ser importante en la erosión en los dieléctricos como se ha encontrado en algunos trabajos [25]. Por otra parte, las condiciones bajo las cuales fueron irradiadas no fueron exactamente las mismas, siendo la diferencia de corrientes muy importante. Mientras que la irradiación con iones de 150 keV fue del orden de 300 nA, la corriente de iones a 150 keV fue del orden de 30 μ A, es decir, dos órdenes de magnitud mayor. Comparando con los resultados dados por TRIM (que calcula cascadas lineales), observamos que a 7 keV el daño es superficial mientras que a 150 keV el máximo en el daño se produce en el interior de la muestra. No obstante, la cantidad de daño en la superficie es comparable en los dos casos, por lo que probablemente la diferencia de corrientes con que fueron irradiadas las muestras sea el factor determinante en nuestras medidas experimentales de erosión iónica, que muestran diferentes comportamientos a estas dos energías de iones. Lo anterior puede deberse a que la mayor corriente de iones de argón de 7 keV pudo haber causado efectos térmicos y que el régimen de cascadas lineales ya no sea válido.

Por otra parte, TRIM predice una erosión de aproximadamente tres átomos de flúor por uno de neodimio, aunque el valor dado no es confiable, ya que la energía de ligamento superficial del flúor (energía de sublimación aprox.) no es conocida. En las mediciones realizadas en este trabajo no se pudo apreciar erosión iónica preferencial, probablemente debido a que la capa alterada es extremadamente delgada para ser detectada por los medios utilizados. Tampoco se pudo observar desabsorción de flúor debido a la irradiación (ver perfiles de concentración).

Por otra parte, en las figuras 5.3 y 5.5 se observa que la caída del perfil de concentración es más "lento" debido seguramente a rugosidad del sustrato. En el futuro es conveniente realizar mediciones similares teniendo mayor control en la temperatura de la muestra al momento de evaporar y durante la irradiación, así como sobre la densidad de corriente al momento de causar daño a la muestra; para determinar los efectos que éstos pueden tener en la erosión iónica.

Referencias

- 1.- V.S. Dharmadhikari. J. Appl. Phys. 54(1983)4087.
- 2.- P.G. Mc. Mullin, S. Sinharay. J. Vac. Sci. Technol. A6(1988)1367.
- 3.- Ch.L. Strecker, W.E. Moddeman, T. Grant. J. Appl. Phys. 52(1981)6921.
- 4.- W.K. Chu, J.M. Mayer. M.A. Nicolet. "Backscattering Spectrometry" Academic Press, N.Y. 1978.
- 5.- G. Dearnaley, J.H. Freeman, R.S. Nelson, J. Stephen. "Ion Implantation" (Defects in Crystalline Solids, Vol. 8) North Holland Pub. Co., Amsterdam 1973.
- 6.- J.S. Williams, J.M. Poate (editores). "Ion Implantation and Beam Processing" Academic Press, Sydney 1984.
- 7.- L.C. Feldman, J.W. Mayer. "Fundamentals of Surface and Thin Film Analysis" North Holland Pub. Co., Amsterdam 1986.
- 8.- P. Sigmund. Phys. Rev. 184(1969)393.
- 9.- P. Sigmund. "Sputtering by Particle Bombardment, Vol. 1" Springer Verlag, Berlin 1981.
- 10.- J.P. Biersack, L.G. Haggmark. Nucl. Instr. and Meth. 174(1980)54.
- 11.- J.F. Ziegler, J.P. Biersack, U. Littmark. "The Stopping and Range of Ions in Solids" Pergamon Press, N.Y. 1985.
- 12.- E.C. Montenegro, S.A. Cruz, C. Vargas-Aburto. Phys. Lett. 92A(1982)195.
- 13.- J. Miranda. Tesis Profesional, U.N.A.M. 1984.
- 14.- J.Rickards, A. Oliver, J. Miranda, E.P. Zironi. Appl. Surf. Sci. 45(1990)155.
- 15.- L. Rodríguez. Tesis profesional, U.N.A.M. 1988.

Referencias

- 16.- S.A.E. Johanson, J.L. Campbell. "PIXE: A Novel Technique for Elemental Analysis" John Wiley & Sons, Chichester, 1988.
- 17.- J. Miranda. Tesis Doctoral, U.N.A.M. 1988.
- 18.- F. Cruz. Tesis Profesional, U.N.A.M. 1991.
- 19.- R.G. Musket, W. Bauer. J. Appl. Phys. 43(1972)4786.
- 20.- J.W. Mayer, E. Rimini. "Ion Beam Handbook for Material Analysis" Academic Press, N.Y. 1977
- 21.- D. Dieumegard, B. M. Aurel, G. Amsel. Nucl. Instr. and Meth. 168(1980)93.
- 22.- J. Rickards. Nucl. Instr. and Meth. B56(1991)812.
- 23.- F. Ruiz. Tesis Profesional, U.N.A.M. 1990.
- 24.- T. Weber, K.P. Lieb. Nucl. Instr. and Meth. B44(1989)54.
- 25.- L.E. Seiberling, C.K. Meins, B.H. Cooper, J.F. Griffith, M.H. Mendenhall, T.A. Tombrillo. Nucl. Instr. and Meth. 198(1982)17.