



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA  
DE MEXICO

FACULTAD DE CIENCIAS

COMPOSICIÓN ELEMENTAL DE  
PELÍCULAS  $Si_xN_yH_z/Si$  PRODUCIDAS CON  
TÉCNICAS DE PLASMAS UTILIZANDO UN  
ACELERADOR DE PARTÍCULAS

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE  
FÍSICO

P R E S E N T A :

LUIS ARMANDO ACOSTA SÁNCHEZ

DIRECTOR DE TESIS:  
DR. EDUARDO ANDRADE IBARRA



FACULTAD DE CIENCIAS  
UNAM



TESIS CON  
FALLA DE ORIGEN



Universidad Nacional  
Autónoma de México



**UNAM – Dirección General de Bibliotecas**  
**Tesis Digitales**  
**Restricciones de uso**

**DERECHOS RESERVADOS ©**  
**PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL**

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

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

ESTA TESIS NO SALE  
DE LA BIBLIOTECA

LIBRO DE ORIGEN  
TESIS COM



UNIVERSIDAD NACIONAL  
AUTÓNOMA DE  
MÉXICO

Autorizo a la Dirección General de Bibliotecas de la UNAM a difundir en formato electrónico e impreso el contenido de mi trabajo recepcional.

NOMBRE: Acosta Sánchez Luis Armando

FECHA: 13-OCT-2004

FIRMA: [Signature]

**ACT. MAURICIO AGUILAR GONZÁLEZ**  
**Jefe de la División de Estudios Profesionales de la**  
**Facultad de Ciencias**  
**Presente**

Comunicamos a usted que hemos revisado el trabajo escrito:

"Composición elemental de películas  $Si_xN_yH_z$ /Si producidas con técnicas de plasmas utilizando un acelerador de partículas"

realizado por Acosta Sánchez Luis Armando

con número de cuenta 09850073-4 , quien cubrió los créditos de la carrera de: Física .

Dicho trabajo cuenta con nuestro voto aprobatorio.

**A t e n t a m e n t e**

Director de Tesis  
Propietario

Propietario Dr. Eduardo Andrade Ibarra

Propietario Dr. Efraín Chávez Lomelí

Propietario Dr. José Manuel Saniger Blesa

Suplente Dr. Guillermo Espinosa García

Suplente Dr. Armando Ortíz Rebollo

*[Handwritten signatures of Eduardo Andrade Ibarra, Efraín Chávez Lomelí, José Manuel Saniger Blesa, Guillermo Espinosa García, and Armando Ortíz Rebollo]*

**Consejo Departamental de Física**

*[Signature of Alicia Zarzosa Pérez]*  
**M. EN C. ALICIA ZARZOSA PEREZ**  
Coordinadora de Licenciatura



**FACULTAD DE CIENCIAS**  
**DEPARTAMENTO DE FÍSICA**



*A Ricardo, Ana María,  
Rikis y Arely*

## **AGRADECIMIENTOS.**

Me gustaría agradecer a las siguientes personas:

A mis padres, que desde hace 25 años no han hecho otra cosa que velar por mí y por mis hermanos, gracias a su formación y educación he podido llegar hasta aquí, han sido excelentes mentores y amigos. Espero que este trabajo los haga sentir orgullosos y espero también seguirles dando alegrías.

A mi tía Yolanda que hasta el día de su muerte no dejó de apoyarme en todos los términos existentes. Es una lástima que no estés aquí para ver esto, pero te estoy eternamente agradecido.

Al Dr. Eduardo Andrade Ibarra, quién no sólo se encargó de enseñarme todo lo que le da vida a este trabajo, sino que me apoyó económica y moralmente durante el tiempo que estuve construyendo esta tesis. En verdad agradezco su apoyo incondicional, su enseñanza, su bondad y su amistad. Gracias Doc, le debo mucho.

A los Doctores: Efraín Chavez, José Saniger, Guillermo Espinosa y Armando Ortiz, quienes se encargaron de darle forma a este trabajo con sus comentarios, correcciones y sugerencias.

Al equipo de trabajo del Acelerador Van de Graff de 5.5 MeV, Miguel Rocha y Rubén Cuellar, así como al Maestro Eustacio y al profesor Dorantes; a Juan Carlos Alonso, por toda la información comentada.

Al Dr Javier Miranda por haber creído en mí, brindarme tantos conocimientos y apoyarme en todo momento, te prometo que no te voy a defraudar.

Al Maestro Román Tejeda, por recibirme como su estudiante, enseñarme tanto, brindarme su confianza y amistad, y darle una chispa de luz a todo esto.

A Marcelo, Pilar, Israel, Carlos, Carla y en sí, a toda esa gente adorable de la Facultad de Química que me ha tratado tan bien y me ha brindado su amistad.

A la familia Castañón, que sin su apoyo no hubiera podido terminar la carrera. A Luis y Gabriel por ser mis amigos eternos. A Vic, Javier y Gerardo por serlo también. A todos mis amigos de Balbuena que siempre estuvieron a mi lado. Al Aquelarre y al K-tarsis por su Rock. Al Club Macacos Infantil A.C. y a todos sus integrantes, fueron muchos días felices. A la Banda de los físicos incluyendo al equipo Trasereros, particularmente a mi adorada Isabel, al buen Luis, al buen Champs, al cuate Mellado, a mi carnal el Saba y a mi hijo el Coach.

A la Facultad de Ciencias y a los profesores que trabajan en ella, al Departamento de Física de la Facultad de Química, a la UNAM y particularmente, al Departamento de Física Experimental del Instituto de Física, donde he vivido los últimos tres años, con mucha felicidad.

A Grisi, por meterme en esto, no creí nunca llegar hasta aquí, pero en verdad te doy las gracias.

Y muy especialmente, al León, que apareció y le dio color a mi vida, te adoro y espero que siempre estés cerca, gracias por tantos instantes felices.

Si alguien ha sido omitido, no es culpa mía, sino de mi mala memoria...GRACIAS.

# ÍNDICE.

## PÁGINA

INTRODUCCIÓN.	1	
<b>Capítulo I. Principios Básicos Sobre el Uso de Aceleradores para el Análisis de Materiales.</b>		
I.1	IMPORTANCIA DE LA CIENCIA DE MATERIALES.	3
I.2	PELÍCULAS DELGADAS.	4
I.3	PELÍCULAS DELGADAS DE NITRURO DE SILICIO, CARACTERÍSTICAS Y APLICACIONES.	5
I.3.1	Uso de películas delgadas de nitruro de silicio en celdas fotovoltaicas.	6
I.4	ANTECEDENTES DE ACELERADORES DE PARTÍCULAS.	8
I.5	EXPERIMENTOS BÁSICOS CON ACELERADORES.	10
I.6	SECCIONES TRANSVERSALES EN COLISIONES DE DOS CUERPOS.	12
I.7	USO DE ACELERADORES PARA EL ANÁLISIS DE MATERIALES.	14
I.8	ALGUNAS PROPIEDADES DE LAS TÉCNICAS ANALÍTICAS DE ORIGEN NUCLEAR (TAON).	16
I.9	PRINCIPIOS FÍSICOS DEL USO DE LAS TAON.	18
I.9.1	La sección transversal $\frac{d\sigma}{d\Omega}(E,\theta,\phi,Z_1,Z_2)$ de Rutherford.	20
I.9.1.1	Energía de la barrera Coulombiana.	21
I.9.2	Cinemática de Reacciones Nucleares.	24
I.9.3	Potencia de frenamiento.	28
I.9.3.1	Sección atómica de frenado y ley de Bragg.	29
I.9.4	Esparcimiento de la pérdida de energía (STRAGGLING.)	30

## **Capítulo II. Métodos Experimentales, Producción de Películas de SiN y el Acelerador de Partículas Van de Graaff.**

II.1	RESUMEN DE DIFERENTES MÉTODOS DE PRODUCCIÓN DE PELÍCULAS.	33
II.2	ANTECEDENTES DE LOS PLASMAS.	34
II.3	EL DEPÓSITO QUÍMICO DE VAPORES ASISTIDO POR PLASMAS (PECVD).	35
II.4	PREPARACIÓN DE LAS PELÍCULAS ANALIZADAS.	37
II.5	ACELERADORES USADOS PARA EL ANÁLISIS DE LAS MUESTRAS.	38
II.6	PRINCIPIOS DE OPERACIÓN DE UN ACELERADOR VAN DE GRAFF.	41
II.6.1	Generación de alto voltaje en el sistema Van de Graaff.	44
II.6.2	Fuente de iones del Acelerador Van de Graaff.	46
II.6.3	El tubo del acelerador Van de Graaff.	48
II.7	CIRCUITO ELÉCTRICO EQUIVALENTE PARA DESCRIBIR EL FUNCIONAMIENTO DE UN ACELERADOR VAN DE GRAAFF.	50
II.8	PRINCIPALES EQUIPOS ASOCIADOS CON UN LABORATORIO VAN DE GRAAFF.	51
II.8.1	Corriente de corona como auxiliar de control de estabilización del alto voltaje.	53
II.8.2	El Imán selector de energías asociado al Acelerador Van de Graaff.	54
II.9	EL ESPECTRÓMETRO DE ENERGÍA USADO EN EXPERIMENTOS DE TAON.	55
II.9.1	El detector de barrera superficial y criterio para seleccionar su espesor.	56
II.9.2	El Pre-Amplificador, Amplificador Lineal y Sistema Multicanal de Altura de Pulsos.	58
II.9.3	Espectro de altura de pulsos y calibración en energía del detector.	59

## **Capítulo III. Desarrollo Experimental y Resultados Obtenidos.**

III.1	SIMULACIONES DE ESPECTROS DE ENERGÍA.	61
III.1.1	El simulador SIMNRA.	62
III.1.2	Ejemplos de Simulaciones.	64

III.2	DESARROLLO EXPERIMENTAL.	68
III.3	RESULTADOS OBTENIDOS DE LA IRRADIACIÓN CON HELIO III.	68
III.4	RESULTADOS OBTENIDOS DE LA IRRADIACIÓN CON DEUTERIO.	74
III.5	LA IRRADIACIÓN CON CARBONO.	83
III.5.1	La técnica EFA (Elastic Forward Analysis.)	83
III.6	PARÁMETROS INICIALES Y RESULTADOS DE LA IRRADIACIÓN CON CARBONO.	84
III.6.1	La presencia del Hidrógeno en películas delgadas de SiN.	90
III.7	ANÁLISIS GLOBAL DEL EXPERIMENTO.	90
	CONCLUSIONES.	94
	REFERENCIAS.	96

# INTRODUCCIÓN.

La ciencia y tecnología de materiales se ha constituido como una fuente muy compleja de investigaciones. La creación de materiales con características especiales de acuerdo a lo necesitado, es un reto al cual, los científicos de nuestro tiempo se enfrentan todos los días. Muchas técnicas de producción de materiales se han desarrollado y, con el paso del tiempo perfeccionado ó modificado. Cada técnica busca crear las condiciones ideales para producir materiales que presenten propiedades específicas.

La producción de películas delgadas es uno de los campos de mayor interés en el estudio de materiales, considerando que tienen usos múltiples en la industria de todo tipo. Una película delgada puede funcionar, la mayoría de las veces como recubrimiento. Su propósito principal en este caso, es brindar una protección a otro material, sin alterar sus propiedades. Este hecho, es la base de las investigaciones en materiales, ya que surge el problema de producir películas que presenten propiedades especiales. Considerando esto, muchas técnicas para la producción de películas delgadas se han creado y modificado. Una de ellas es el Depósito Químico de Vapores, que consiste en crecer una película delgada sobre un sustrato a partir de las reacciones producidas entre gases reactantes dentro de una cámara de depósito. Para que los gases interactúen, es necesario tener una fuente de energía. Una de las modalidades de esta técnica es usar como fuente a un Plasma, este elemento permite que el depósito se realice a temperaturas más bajas.

El producto final en un proceso de depósito, es una película delgada sobre un sustrato. Sin embargo, los parámetros iniciales del depósito, no permiten caracterizar el producto final en forma puntual. Por este motivo, una serie de análisis tienen que hacerse para conocer en detalle las características elementales de la película generada.

Los Aceleradores de Partículas de Energías Bajas, se han constituido como una herramienta excepcional en el análisis de materiales. Estos dispositivos son capaces de generar haces de diferentes iones que pueden ser enfocados para bombardear un material. La interacción iónica con el material puede medirse con diversos detectores y ser cuantificada. El producto final es un espectro de energías que brinda una cantidad enorme de información acerca del material irradiado. A partir de este espectro puede determinarse la composición elemental porcentual del material, su espesor y su distribución

atómica interna. Con estos parámetros se pueden obtener muchos otros, como la densidad del material ó el perfil atómico del mismo. Considerando la información valiosa que pueden brindar estos sistemas, muchas técnicas de análisis de materiales usando Aceleradores, se han desarrollado con el paso del tiempo. Estas técnicas de análisis pueden combinarse y brindar una relación global de las características de un material.

En esta tesis se presenta el análisis realizado para seis películas delgadas de Nitruro de Silicio utilizando un Acelerador de Partículas. Las películas fueron producidas usando la técnica de Depósito Químico de Vapores Asistido por Plasmas. El único parámetro que diferencia a las muestras es la razón proporcional entre los gases reactantes constituyentes Amonia /Silano.

Las películas analizadas fueron producidas en el laboratorio del Instituto “JOSEF STEFAN, SLOVENIA” como parte de un Proyecto Coordinado para la detección de elementos ligeros en diferentes laboratorios en el mundo.

Considerando esto, uno de los objetivos principales del análisis de estas películas, fue encontrar todos los elementos ligeros constituyentes de las mismas. Para lograr esto se utilizaron tres técnicas de análisis con aceleradores: RBS, NRA y EFA; en dos laboratorios distintos: El Laboratorio del Acelerador de Partículas Van de Graaff de 5.5 MV del Instituto de Física de la UNAM y el Laboratorio del Acelerador de Partículas Tandem de 6 MV del Instituto Nacional de Investigaciones Nucleares.

Mediante los espectros de energía obtenidos se realizó el análisis de estas películas. El segundo objetivo fue caracterizar las películas analizadas y encontrar las concentraciones elementales de cada una, para establecer alguna relación entre los datos encontrados y los parámetros proporcionados por el laboratorio que produjo las muestras.

Con base en lo comentado, el desarrollo de esta tesis comienza en mencionar algunas de las características de los materiales a analizar y las bases teóricas que dan soporte a las técnicas de análisis; posteriormente se centraliza en los métodos de producción de las películas en cuestión y los dispositivos usados como herramienta de análisis, es decir, los Aceleradores de Partículas. Finalmente, la tesis culmina describiendo el desarrollo experimental, mostrando los resultados obtenidos y el análisis completo de estos. Con el trabajo realizado se pretende mostrar la importancia de los aceleradores de partículas en el análisis de materiales.

# Capítulo I

## Principios Básicos Sobre el Uso de Aceleradores para el Análisis de Materiales.

### **I.1 IMPORTANCIA DE LA CIENCIA DE MATERIALES.**

La ciencia de materiales en países desarrollados ha dado origen a muchas industrias de alta tecnología, siendo la más representativa la industria de la microelectrónica, responsable de la producción de circuitos integrados. Otro ejemplo es el desarrollo de recubrimientos metálicos y cerámicos sobre superficies generalmente metálicas, lo cual ha tenido un gran impacto tecnológico, ya que mejora las propiedades tribológicas de los materiales recubiertos. Algunos de los avances más significativos de esta especialidad de la ciencia de materiales se presentan anualmente en una conferencia realizada en San Diego California, denominada: “METALURGICAL COATING AND THIN FILMS” [1]. Un ejemplo de este tipo de recubrimientos son los depósitos de películas de TiN sobre metales y una de sus aplicaciones dentro de un nivel industrial es el mejoramiento de herramientas de corte. Otra aplicación se puede apreciar en la industria moderna automotriz, en la que recientemente se realizan recubrimientos en pistones y rodamientos para mejorar la durabilidad de dichas partes.

En México la Ciencia de Materiales se ha considerado como de interés prioritario, y, por el carácter que se la ha dado, algunos grupos de investigación han consolidado un buen prestigio a nivel internacional.



Los nuevos materiales son producidos en Laboratorio por diferentes técnicas de síntesis, tales como: los métodos asistidos por plasma, métodos sol-gel, baños químicos, etc. La calidad de estos materiales depende críticamente de parámetros asociados a los métodos de producción. Los aceleradores de partículas han sido instrumentos decisivos en el desarrollo de nuevos materiales, y se han usado tanto para modificar estos por implantación de iones, como para su caracterización, a través de Técnicas de Análisis de Origen Nuclear (TAON). Existen aceleradores de baja energía conocidos como “implantadores” y su impacto en la vida moderna es tal, que la industria electrónica actual no hubiera alcanzado su desarrollo sin estos. Este hecho se debe a que el silicio, que es la materia prima para producir los chips y circuitos integrados, requiere la introducción de átomos a nivel de impurezas, ya sean de As, P ó B, y este trabajo puede realizarse con implantadores.

El objetivo de la tesis es el uso de Técnicas Analíticas de Origen Nuclear usando el Acelerador Van de Graaff de 5.5 MV del Instituto de Física de la UNAM y el acelerador tandem de 6 MV del Instituto Nacional de Investigaciones Nucleares, para el estudio elemental de películas delgadas de  $\text{Si}_3\text{N}_4$ ;H. El análisis de estas películas, es parte de un “PROYECTO COORDINADO” (PC) por el Organismo Internacional de Energía Atómica (OIEA) con sede en Viena Austria, para la determinación de elementos ligeros ( H, N, C, O, etc), incluyendo los perfiles de concentraciones. El OIEA propuso a 5 Laboratorios con Acelerador este ejercicio de “Round Robin” de análisis de 6 películas de  $\text{Si}_x\text{N}_y\text{H}_z$ . Estas películas fueron producidas en el Instituto “JOSEF STEFAN, SLOVENIA por una técnica denominada con sus siglas en el idioma ingles PECVD, que significa: Plasma Enhanced Chemical Vapour Deposition”. La importancia del análisis de las muestras es correlacionar los resultados con parámetros de producción de estas películas.

Con el propósito de que esta tesis sea más completa se discute brevemente el concepto de películas delgadas; también se presenta una breve discusión sobre algunas de las aplicaciones de las películas de  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , y el método de producción de estas por medio de PECVD. Los principios físicos en los que se basan las TAON usadas en esta tesis se discuten también con algún detalle.

## **1.2 PELÍCULAS DELGADAS.**

Dentro de nuestra vida cotidiana tenemos contacto, muchas veces sin saberlo, con películas delgadas. En nuestro entorno, las películas delgadas pueden ser observadas en simples pompas de

jabón; al mirar un espejo, el efecto de reflexión es generalmente producido por una película delgada de algún metal. Es muy común encontrar objetos a nuestro alrededor que presentan recubrimientos con capas de micro-espesor. Como ejemplo de dichos objetos podemos mencionar los cristales en edificios modernos que presentan formas peculiares en la reflexión de la luz, las pantallas y carátulas de relojes y calculadoras digitales, así como las pantallas en equipos de sonido y video, lentes de cámaras entre otros muchos dispositivos, generalmente electrónicos.

Debido a la amplia gama de equipos en los cuales, las películas delgadas pueden auxiliar en uso o protección, los científicos e ingenieros en materiales, han desarrollado diversas técnicas de obtención de dichas películas [2].

Los principales usos de las películas delgadas de acuerdo a los ejemplos mencionados anteriormente son básicamente los siguientes: i) recubrimientos en materiales como agentes protectores al medio ambiente ii) como agentes de reflexión en materiales iii) como antirreflectores de luz en dispositivos que se encargan de transformar energía luminosa en eléctrica(celdas solares), y iv) como recubrimientos metálicos de espesores micrométricos para mejorar las propiedades tribológicas de algunos metales, etc.

Como ya se mencionó el objetivo de la tesis es el uso de tres TAON para la determinación de los perfiles de concentración en películas delgadas de  $\text{Si}_x\text{N}_y\text{H}_z$  con espesores de algunos micrones y que fueron producidas con una técnica asistida por plasmas. En el Capítulo II se describe brevemente el método usado para producir las películas de nitruro de silicio.

El interés de crecer estas películas es fundamental para la industria de los semiconductores y también como componente en celdas solares.

### **I.3 PELÍCULAS DELGADAS DE NITRURO DE SILICIO, CARACTERÍSTICAS Y APLICACIONES.**

El uso de películas SiN [3] se inició al descubrir que su eficiencia en aplicaciones de recubrimientos protectores al medio era mayor que la de películas de  $\text{SiO}_2$ , que básicamente presentan propiedades similares. La estructura cerrada del SiN es precisamente una de las características que

evita daños electrónicos o químicos en los circuitos recubiertos, evitando también, la contaminación de los mismos; además el Nitrógeno involucrado, mejora la calidad en la película debido a que acelera su crecimiento en el sustrato de depósito. El SiN se conoce como un material amorfo y, en materia de estequiometría, sus proporciones ideales son  $\text{Si}_3\text{N}_4$  (57 % Nitrógeno por 43 % de Silicio). Las películas son obtenidas a temperaturas bajas (aproximadamente 350 grados centígrados, lo que evita inter-difusión entre capas adyacentes), requiriendo un menor empleo de energía.

Las aplicaciones de las películas de SiN son diversas, debido a sus características. Su implementación se ha realizado principalmente en la tecnología de dispositivos semiconductores, ya que presentan un buen funcionamiento como mascarilla para prevenir difusión y oxidación de dispositivos basados en silicio; incluso, las películas se usan como escudo protector para evitar la implantación de agentes externos (contaminación de otros elementos) en placas de silicio.

El uso de películas SiN como capa protectora se debe a que mejoran la pasivación en los materiales, es decir, recubren el material sin afectar sus propiedades logrando una protección contra la humedad o cualquier otro efecto del ambiente. Por tales causas, las películas SiN son utilizadas como recubrimiento protector en circuitos integrados, transistores y triodos [4 a 7].

El SiN es un buen aislante térmico, lo que evita cambios químicos o eléctricos en los materiales que recubre, además es duro, con lo que evita el deterioro mecánico. Por otro lado, gracias a que refleja los rayos infrarrojos, puede utilizarse en la tecnología de enfriamiento radiativo, que se refiere precisamente a proteger un material para evitar su calentamiento por radiación solar [8].

Sus características especiales contribuyen como ya se ha dicho, a su uso para diversas tecnologías, de las cuales, quizás la más importante es su uso en celdas solares [9] por las múltiples ventajas que genera en estas. Por este hecho, haremos una descripción más detallada acerca de estos dispositivos y su relación con las películas SiN.

### **I.3.1 Uso de películas delgadas de nitruro de silicio en celdas fotovoltaicas.**

Quizás uno de los usos más importantes de las películas SiN es en celdas fotovoltaicas (celdas solares) como película de protección, pasivación y ventana anti-reflexión.

Las celdas fotovoltaicas o celdas solares están constituidas por materiales usados en semiconductores, tales como el silicio, los cuales se utilizan en la microelectrónica.

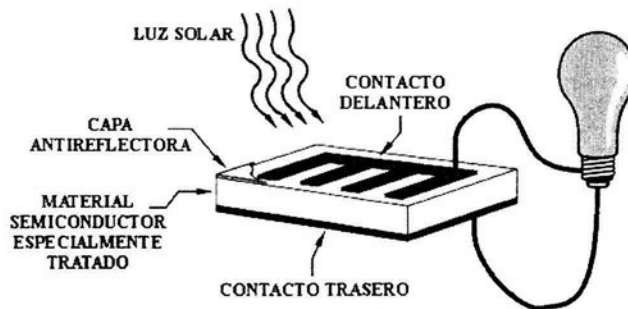


Figura 1.1 Diagrama esquemático de una celda fotovoltaica.

Para la construcción de celdas solares, una rejilla delgada de silicio es especialmente tratada para formar un campo eléctrico, positivo en un lado y negativo en el otro. Cuando la energía luminosa llega hasta la celda solar, los electrones son golpeados y sacados de los átomos del material semiconductor. Si ponemos conductores eléctricos tanto del lado positivo como del negativo de la rejilla, formando un circuito eléctrico, los electrones pueden ser capturados en forma de una corriente eléctrica, es decir, en electricidad. La electricidad puede entonces ser usada para suministrar potencia a una carga, por ejemplo para encender una luz o energizar una herramienta [10].

Una capa antirreflejante es colocada por encima y por debajo del arreglo para aprovechar al máximo la energía solar, a manera de ventana. Dicha capa puede constituirse de compuestos como  $\text{SiO}_2$  ó  $\text{SiN}$  por las características que estos materiales presentan de antirreflexión, y la capacidad de pasivación que le brinda a la celda; dicho de otra manera, estos materiales tienen la característica de alentar el proceso de alteraciones químicas y eléctricas en el material que compone la celda, gracias a su estructura interna. Con el paso del tiempo, otros materiales han sido probados para observar si crece la eficiencia en la celda.

Uno de los materiales que se ha encargado de sustituir en gran medida al  $\text{SiO}_2$  es el  $\text{SiN}$ , que eventualmente tienen las mismas características que el primero, sin embargo, ofrece una mejor antirreflexión y acrecenta en mayor escala la pasivación del material semiconductor de la celda. El  $\text{SiN}$  se

obtiene con métodos equivalentes a los de obtención del  $\text{SiO}_2$  por lo que su sustitución no resulta, a lo sumo, complicada.

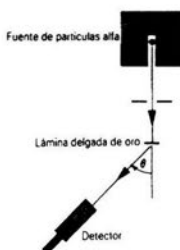
Un arreglo de varias celdas solares conectadas eléctricamente unas con otras y montadas en una estructura de apoyo o un marco, se llama módulo fotovoltaico. Los módulos están diseñados para proveer un cierto nivel de potencia, dependiendo del arreglo que se quiera energizar.

#### I.4 ANTECEDENTES DE ACELERADORES DE PARTÍCULAS.

Como ya se mencionó, el objetivo principal de esta tesis es el uso de un acelerador de partículas para el análisis de las películas de nitruro de silicio sobre sustratos de silicio, por lo que en este Capítulo se describirán con algún detalle, los principios físicos del uso de estas técnicas.

Los antecedentes del desarrollo de aceleradores están relacionados directamente con el experimento que realizaron en el año de 1911, Marsden y Geiger [11,12], alumnos de Rutherford, el cual se ilustra esquemáticamente en la fig. 1.2. La interpretación de dicho experimento dio origen al descubrimiento del núcleo atómico.

El experimento consistió en hacer pasar partículas alfa a través de un colimador para después colisionar con una laminilla de oro; si las partículas alfa lograban atravesar la laminilla, estas serían detectadas con un dispositivo especial diseñado por los experimentadores.



**Figura 1.2** Diagrama esquemático del experimento de Marsden y Geiger que dio origen al descubrimiento del núcleo atómico. Este mismo esquema se puede usar para representar un experimento típico con un acelerador de partículas, cuando se bombardea “un blanco es delgado”.

La fuente de partículas usada por Marsden y Geiger en este experimento fue un material radioactivo (radio) con una actividad de emisión de partículas alfa de  $3.6 \times 10^{10}$  partículas/ segundo. De la interpretación de los resultados de las colisiones de las partículas alfa con los átomos de oro se dedujo la existencia del núcleo en los átomos, con carga positiva, y mas de 99% de la masa total de los átomos, ocupando un pequeño volumen del átomo, por lo que la densidad de los núcleos es muy alta (densidad  $\approx 10^9$  toneladas /cm<sup>3</sup>.)

Los físicos de esa época tenían dificultades para realizar experimentos similares debido a que las fuentes radiactivas eran escasas y de muy baja intensidad. Otra dificultad del uso de estas fuentes, era que la energía de las partículas alfa no se podía variar, ni tampoco se podían seleccionar otro tipo de iones (protones, deuterones, etc.)

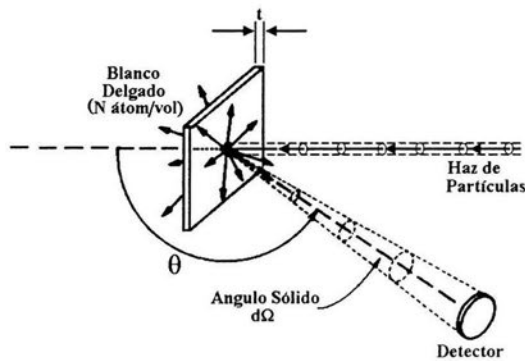
Los científicos de la década de 1910 se dieron a la tarea de desarrollar y construir aceleradores de partículas [13], para investigar las propiedades de los recientemente descubiertos núcleos atómicos..

*Un acelerador de partículas, se puede definir como un instrumento que genera un haz monoenergético de iones (protones, deuterones, alfas, oxígeno, oro, etc), en el cual, el usuario puede seleccionar el tipo de ión, su energía (cinética), su flujo ( intensidad de haz) etc. Para los físicos nucleares los aceleradores de partículas se convirtieron en la herramienta básica, tal como sería un telescopio para el astrónomo o un microscopio para el biólogo.*

Para la construcción del primer acelerador de partículas pasaron cerca de 20 años respecto al momento en que nació la motivación por construir estos aparatos. El primer acelerador de partículas fue desarrollado y construido por los físicos ingleses Cockroft y Walton en el año de 1931. Con este primer acelerador se produjo un haz de protones de 380 keV el cual fue usado para bombardear átomos del isótopo de <sup>7</sup>Li, lo cual dio origen a la producción de 2 núcleos de <sup>4</sup>He con energía total de cerca de 16 MeV. Este evento fue la primera reacción nuclear manipulada totalmente por el hombre [14], por lo que estos científicos recibieron el premio Nóbel de Física.

## I.5 EXPERIMENTOS BÁSICOS CON ACELERADORES.

En la Fig. 1.3 se muestra esquemáticamente el arreglo experimental que se realiza para aprovechar un acelerador de partículas. Este arreglo es similar al utilizado por Geiger y Marsden en el experimento realizado para descubrir el núcleo atómico. Haciendo referencia a esta figura, una “película delgada” (blanco) de espesor  $t$  (cm) y densidad atómica  $N$  (átomos/cm<sup>3</sup>), es irradiada con un número  $C$  de partículas provenientes de un haz que incide perpendicularmente al blanco. En esta figura se puede observar que un detector es colocado a un ángulo  $\theta$ , con ángulo sólido  $\Delta\Omega$ . Con dicho detector se mide el número  $H$  de partículas producidas por el bombardeo y además la energía (cinética) de estas [15].



**Figura 1.3** Diagrama de un experimento típico con un acelerador, cuando el blanco es delgado, este diagrama se usa también para definir el concepto de sección transversal. El mismo arreglo es también aplicable para un blanco “grosso”.

La ecuación básica utilizada para experimentos con aceleradores que relacionan los parámetros anteriores, es la siguiente:

$$H = C \cdot \Delta\Omega \frac{d\sigma}{d\Omega}(E, \theta, \phi, z, m, Z, M) N \cdot t \quad (I-1)$$

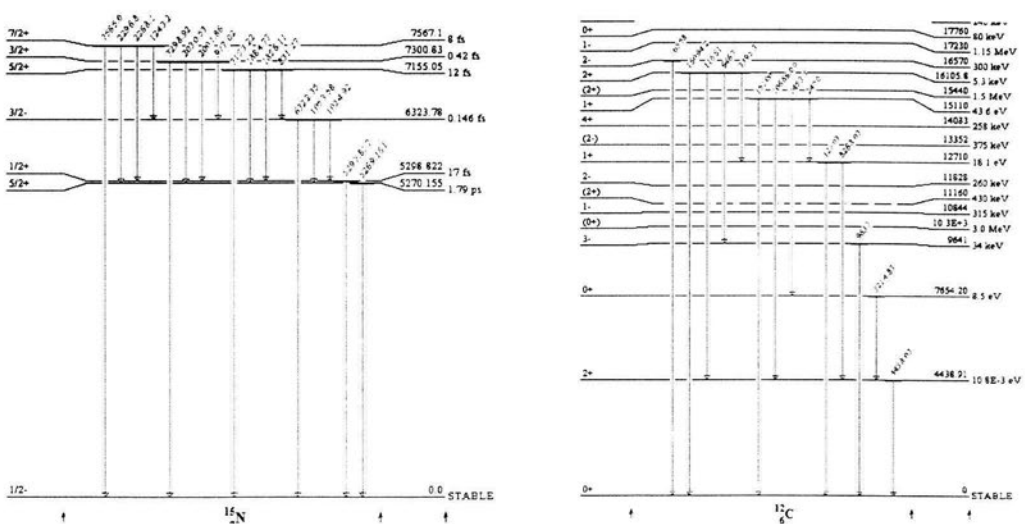
La ecuación I-1 también se llega a usar para definir el concepto de sección transversal “ $\frac{d\sigma}{d\Omega}$ ”. Esta cantidad se puede medir experimentalmente si  $t$  y  $N$  son conocidas, ya que las otras cantidades tales como  $H$ ,  $C$  y  $\Omega$  son parámetros que se pueden obtener experimentalmente.

Uno de los parámetros que ha interesado a los físicos nucleares, es la medida de secciones nucleares, actividad a la que muchos científicos se dedicaron por varias décadas, sobre todo, en el inicio de la física nuclear experimental en la década de 1930. Las unidades de  $\frac{d\sigma}{d\Omega}$  son  $\text{cm}^2$ , y en el caso de

colisiones con núcleos atómicos, esta magnitud está relacionada con el área de estos. Las áreas de los núcleos atómicos son muy pequeñas, por lo que se usa una unidad apropiada denominada "el barn" la cual se abrevia con la letra "b". Un barn es igual a  $10^{-24} \text{ cm}^2$ .

La  $\frac{d\sigma}{d\Omega}$  como se indica en la ecuación anterior, depende de la energía  $E$ , la carga  $z$  y la masa  $m$  de los proyectiles, la carga  $Z$  y masa  $M$  de los núcleos blancos y los ángulos  $\theta$  y  $\phi$ . A la cantidad  $\frac{d\sigma}{d\Omega}$  se le denomina de acuerdo al fenómeno que se produce por el bombardeo de los átomos del "blanco", lo cual discutimos en la siguiente sección.

Otros experimentos básicos de física nuclear son el estudio de reacciones nucleares, con los cuales se miden experimentalmente los niveles de energía de los núcleos y otros parámetros que caracterizan a estos, tales como el momento angular total, la paridad, etc. Estos datos nucleares se compilan en Tablas de datos Nucleares. En la figura 1.4 se ilustra un ejemplo de los niveles de energía del  $^{15}\text{N}$  y del  $^{12}\text{C}$ . Estos niveles de energía se determinaron por las reacciones nucleares:  $^{14}\text{N}(d,p)^{15}\text{N}$  y  $^{14}\text{N}(d,\alpha)^{12}\text{C}$ , producidas por el bombardeo de núcleos de  $^{14}\text{N}$  con un haz de deuterio.



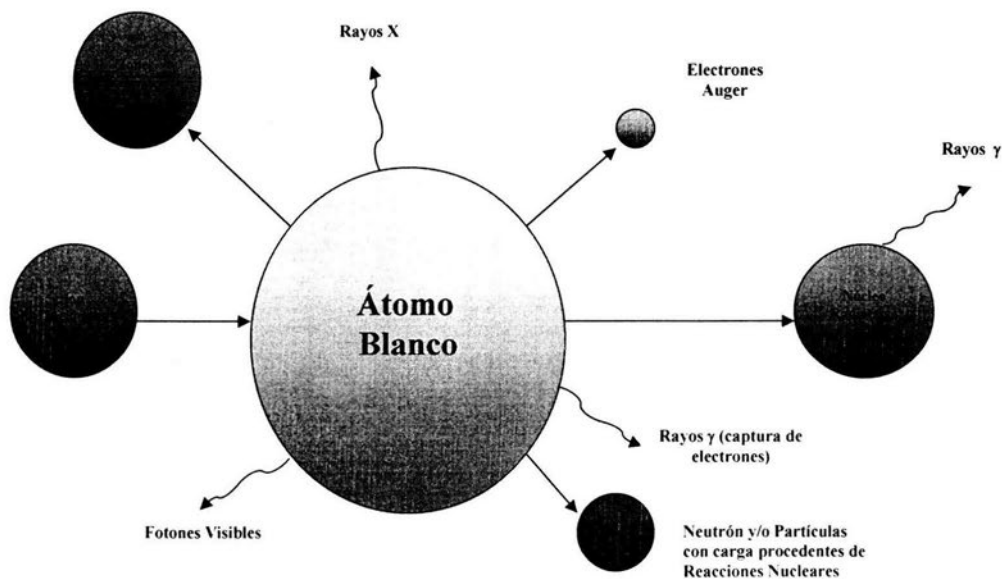
**Figura 1.4** Tablas Nucleares para los núcleos de  $^{15}\text{N}$  y  $^{12}\text{C}$  respectivamente, en los cuales se indican los niveles de energía (energías de excitación) de estos núcleos y otros números cuánticos que caracterizan estos niveles [16].



## I.6 SECCIONES TRANSVERSALES EN COLISIONES DE DOS CUERPOS.

Cuando se bombardea un material utilizando un haz de iones con energía del orden de algunos MeV/uam, pueden ocurrir diferentes fenómenos, algunos de los cuales se resumen en la figura 1.5. Debido a la gran abundancia de los electrones en cualquier material, la ionización y la excitación atómica y molecular son los fenómenos más frecuentes que se producen por el bombardeo. La ionización del material posteriormente da lugar a la desexcitación con emisión de radiación: (fotones, electrones, Auger, rayos delta, etc.)

Esporádicamente, los iones incidentes interactúan con los núcleos de los materiales, pero con menor probabilidad que con los electrones. Cuando esto sucede, existe la posibilidad de un choque elástico del ión incidente con un núcleo del blanco ó también pueden originarse reacciones nucleares. Debido a que en esta tesis se usaran reacciones nucleares para el análisis de las muestras, estos conceptos se discutirán con algún detalle posteriormente.



**Figura 1.5** Diagrama esquemático que muestra cómo se sintetizan los fenómenos que pueden ocurrir cuando un ión energético interactúa con un átomo.

El parámetro que cuantifica la probabilidad de que tipo de colisión ocurre entre el proyectil y el núcleo blanco es la sección transversal " $\frac{d\sigma}{d\Omega}$ ", la cual es parte de la ecuación I-1. Algunos de los fenómenos más importantes ocurridos durante el bombardeo son:

**1. Dispersión elástica de los iones por los núcleos de los átomos de la muestra.** Las siglas en inglés son: BS, RBS y EFA, (Backscattering, Rutherford Backscattering y Elastic Forward Analysis, respectivamente.) En los dos primeros casos, las partículas producidas por el bombardeo son medidas a ángulos grandes respecto a la dirección de incidencia; en el último caso, los iones dispersados son medidos a ángulos pequeños. En el caso de RBS, la sección de colisión se describe por la llamada sección transversal de Rutherford y, debido a su importancia en esta tesis, será descrita con algún detalle más adelante. La aplicabilidad de la " $\frac{d\sigma}{d\Omega}$ " RBS ocurre por ejemplo para partículas  $\alpha$  con energías de 2 MeV incidentes en núcleos con  $Z \geq 6$ . Cuando se bombardea con protones o deuterones sobre núcleos con  $Z \leq 20$  la sección de colisión elástica no necesariamente es descrita por RBS.

**2.- Reacciones Nucleares (RN).** Estas ocurren principalmente si los iones son deuterones ó isótopos de Helio (masas 3 y 4). Algunos ejemplos de RN [17] son:  $^{12}\text{C}(\text{d,p})^{13}\text{C}$ ,  $^{16}\text{O}(\text{d,p})^{17}\text{O}$ ,  $^{16}\text{O}(\text{He,p})^{18}\text{F}$ ,  $^{14}\text{N}(\text{d,p})^{15}\text{N}$ ,  $^{14}\text{N}(\text{d}, \alpha_1)^{12}\text{C}$ , etc.

Algunas " $\frac{d\sigma}{d\Omega}$ " de reacciones nucleares son utilizadas en esta tesis. En general las secciones nucleares son difíciles de calcular teóricamente debido a que aun se desconocen con exactitud las fuerzas nucleares. En general, la " $\frac{d\sigma}{d\Omega}$ " no se puede describir por una ecuación analítica. Las " $\frac{d\sigma}{d\Omega}$ " medidas experimentalmente suelen presentarse en forma de gráficas. Un ejemplo de " $\frac{d\sigma}{d\Omega}$ " para las RN de  $^{14}\text{N}(\text{d},\alpha)^{12}\text{C}$  y  $^{14}\text{N}(\text{d}, \alpha_1)^{12}\text{C}$  se muestra en la Fig. 1.6.

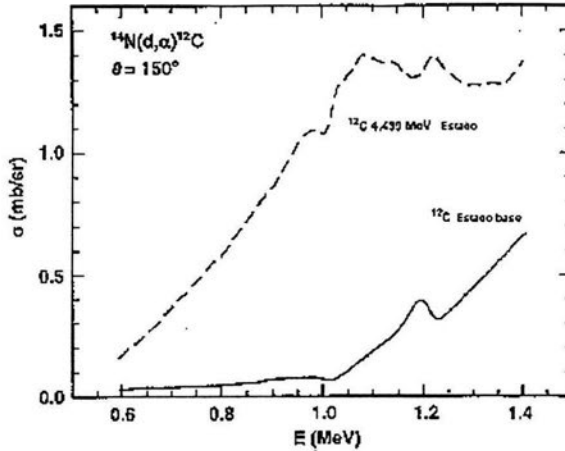


Fig 1.6 La reacción nuclear  $^{14}\text{N}(d,\alpha)^{12}\text{C}$  medida a un ángulo de  $150^\circ$  desde 0.6 a 1.4 MeV ( $\alpha_0$  y  $\alpha_1$ ).

Otras TAON conocidas son: Reacciones Nucleares Resonantes (RNR), Detección de Núcleos de Retroceso (ERDA), Fluorescencia de Rayos X Inducidos por Partículas Cargadas. (PIXE), Espectroscopia de Masas (AMS), etc., las cuales no se discutirán en este trabajo.

## I.7 USO DE ACELERADORES PARA EL ANÁLISIS DE MATERIALES.

Como ya se mencionó, los aceleradores se usaron inicialmente, principalmente los llamados ahora como de energía baja ( $\leq 100$  MeV), para medir secciones de reacciones nucleares y también para generar las Tablas Nucleares, las cuales resumen las energías de excitación de los núcleos y otros números cuánticos asociados a los niveles de energías. Esta actividad se realizó desde que fueron desarrollados los primeros aceleradores, hasta la década de los 70's. Muchos de estos aceleradores se convirtieron en infraestructura obsoleta debido a que la mayoría de los datos nucleares por medir se concluyeron, por lo que estos laboratorios con aceleradores fueron cerrados.

Por esa época se dio inicio a nuevos usos de aceleradores de bajas energías, siendo los principales: la modificación de materiales por implantación de iones, irradiación de materiales con haces de electrones para producir cambios químicos, esterilización de materiales de uso quirúrgico, análisis de materiales

utilizados para aplicaciones industriales mediante la irradiación de estos con haces energéticos, análisis de materiales por el bombardeo con iones, etc.

Del nuevo uso de los aceleradores, el que interesa en esta tesis, es el de análisis de materiales por el bombardeo con iones. Estas técnicas se denominan en el idioma inglés: “Ion Beam Análisis” y tiene las siglas “IBA”. En español denominamos a estas técnicas como: Técnicas de Análisis de Materiales de Origen Nuclear y las denotaremos desde este punto con las siglas “TAON”.

El arreglo experimental para el uso de las TAON es el mismo que se muestra en la Fig. 1.3, sin embargo, para esta aplicación se supone que la  $\frac{d\sigma}{d\Omega}$  es conocida (ya sea que se usen valores experimentales, una ecuación semiempírica ó alguna ecuación teórica.)

Para una película delgada constituida de un solo elemento atómico y con densidad atómica superficial  $N \cdot t$  (átomos/cm<sup>2</sup>), la ecuación (I-1) se puede reescribir como:

$$N \cdot t = \frac{H}{C \Delta\Omega \frac{d\sigma}{d\Omega}(E_i, \theta, \phi)} \quad (I-2)$$

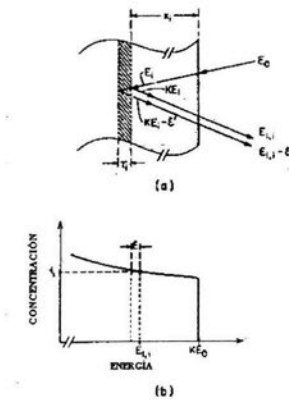
Donde  $H$ ,  $C$  y  $\Delta\Omega$  son parámetros que se obtienen del experimento. El uso de éste método para obtener  $Nt$  dependerá de la exactitud con que la sección  $\frac{d\sigma}{d\Omega}$  sea conocida. El espesor  $t$  de una película se puede obtener usando TAON, sólo si la densidad del material es conocida, por lo que estas TAON sólo pueden determinar la densidad de área atómica  $Nt$ .

Como se mencionó anteriormente, para el análisis de materiales usando reacciones nucleares, debido a la dificultad de conocer teóricamente el valor de  $\frac{d\sigma}{d\Omega}$ , se recurre al uso de valores experimentales, los cuales se han recopilado en manuales referentes al uso de TAON [18].

Un diagrama esquemático para indicar el bombardeo de un blanco grueso constituido por  $j$  elementos, se muestra en la figura. 1.7, y una ecuación similar a la ec. I-2, puede escribirse en la siguiente forma:

$$N \cdot t = \frac{H(E_1)}{C \Delta\Omega \frac{d\sigma}{d\Omega}(E, \theta, \phi)} \quad (I-3)$$

Ahora la sección transversal es función de una variable continua  $E$ , la energía de la partícula inmediatamente antes de ser dispersada en una profundidad  $x$  dentro del blanco. Similarmente,  $H$  es una función de la variable continua  $E_1$ , la energía de una partícula detectada, y  $t$  es el espesor del blanco grueso (a alguna profundidad  $x$ ), que produce partículas detectadas en el intervalo de energía  $\xi$ , el ancho de energía en el analizador multicanal del acelerador.



**Figura.1.7** Esquema y nomenclatura para (a) el proceso de retrodispersión a una profundidad  $x$ , dentro de una muestra monoisotrópica en el lenguaje de las funciones discretas, y (b) el espectro resultante.

Por la importancia de estas ecuaciones para esta tesis, se discutirán con mayor detalle posteriormente.

## I.8 ALGUNAS PROPIEDADES DE LAS TÉCNICAS ANALÍTICAS DE ORIGEN NUCLEAR (TAON).

En la literatura se reconoce que las TAON son muy versátiles y que pueden resolver problemas de análisis de materiales, para los cuales otras técnicas de análisis, no son utilizables. El éxito de estas técnicas en industrias de tecnologías altas en procesos de producción de materiales, es notable. Un ejemplo notable puede observarse en la industria de los semiconductores. Estas técnicas se usan rutinariamente para evaluar parámetros de procesos de producción de películas generadas por métodos

asistidos por plasmas. En revistas científicas especializadas en el uso de TAON, principalmente la revista "Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B" [19] se publican investigaciones muy interesantes acerca del uso de estas técnicas.

Algunas de las propiedades de las TAON se mencionan a continuación:

- 1) Son técnicas de análisis no destructivas, ya que las muestras son bombardeadas en áreas de cerca de  $1 \text{ mm}^2$ , por lo que estas se pueden utilizar posteriormente para realizar otras determinaciones de materiales.
- 2) Son técnicas multi-elementales, es decir, se pueden deducir simultáneamente las concentraciones de los elementos que constituyen la muestra irradiada,
- 3) Son sensibles a la medición de los "perfiles" de concentraciones de los elementos dentro de la muestra. Se denomina "perfil" a la determinación de la concentración de elementos en la muestra en función de la profundidad de la muestra, la cual es medida con respecto a la superficie de esta.
- 4) Son técnicas cuantitativas absolutas, tanto para determinar las concentraciones de los elementos así como para la obtención de los perfiles de estos. Por lo anterior, no se requiere el uso de materiales estándares para calibración.
- 5) El tiempo de bombardeo de una muestra generalmente es tan solo de unos minutos ( $\leq 10$  minutos.)
- 6) Existen programas de cómputo para analizar los datos de las muestras bombardeadas. Estos programas pueden ser instalados en computadoras personales.

Algunas de las desventajas del uso de las TAON son:

- 1) Se requiere de la instalación de un acelerador de partículas, instalaciones que se consideran de costo alto.

2) Estas técnicas no son sensibles a la composición química de los elementos en la muestra, ya que sólo se determinan porcentajes atómicos de las concentraciones. Así por ejemplo, en el caso de estudio de películas de óxido de hierro, la técnica no reconoce cuántas moléculas son de  $\text{FeO}$  ó  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ .

Con el objeto de ilustrar como se generan los datos que se obtienen después del uso de las TAON, en la figura 1.8 se muestra los datos producidos de una película de  $\text{Si}_x\text{N}_y$  sobre un sustrato de silicio, la cual fue bombardeada con un haz de deuterio de energía de 820 keV. Los resultados del bombardeo dieron origen a lo que se llama un espectro de energía de las partículas producidas por el bombardeo. El espectro de energía se midió con un detector de barrera superficial que se colocó a un ángulo  $\theta = 165^\circ$ . El detector usa electrónica estándar de pulsos de voltaje, un analizador de altura de pulsos y una computadora personal para mostrar la distribución de altura de pulsos. Los detalles de cómo se generan estos espectros y cómo se analizan para obtener la información de las películas estudiadas, se presentan posteriormente.

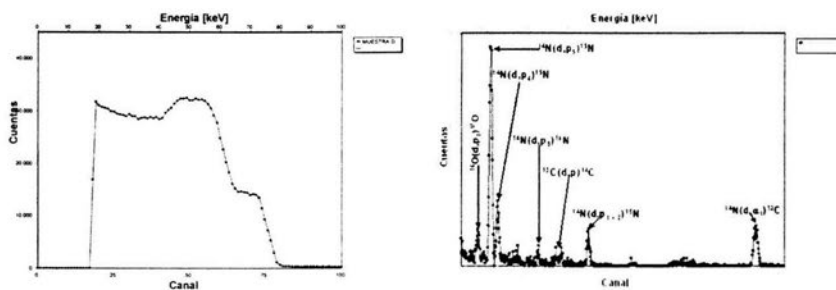


Figura 1.8 Espectro con deuterio parte RBS (izquierda) y parte de RN (derecha.)

## 1.9 PRINCIPIOS FÍSICOS DEL USO DE LAS TAON.

Los principios involucrados para el análisis de los espectros de energías de partículas generados por el bombardeo de una muestra (como el mostrado en el ejemplo de la fig. 1.8), para deducir las concentraciones atómicas de los elementos de la muestra y en el caso de películas delgadas, el espesor de estas, se basa en el cálculo de la ecuación I-1. Como ya se mencionó, esta ecuación es básica en el uso de aceleradores de partículas, y se utiliza tanto en física nuclear para la determinación de la sección transversal, como en la aplicación de aceleradores para el análisis de materiales.

Los factores que intervienen en esta relación y los fenómenos físicos que involucra, son:

1) La sección transversal  $\frac{d\sigma}{d\Omega}(E,\theta,\phi,Z_1,Z_2)$ . Como ya se mencionó, este parámetro es proporcional a la probabilidad para describir el tipo de colisión entre las partículas del haz y los núcleos del blanco (colisiones elásticas, inelásticas o reacciones nucleares.)

Un caso de gran importancia del uso de las TAON, es cuando ocurren colisiones elásticas y estas son descritas por la ecuación de Rutherford. Cuando esta técnica es aplicable, se le conoce en la literatura como: RBS, de las siglas en el idioma inglés de "Rutherford backscattering". Debido a la importancia de la técnica RBS, ésta será discutida por separado en la siguiente sección.

2) Cinemática de reacciones nucleares. Con esta teoría se deduce la llamada ecuación  $Q$ , con la cual se pueden calcular las energías de las partículas que se producen por las colisiones obtenidas en el bombardeo realizado con el haz, sobre los núcleos del blanco.

En el caso de colisiones elásticas se usa "El Factor Cinemático" y se puede demostrar que este se puede deducir de la ecuación  $Q$ .

3) Potencia de frenamiento ó sección atómica de frenado. Este fenómeno se estudia en la especialidad de la física que estudia la interacción de la radiación ionizante con materia. Este fenómeno se debe principalmente a la interacción de los iones incidentes con los electrones de las muestras bombardeadas.

*La potencia de frenamiento, es el fenómeno responsable de que en algunas de las TAON se pueda deducir el perfil de la concentración de los átomos en una muestra.*

4) Esparcimiento de la pérdida de energía ("straggling", en el idioma inglés.) Este fenómeno también es parte de la física que se estudia en la interacción de radiación ionizante con materia. Debido a este fenómeno se limita el uso de las TAON para obtener el perfil de concentraciones atómicas a profundidades de sólo algunos  $\mu\text{m}$ .

Estos 4 fenómenos físicos serán discutidos con algún detalle en esta tesis. El cálculo de todos estos parámetros en la ecuación I-1 para el análisis de un espectro es tedioso y difícil de calcular.



Afortunadamente se han desarrollado programas de computo que pueden comprarse y se puede instalar en computadoras personales (PC), los cuales se mencionarán posteriormente.

### I.9.1 La sección transversal $\frac{d\sigma}{d\Omega}(\mathbf{E},\theta,\phi,Z_1,Z_2)$ de Rutherford.

Ya se ha mencionado en puntos anteriores acerca del parámetro  $\frac{d\sigma}{d\Omega}$ , conocido como sección transversal diferencial, la cual es proporcional a la probabilidad relacionada con qué tipo de colisión ocurre entre proyectil y núcleos de la muestra. En el caso de reacciones nucleares las  $\frac{d\sigma}{d\Omega}$  por lo general, no se pueden calcular de principios básicos y escribirse como ecuaciones analíticas, debido a que las fuerzas nucleares aun no son bien entendidas. En la fig. 1.6 se mostró un ejemplo de una  $\frac{d\sigma}{d\Omega}$  de reacción nuclear de interés en esta tesis. En el uso de las TAON para la caracterización de materiales cuando ocurren reacciones nucleares, se usan las  $\frac{d\sigma}{d\Omega}$  experimentales. Muchas de estas, se han recopilado, y están disponibles para los usuarios en Internet en la base de datos de la dirección: [www.sigmadbase.com](http://www.sigmadbase.com).

Como ya se mencionó, la técnica RBS es la TAON mas usada para el análisis de materiales. Esta técnica es aplicable en el caso de *colisiones elásticas* entre el ión incidente y los núcleos constituyentes de la muestra. La hipótesis que Rutherford [15] usó para deducir su ecuación, supone que tanto el proyectil como el núcleo del blanco son esferas rígidas con carga eléctrica positiva distribuida uniformemente. El proyectil tiene carga  $Z_1e$ , radio  $R_1$ , masa  $M_1$  y el núcleo blanco tiene carga  $Z_2e$ , radio  $R_2$  y masa  $M_2$ . La hipótesis supone que la energía cinética  $E_0$  del proyectil es lo suficientemente baja, de forma tal que la única fuerza que actúa entre el proyectil y el núcleo blanco, se describe por la fuerza repulsiva Coulombiana:

$$\vec{F}_{12} = \left( \frac{Z_1 \cdot Z_2 \cdot e^2}{r^2} \right) \hat{r} \quad (I-4)$$

siendo  $r$  la distancia entre las dos partículas y  $\hat{r}$  un vector unitario que define la dirección de la fuerza.

Con estas consideraciones, Rutherford dedujo la siguiente expresión analítica para la sección transversal diferencial

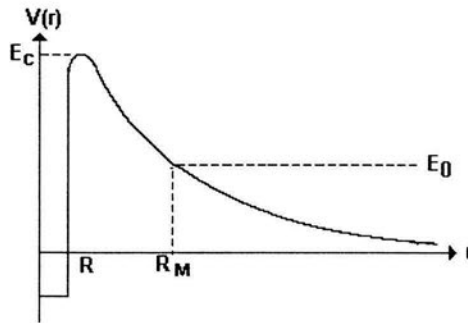
$$\frac{d\sigma}{d\Omega} = \left[ \frac{Z_1 Z_2 e^2}{2 E_0 \sin^2 \theta} \right]^2 \frac{\left\{ \cos \theta + \left[ 1 - \left( \frac{M_1}{M_2} \sin \theta \right)^2 \right]^{1/2} \right\}^2}{\left[ 1 - \left( \frac{M_1}{M_2} \sin \theta \right)^2 \right]^{1/2}} \quad (I-5)$$

:

La ecuación I-5 es conocida como la Sección de Rutherford, y es utilizada en la TAON conocida como RBS.

### I.9.1.1 Energía de la barrera Coulombiana.

Las hipótesis que uso Rutherford para deducir su ecuación, se pueden discutir en forma más simple haciendo referencia a la figura 1.9.



**Fig. 1.9** Gráfica entre el potencial Coulombiano repulsivo y el potencial nuclear atractivo (representado por el pozo de potencial) de una interacción entre el núcleo y la partícula incidente en función de la distancia.  $E_0$ , la energía incidente del proyectil y  $E_c$ , la energía potencial que se define como “la energía de la barrera Coulombiana”.

En la figura 1.9 se representa la conservación de la energía del sistema proyectil-núcleo blanco.  $E_0$  representa la energía total del sistema, y es igual a la energía cinética del ión incidente cuando  $r = \infty$ . Para energías no relativistas,  $E_0 = \frac{1}{2} M_1 v^2$ , donde  $v$  es la velocidad del proyectil.  $V(r) = \frac{Z_1 Z_2 e^2}{r^2}$  es la energía potencial Coulombiana del sistema. En la fig. 1.9, el pozo de potencial es un modelo para representar el carácter atractivo de las fuerzas nucleares las cuales son experimentadas por el proyectil, si  $r \leq R_2$ .

La ley de conservación de energía para este sistema se puede escribir como:

$$E_0 = V(r) + \frac{1}{2} M_1 v_1(r) = \frac{Z_1 Z_2 e^2}{r^2} + \frac{1}{2} M_1 v_1(r)^2 \quad (I-6)$$

Cuando el proyectil se acerca al núcleo, su velocidad  $v$  disminuye gradualmente y para  $r = R_M$  la velocidad es cero, y la energía del sistema es sólo la energía potencial.  $R_M$  es la distancia mínima a la cual el proyectil se acerca al núcleo. Para  $r < R_M$  la energía cinética del proyectil de acuerdo con la ecuación I-7 sería negativa, lo cual no es posible físicamente, ya que la energía cinética siempre es una cantidad positiva.

Si se aumenta la energía de bombardeo, el valor de  $R_M$  disminuye, por lo que el proyectil se acerca más al núcleo. Existe un valor de  $E_0$  para el cual  $R_M = R_2$ , es decir, en este punto el proyectil y el blanco se tocan y el proyectil puede empezar a sentir la fuerza atractiva nuclear.

La energía potencial coulombiana de dos esferas cargadas en contacto  $E_c$ , esta dado por:

$$E_c = V(R_1 + R_2) = \frac{Z_1 Z_2 e^2}{R_1 + R_2} \quad (I-7)$$

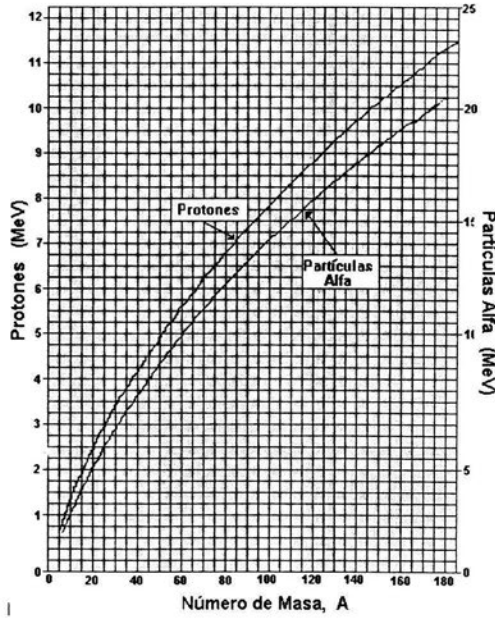
A la energía  $E_c$  se le denomina como energía de la barrera Coulombiana. Si  $E_0 < E_c$  la fuerza repulsiva coulombiana impedirá que el proyectil toque al blanco, logrando así que la hipótesis de la ecuación de Rutherford sea válida. Es importante señalar que pueden ocurrir reacciones nucleares cuando  $E_0 < E_c$  debido a un fenómeno que predice la mecánica cuántica conocido como el “efecto tunel” [20]. Si  $E_0 \geq E_c$ , el proyectil experimentará las fuerzas nucleares, con lo que pueden ocurrir reacciones nucleares, de tal manera que la ecuación I-5 no es válida.

La  $E_c$  puede calcularse en unidades de MeV usando la relación entre los radios de los núcleos  $R$  y el número de masa atómica  $A$ , que es la suma de  $Z$  protones y de  $N$  neutrones. Considerando esto,  $R$  estará dado por [17]:

$$R = r_0 \cdot A^{1/3} \quad (I-8)$$

con  $r_o = 1.2 \times 10^{-13}$  cm. Sustituyendo la ecuación anterior en la ecuación I-7 y usando el valor de  $e^2 = 14.4 \times 10^{-13}$  MeV-cm. Se puede calcular fácilmente el valor de  $E_c$  en unidades de MeV como

$$E_c = \frac{144(Z_1 Z_2)}{(A_1 + A_2)^{1/3}} \quad (I-9)$$



**Figura 1.10** Gráfica donde se muestra la altura de la Barrera Coulombiana para diferentes núcleos cuando son bombardeados con partículas  $\alpha$  y protones.

La fig. 1.10 muestra una gráfica de  $E_c$  para diferentes núcleos de la tabla periódica cuando se usan como proyectiles protones y partículas  $\alpha$ . Una conclusión importante aunque es obvia, es que  $E_c$  tiene el doble de su valor cuando se usan partículas  $\alpha$  con respecto a cuando se usan protones como proyectiles.

Por lo anterior, en la práctica es común usar como proyectiles partículas  $\alpha$  con energías  $E_0 \leq 2.0$  MeV y usar el detector para ángulos  $\theta > 150^\circ$ . En éstas condiciones la ecuación I-5 es válida aún para el caso más desfavorable de núcleos ligeros tales como B, C, N, O, etc.

## I.9.2. Cinemática de Reacciones Nucleares.

La colisión de un ión “ $x$ ” con energía  $E_x$  y masa  $M_x$  con un núcleo “ $X$ ” de masa  $M_X$ , puede producir, por efecto de la colisión, dos partículas “ $y$ ” e “ $Y$ ” con masas  $m_y$  y  $M_Y$ , que son diferentes a las partículas antes de la colisión. Las energías de las partículas después de la colisión son  $E_y$  y  $E_Y$ . Cuando esto sucede se dice que ocurre una reacción nuclear (RN.) con dos cuerpos en el estado final. Una forma convencional de denotar una RN es:

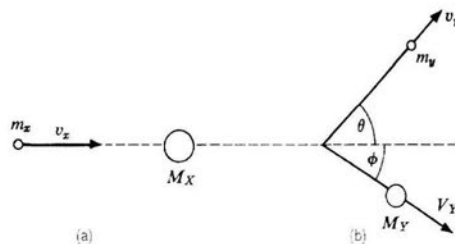


donde  $X$  se indica como el núcleo blanco,  $x$  como el proyectil,  $y$  es la partícula de masa más ligera e  $Y$  es la partícula de retroceso[17].

Algunos ejemplos de reacciones nucleares que son de interés en esta tesis, son:  $^{14}\text{N}(d,p_0)^{15}\text{N}$ ,  $^{14}\text{N}(d,p_1)^{15}\text{N}^*$ ,  $^{14}\text{N}(d,p_5)^{15}\text{N}^*$ ,  $^{14}\text{N}(d, \alpha_1)^{12}\text{C}^*$ ,  $^{16}\text{O}(d, p_1)^{17}\text{O}^*$ ,  $^{12}\text{C}(d,p_0)^{13}\text{C}$  etc. La producción de reacciones nucleares con uso de aceleradores, ha sido una de las actividades de investigación científica por medio de la cual se han determinado niveles de energía de los núcleos (energías de excitación), momentos angulares, paridad, isospin asociados a los niveles de energía [20].

Además se han medido las secciones de producción de las RN. En el ejemplo  $^{14}\text{N}(d,p_5)^{15}\text{N}^*$  se indica que la RN produjo el  $^{15}\text{N}$  excitado en el nivel “5”.

La figura 1.11 es un diagrama esquemático para representar una RN.



**Figura 1.11** Diagrama esquemático para ilustrar una reacción nuclear:  $X(x, y)Y$ . Las partículas antes de la colisión ( $x, X$ ) y después de la colisión ( $y, Y$ ) se indican en este esquema.

Un parámetro que caracteriza una reacción nuclear  $X(x,y)Y$ , es la  $Q$  de la RN, que también se usa para representar la ecuación de conservación de la energía de la colisión, y se escribe como:

$$Q = [(m_x + M_x) - (m_y + M_y)]c^2 = (E_y + E_x) - (E_x + E_x) \quad (I-10)$$

El valor  $Q$  puede ser positivo, negativo ó cero. Cuando  $Q > 0$  las RN se denominan exoenergéticas y si  $Q < 0$  se les denomina endoenergéticas, finalmente, cuando  $Q = 0$  se trata del caso en el que la dispersión es elástica, en el cual las partículas antes y después de la colisión son las mismas, por lo que tienen la misma masa.

*La cinemática de las RN es objeto de estudio en la física nuclear experimental. Dicho estudio consiste en calcular la energía (cinética)  $E_y$  de las partículas "y" cuando se proporcionan los siguientes parámetros: la energía del proyectil  $E_x$ , las masas de todas las partículas, la  $Q$  de la RN y el ángulo  $\theta$ , que es el ángulo en que se coloca el detector para medir la energía de la partícula "y".*

Las ecuaciones relacionadas con la cinemática se obtienen usando las leyes de conservación de energía y del momento lineal. A continuación se indica el álgebra para calcular  $E_y$ .

En la mayoría de los casos el núcleo blanco está inicialmente en reposo, y por tanto no tiene energía cinética. En tal caso, la ecuación de la conservación de energía, puede expresarse como

$$Q = [(m_x + M_x) - (m_y + M_y)]c^2 = (E_y + E_x) - E_x \quad (I-11)$$

Haciendo referencia a la fig. 1.11, la ley de conservación del "momento lineal":  $\mathbf{P}_x = \mathbf{P}_y + \mathbf{P}_Y$  como vectores, da origen a las siguientes dos ecuaciones escalares:

$$m_x v_x = m_y v_y \cos \theta + M_Y V_Y \cos \phi \quad (I-12a)$$

$$0 = m_y v_y \sin \theta - M_Y V_Y \sin \phi \quad (I-12b)$$

despejando el término semejante

$$M_y V_y \cos \phi = m_x v_x - m_y v_y \cos \theta \quad (\text{I-13a})$$

$$M_y V_y \text{sen} \phi = m_y v_y \text{sen} \theta \quad (\text{I-13b})$$

Si sumamos las ecuaciones I-13a y I-13b, y elevamos al cuadrado el resultado, tendremos

$$M_y^2 V_y^2 = m_x^2 v_x^2 + m_y^2 v_y^2 - 2m_x m_y v_x v_y \cos \theta \quad (\text{I-14})$$

Ahora, usando las relaciones para la energía cinética no-relativistas

$$E_x = \frac{1}{2} m_x v_x^2, \quad E_y = \frac{1}{2} m_y v_y^2 \quad \text{y} \quad E_Y = \frac{1}{2} M_y V_Y^2 \quad (\text{I-15})$$

en la ecuación I-14 y arreglando los términos obtendremos

$$E_Y = \frac{m_x}{M_Y} E_x + \frac{m_y}{M_Y} E_y - \frac{2}{M_Y} (m_x m_y E_x E_y)^{1/2} \cos \theta \quad (\text{I-16})$$

De la ec. I-11

$$Q = (E_y + E_Y) - E_x \quad (\text{I-11})$$

Sustituyendo el valor despejado para  $E_Y$  de la ec. I-16 en la ec. I-11

$$Q = E_y \left( 1 + \frac{m_y}{M_Y} \right) - \left( 1 - \frac{m_x}{M_Y} \right) E_x - \frac{2}{M_Y} (m_x m_y E_x E_y)^{1/2} \cos \theta \quad (\text{I-17})$$

Si rescribimos la ecuación I-17 podemos expresar la energía cinética de la partícula saliente de la siguiente forma:

$$(M_y + m_y) E_y - 2(m_x m_y E_x)^{1/2} \cos \theta \sqrt{E_y} - [E_x (M_y - m_x) + M_y Q] = 0 \quad (\text{I-18})$$

se trata de una ecuación cuadrática en  $\sqrt{E_y}$ . Resolviendo la ecuación obtenemos

$$\sqrt{E_y} = \frac{\sqrt{m_x m_y E_x} \cos \theta \pm \left\{ (m_x m_y E_x \cos^2 \theta) + (M_y + m_y) [E_x (M_y - m_x) + M_y Q] \right\}^{1/2}}{(M_y + m_y)} \quad (I-19)$$

visto de otra forma

$$\sqrt{E_y} = a \pm \sqrt{a^2 + b} \quad (I-20)$$

donde

$$a = \frac{\sqrt{m_x m_y E_x}}{M_y + m_y} \cos \theta \quad (I-21a)$$

y

$$b = \frac{E_x (M_y - m_x) + M_y Q}{(M_y + m_y)} \quad (I-21b)$$

En el caso de colisiones elásticas, la  $Q = 0$  debido a que  $m_x = m_y$  y  $M_x = M_y$ . Usando esta hipótesis y las ecuaciones I-20, I-21a y I-21b se puede establecer la siguiente relación:

$$\frac{E_y}{E_x} = K = \left( \frac{M_x \cos \theta + \sqrt{M_y^2 - M_x^2 \sin^2 \theta}}{M_x + M_y} \right)^2 \quad (I-22)$$

El factor  $K$  se denomina Factor cinemático, depende del ángulo  $\theta$  y de las masas del proyectil y del blanco. Puede observarse que  $K < 1$ , por lo que en un experimento de dispersión elástica a un ángulo fijo ( $\theta < 150^\circ$ ), la energía de las partículas dispersadas cambiará debido a que varía el factor  $K$  según la masa del núcleo dispersor. De la ecuación. (I-22) puede verse además, que el valor de  $K$  es cercano a la unidad cuando  $m_x \ll M_y$ , por lo que  $E_y \cong E_x$ ; y que el valor de  $K$  es  $\ll 1$  cuando  $M_x$  tiene valores cercanos a  $M_y$ , por lo que  $E_y$  disminuye al valor cero. Por esta característica muchas veces a la técnica de RBS se le denomina como espectrometría de masas por reflexión.



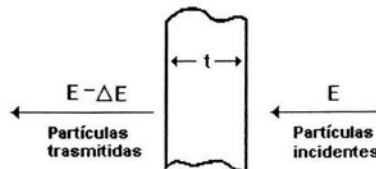
### I.9.3 Potencia de frenamiento.

La pérdida de energía por unidad de longitud  $\frac{dE}{dx}$  de los iones incidentes en un material, es descrita por una fuerza que puede compararse como una “fuerza de fricción” y es debida a la interacción de los iones incidentes con la nube de los electrones de la muestra. Niels Bohr [15] fue el primero en realizar una teoría para dar una explicación a este fenómeno, deduciendo la siguiente ecuación:

$$\frac{dE}{dx} = \frac{2\pi Z_1^2 e^4}{E} N Z_2 \ln \frac{E}{I} \quad (I-23)$$

donde  $E$  es la energía del ión incidente, con carga eléctrica  $Z_1 e$ , y masa  $M_1$ ,  $N$  es el número de átomos por unidad de volumen de la muestra con número atómico  $Z_2$ ,  $I$  es el promedio de la energía de ionización. Después de Bohr se pensaron teorías más sofisticadas, tal como la de Linhart [21], pero para muchos cálculos en las TAON, la aproximación de Bohr presenta resultados bastante aceptables.

La pérdida de energía  $\frac{dE}{dx}$  es el fenómeno responsable de que en el uso de las TAON se pueda obtener el perfil de las concentraciones de un elemento de una muestra. Para ilustrar este fenómeno, se hace referencia a la fig. 1.12 en la cual se supone que la muestra es una película delgada de espesor  $dx$  y es bombardeada con iones monoenergéticos de energía  $E_0$  (tales como:  $p$ ,  $d$ , ó  $\alpha$ , etc.). Debido a que los iones incidentes interaccionan con la nube de electrones, estos mantienen su viaje en línea recta, y sólo cuando chocan con los núcleos atómicos, lo cual ocurre esporádicamente, los iones son dispersados o absorbidos por los núcleos.



**Figura 1.12** Diagrama esquemático de un experimento para medir la pérdida de energía  $\Delta E$  de una partícula incidente con energía  $E$  que incide en una película de un material sólido de espesor  $dx$ .

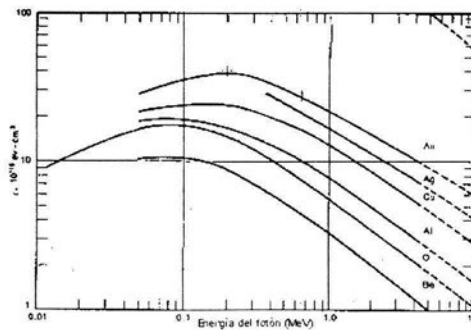
Existen muchas publicaciones de teorías sobre el cálculos de  $\frac{dE}{dx}$ , y en la comparación con valores experimentales se obtienen diferencias no mayores a un 10%. Los valores de  $\frac{dE}{dx}$  se presenta en la literatura [22] en forma de tablas y de gráficas. Algunas veces se presentan por medio de ecuaciones empíricas [23,24].

### I.9.3.1 Sección atómica de frenado y ley de Bragg.

Es común en la literatura científica en lugar de usar  $\frac{dE}{dx}$ , emplear la pérdida de energía por átomo  $\epsilon$ , definida por la siguiente ecuación:

$$\epsilon = \frac{1}{N} \frac{dE}{dx} \quad (\text{I-24})$$

Al parámetro  $\epsilon$  se le define como sección atómica de frenado, y se acostumbra expresarlo en unidades de  $10^{-15} \text{ eVcm}^2$ . Los valores de  $\epsilon$  para los materiales Au, Ag, Cu, Al, O y Be, cuando son bombardeados con protones de energías en el rango de 0.01 a 10 MeV, se presenta en forma grafica en la fig 1.13. Puede observarse en esta figura, la tendencia descrita por la ecuación I-23, mostrando que el valor de  $\epsilon$  se incrementa con el valor de  $Z_2$  y decrece con la energía  $E$ , pero solo en cierto rango de energías.



**Figura 1.13** Gráfica de la sección de pérdida de energía por átomo  $\epsilon$  en función de la energía de protones para diferentes átomos.

Cuando el material que forma el blanco está compuesto por más de un elemento, la sección eficaz de frenamiento es la suma de las secciones eficaces de cada uno de los elementos que lo forman. Por ejemplo, para un compuesto o molécula de dos elementos  $A_mB_n$ , siendo  $m$  y  $n$  las cantidades relativas de éstos, Bragg postuló que la sección de frenamiento [Bragg, 1905] se puede escribir como:

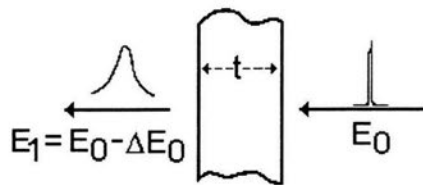
$$\varepsilon^{A_mB_n} = m\varepsilon^{A_m} + n\varepsilon^{B_n} \quad (I-25)$$

donde  $\varepsilon^{A_mB_n}$  es la sección eficaz de frenamiento en un material compuesto por  $m$  átomos de  $A$  y  $n$  átomos de  $B$ ,  $\varepsilon^{A_m}$  y  $\varepsilon^{B_n}$  son las secciones eficaces de  $A$  y  $B$  respectivamente.

La generalización es obvia para un compuesto o molécula compleja de  $n$  átomos. Al postulado anterior se le denomina Ley de Bragg y se ha comprobado su exactitud para la mayoría de aleaciones y compuestos.

#### I.9.4 Esparcimiento de la pérdida de energía (STRAGGLING.)

A las fluctuaciones en la pérdida de energía de iones energéticos cuando inciden en un material se le llama esparcimiento en la energía, conocido con el término "straggling" en el idioma inglés [Holloway,1938]. En la figura 1.14 se muestra un diagrama para describir este fenómeno.



**Figura 1.14** Diagrama esquemático para ilustrar el esparcimiento de energía. La dispersión de energía de los iones incidentes puede representarse por una  $\delta$  de Dirac.

Un blanco delgado de espesor  $dx$  con densidad atómica  $Ndx$  y número atómico  $Z_2$  es bombardeado con iones monoenergéticos de energía  $E_0$  y carga eléctrica  $Z_1e$ . Los iones incidentes se consideran monoenergéticos, por lo que la dispersión en energía puede representarse por una  $\delta$  de Dirac. El efecto del

blanco es una pérdida de energía  $\Delta E$ , por lo que la energía de los iones después de haber colisionado con el blanco es del blanco es:

$$E_1 = E_0 - \Delta E \quad (1-26)$$

Sin embargo, los iones emergentes del blanco ya no tendrán una energía única, sino que tienen una distribución de energías cuyo promedio es  $E_1$ . Esta dispersión en las energías se puede representar por una distribución gaussiana  $G(E)$  descrita por la siguiente función:

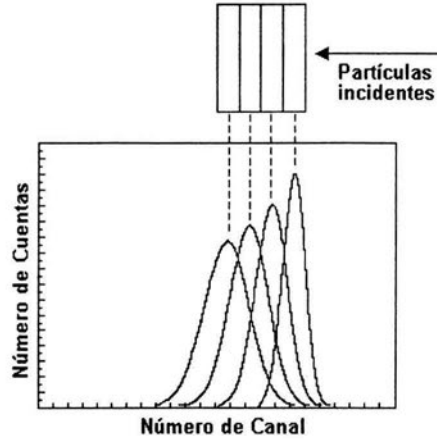
$$G(E) = \frac{1}{\Omega\sqrt{2\pi}} \exp\left[-\frac{1}{2}\left(\frac{E-E_1}{\Omega}\right)^2\right] \quad (1-27)$$

Donde  $\Omega$ , es la desviación estándar de la distribución con centro en la energía promedio  $E_1$ . El esparcimiento en energía, limita el análisis de materiales muy gruesos, debido a que empeora la resolución en energía [15].

Existen muchas teorías para explicar esta distribución en energías. Una de las teorías más simples es la teoría de Bohr, [Bohr,1915] quien dedujo la siguiente expresión para  $\Omega$

$$\Omega^2 = 4\pi (Z_1 \cdot e^2)^2 Z_2 N \cdot t \quad (1-28)$$

Esta teoría predice que la desviación estándar  $\Omega$  es proporcional a  $\sqrt{t}$ . En la fig. 1.15 se indica la distribución en el ensanchamiento de la energía del haz por las Gaussianas, siendo estas cada vez más anchas entre más penetra el haz de partículas incidentes.



**Figura 1.15** Representación esquemática del efecto de "straggling" en un blanco grueso. Se puede observar que a medida que el ión penetra en el material, las Gaussianas se hacen cada vez más anchas.

Existen otras teorías más moderna y sofisticada que la de Bohr, tal como la teoría de Lindhard y Scharff, [Lindhard,1961] pero en la práctica la teoría de Bohr es suficiente para el análisis de materiales usando TAON.

# Capítulo II

## Métodos Experimentales, Producción de Películas de SiN y el Acelerador de Partículas Van de Graaff.

### II.1 RESUMEN DE DIFERENTES MÉTODOS DE PRODUCCIÓN DE PELÍCULAS.

En relación con el gran auge que nace a partir de los múltiples usos tecnológicos de películas delgadas, los especialistas en materiales han desarrollado durante las últimas décadas diversos métodos de producción de las mismas. Algunos de estos métodos son: sol-gel, baños químicos, evaporación térmica, depósito químico de vapores, depósito químico de vapores asistido por plasma, etc. Este último método fue el empleado en la producción de las películas de nitruro de silicio y daremos una pequeña descripción del mismo.

El depósito químico de vapores, con siglas en inglés: CVD (Chemical Vapour Deposition), es un proceso cuyo uso da origen a un sólido estable en forma de “película delgada”. Este material resulta de reacciones químicas, generando núcleos creciendo sobre un “sustrato”, que se encuentra en el ambiente en donde ocurren las disociaciones químicas y reacciones químicas, las cuales suceden en la fase de vapor. En los procesos de CVD, se pueden utilizar una gran variedad de fuentes de energía para

la producción de películas delgadas, tales como: calor, plasmas, luz ultravioleta, luz láser, etc. Estas energías se usan para producir las reacciones químicas en gases, operando en un amplio rango de presiones y temperaturas. Este proceso es económicamente viable a nivel industrial, por ejemplo, se ha utilizado en la extracción de metales y piro-metalurgia.

Un gran avance en los procesos de CVD se logró cuando se empezaron a usar métodos asistidos por plasmas. A esta modalidad se le identifica con las siglas en el idioma inglés “PECVD” (Plasma Enhanced Chemical Vapour Deposition.) Esta fue la técnica utilizada para producir las películas de nitruro de silicio analizadas en esta tesis con TAON.

Debido al uso de plasmas para la producción de las películas de nitruro de silicio, se mencionarán brevemente algunos antecedentes sobre este tema.

## **II.2 ANTECEDENTES DE LOS PLASMAS.**

Aún cuando aparentemente los plasmas no son comunes en la Tierra, en el Universo, este estado de la materia representa más del 99 % de la materia presente en las estrellas. Un plasma es un gas que contiene especies móviles cargadas eléctricamente, incluyendo electrones, iones positivos, así como átomos y moléculas neutras.

Al plasma se le llega a considerar el cuarto estado de la materia, siendo los otros estados: sólido, líquido y gaseoso. William Crookes, en 1879, produjo descargas eléctricas en un gas y formó lo que ahora se conoce como plasma [25]. El nombre de plasma se debe a Langmuir, quien lo llamó así desde el año de 1923.

Un plasma se puede formar calentando un gas a temperaturas muy altas. También, por ejemplo, si el agua, después de ser evaporada, se pudiera seguir calentando llegará el momento en que las moléculas de vapor tendrían energías muy altas para ionizarse entre sí, y formar entonces, un plasma. Otra manera de producir plasmas en un gas, es aplicando campos eléctricos intensos, lo que produce descargas eléctricas. Para que un gas ionizado, pueda ser llamado propiamente plasma, debe satisfacer que las concentraciones de cargas positivas y negativas sean aproximadamente iguales.

Gracias al uso de plasma en el PECVD, existe una disminución considerable de la temperatura necesaria para que el proceso de depósito se realice.

### II.3 EL DEPÓSITO QUÍMICO DE VAPORES ASISTIDO POR PLASMAS (PECVD).

El PECVD es un proceso que ha sido desarrollado principalmente para obtener películas delgadas que puedan ser usadas en los campos de la microelectrónica, óptica, energía solar y otras aplicaciones, tales como recubrimientos que actúan como barreras térmicas [5].

En el PECVD el depósito de sólidos sobre un sustrato se lleva a cabo mediante la iniciación de reacciones químicas en la fase gaseosa por medio de una descarga eléctrica o plasma.

Un esquema de un reactor para depósitos de películas por la técnica PECVD [26] se muestra en la figura 2.1.

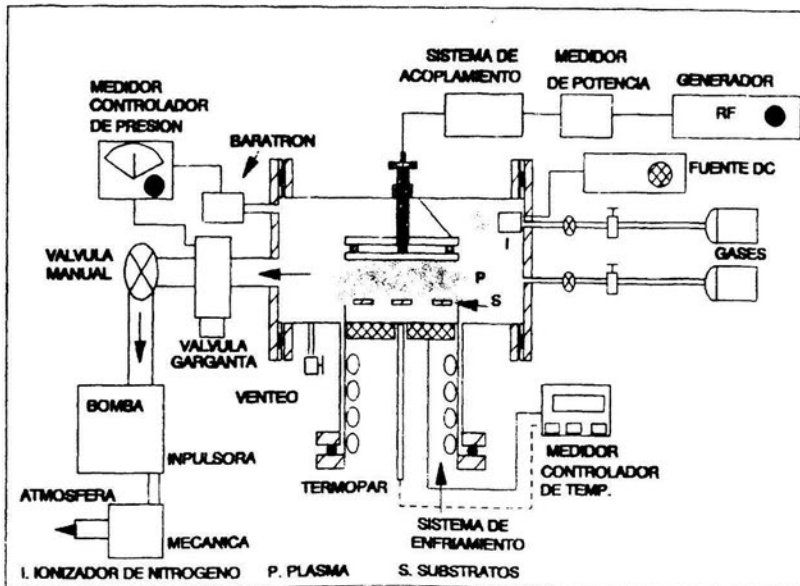


Figura 2.1 Diagrama esquemático de un reactor "PECVD" con el cual se produjeron las películas de nitruro de silicio.



El sistema se compone de un plasma a baja presión sostenido por un campo eléctrico de alta frecuencia.

El proceso PECVD se puede dividir en tres partes:

- i) Suministro de los gases hacia la cámara de depósito.
- ii) Excitación, por el plasma, de todos los gases reactantes.
- iii) Reacciones químicas superficiales entre las especies generadas que dan lugar al depósito de una película sobre el sustrato caliente, que está inmerso en el plasma.

La descarga en radio frecuencia es la que se usa más comúnmente en PECVD, esta se genera entre dos electrodos planos paralelos. Frecuencias bajas (un rango bajo de kHz) son necesarias para mantener la descarga del plasma. En el rango de las frecuencias de MHz, una cantidad suficiente de electrones gana energía del campo eléctrico, para ionizar moléculas de gas y mantener la descarga. La disipación de la energía de los electrones se lleva a cabo por medio de colisiones inelásticas, lo que resulta en efectos de disociación molecular.

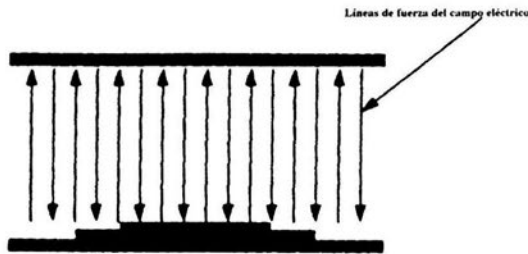


Figura 2.2 Líneas de fuerza del campo eléctrico en un sistema PECVD.

El PECVD se caracteriza por su habilidad de descomponer a los reactantes que son mantenidos dentro de la columna de la descarga y que, en condiciones normales, permanecerían estables sin reaccionar. La disociación producida por las colisiones de electrones energizados con las otras especies en el plasma, es el mecanismo principal de descomposición. Estas colisiones tienen como resultado la ionización y la disociación de especies.

En el PECVD la formación de la película se genera por la absorción de radicales neutrales y su enlazamiento para dar lugar al crecimiento de la misma. El sustrato no es el único recipiente. Existe un desperdicio de producto en todas las superficies.

La mayor ventaja del PECVD es que la temperatura de los sustratos es baja (300° C aprox.). En lugar de la energía térmica, los electrones energéticos activan a los gases reactantes. Muchas de las características favorables se deben a lo anterior, especialmente en situaciones en las que el sustrato-recubrimiento tiene una gran diferencia en expansión térmica. Además los sustratos con baja presión de vapor, o con estructura que se podría alterar, fluir, difundir o ser sujeta a una reacción química (como los polímeros que son inestables a altas temperaturas), son susceptibles de ser usados en el proceso de depósito de PECVD.

Otra de las ventajas que ofrece el PECVD es que es posible obtener altas tasas de depósito en comparación con otros procesos térmicos de CVD. Tiene un alto nivel de tolerancia para algunos de los parámetros de operación, aún cuando el equipo sea más complicado de ajustarse.

## **II.4 PREPARACIÓN DE LAS PELÍCULAS ANALIZADAS.**

Como ya se mencionó anteriormente, el método usado para crecer las películas analizadas en esta tesis es una técnica de depósito químico de vapores asistido por plasma (PECVD), la cual ya ha sido comentada. El objetivo del depósito es obtener una película delgada de Nitruro de Silicio a partir de la reacción química entre dos gases reactantes.

Al concluir el depósito, un total de 6 películas de SiN, las que denotamos como: A, B, C, D, E y F, fueron producidas en las siguientes condiciones:

Gases reactantes: amonía ( $\text{NH}_3$ ) y silano ( $\text{SiH}_4$ )

Gas de transporte: Nitrógeno

Frecuencia aplicada en el plasma: 100 kHz

Presión en la cámara: 210 mTorr.

Temperatura del sustrato: 300 °C.

Sustrato: Silicio

El depósito de las películas se hizo variando la razón de los flujos de los gases reactantes  $\text{NH}_3/\text{SiH}_4$ , como sigue:

**Tabla II.1 Relaciones entre las muestras generadas y la razón de gases reactantes**

Muestra (Película de SiN/Si)	Razón de Flujo ( $\text{NH}_3/\text{SiH}_4$ )
A	1.75
B	2.35
C	2.91
D	3.45
E	3.92
F	5.92

Las 6 muestras, como ya se mencionó, fueron analizadas en el Laboratorio del Acelerador Van de Graaff de 5.5 MeV del IFUNAM y en el Laboratorio del Acelerador TANDEM Van de Graaff de 6 MeV del ININ.

Considerando la importancia que tienen estos dos laboratorios para que el análisis descrito en esta tesis fuera realizado, y en sí, los aceleradores de tipo Van de Graaff, una descripción detallada de estos, se hará en las siguientes secciones de este capítulo.

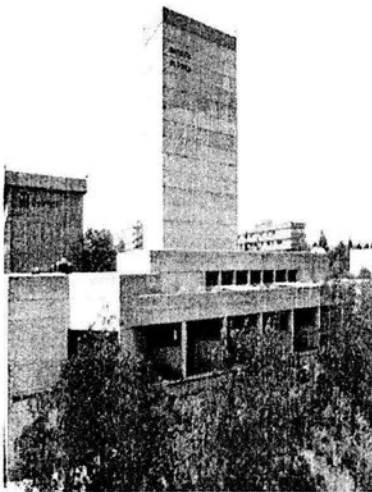
## II.5 ACELERADORES USADOS PARA EL ANÁLISIS DE LAS MUESTRAS.

En el capítulo I se definió lo que es un acelerador de partículas y algunos de sus usos en investigación en física nuclear y sus aplicaciones para el análisis de materiales a través de las TAON. Aquí se describirá brevemente el principio de operación y las componentes básicas del tipo de los aceleradores usados en esta tesis.

Los aceleradores usados para el análisis de películas delgadas de nitruro de silicio sobre sustratos de silicio son dos aceleradores de corriente directa, del tipo Van de Graaff (VDG), localizados, uno de estos en el Instituto de Física de la UNAM (IFUNAM) y el otro en el Instituto Nacional de Investigaciones Nucleares (ININ). A este tipo de aceleradores se les denomina así, en honor de su inventor Robert Van de Graaff quien desarrolló un sistema para generar alto voltaje en la Universidad

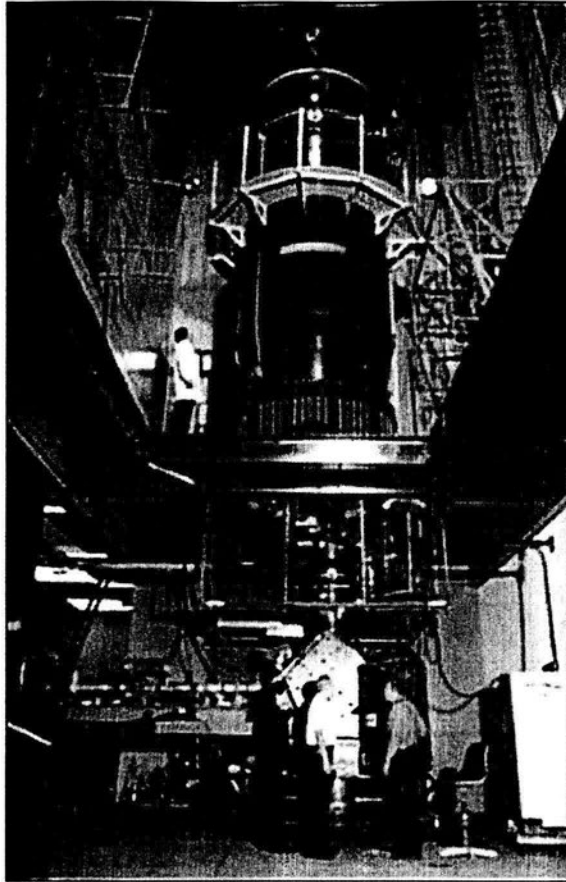
de Princeton, en el año de 1929. Sin embargo fue hasta 1935 cuando este tipo de generador se pudo usar para acelerar iones y así, usarse en un laboratorio de física nuclear. Aunque los aceleradores Van de Graaff (VDG) no ganaron la carrera para ser los primeros en producir la primera reacción nuclear, este tipo de aceleradores son los que más se usaron para el estudio del núcleo atómico, especialmente para medir secciones nucleares y en la investigación de la llamada estructura nuclear, que consiste en la determinación experimental de los niveles de energías de excitación de los núcleos atómicos y de otros "números cuánticos" que los caracterizan, tales como el momento angular y la paridad. Puede decirse que más del 60% del conocimiento en el campo de la física nuclear de bajas energías, se obtuvo usando este tipo de aceleradores.

El acelerador VDG del IFUNAM es del tipo vertical (ver fig. 2.4) y el voltaje máximo que se puede aislar con este es de 5.5 MV. La fig. 2.3 es una fotografía del edificio donde se alberga este acelerador, la cual es una torre de unos 30 metros de altura.



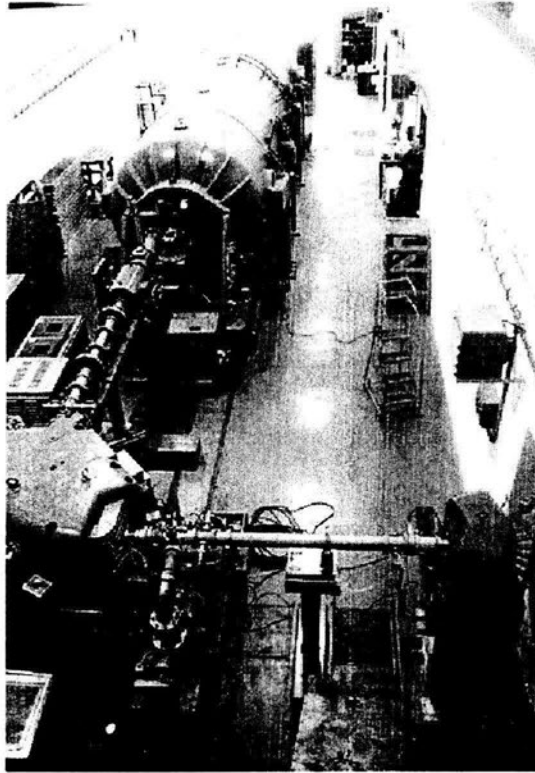
**Figura 2.3** Edificio del acelerador Van de Graaff de 5.5 MV del IFUNAM

Un fotografía del Van de Graaff de 5.5 del IFUNAM se muestra en la figura 2.4, donde se pueden observar algunas componentes de este acelerador y algunos equipos periféricos asociados.



**Figura 2.4** Fotografía del acelerador Van de Graaff de 5.5 MV del Instituto de Física de la UNAM.

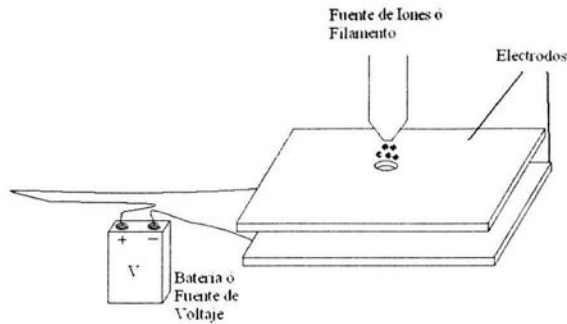
El acelerador VDG del ININ es un acelerador de 2 etapas, denominado tipo "tandem" y el voltaje máximo que se puede aislar es de 6 MV. Una fotografía de este acelerador se muestra en la figura 2.5. En esta tesis se describirá con algún detalle solo el acelerador del IFUNAM, y una descripción del acelerador "tandem" (dos etapas) del ININ podrá consultarse en la referencia [27].



**Figura 2.5** Fotografía del acelerador “tandem” Van de Graaff del Instituto Nacional de Investigaciones Nucleares (ININ).

## **II.6 PRINCIPIOS DE OPERACIÓN DE UN ACELERADOR VAN DE GRAFF.**

El principio de funcionamiento del cualquier tipo de acelerador electrostático, se basa en la interacción de los campos eléctricos producidos por fuentes de voltaje  $V$  sobre la carga eléctrica  $q$  de un ión [31]. La figura 2.6 ilustra esquemáticamente las componentes principales con la cuales se puede describir el funcionamiento de un acelerador. En este esquema, la fuente de voltaje se representa por una batería eléctrica, los electrodos se representan por un condensador de placas planas, y es el sitio donde se produce un campo eléctrico debido a la aplicación del voltaje  $V$ , es señalado; los iones pueden ser electrones generados por un filamento u otro tipo de iones como protones, partículas alfa, etc. (producidos por “una fuente de iones”).



**Figura 2.6** Diagrama esquemático de las componentes principales usadas para describir el funcionamiento de un acelerador de partículas.

Un tubo de rayos X, el monitor de una computadora ó el cinescopio de una TV doméstica según la descripción, funcionan como aceleradores de partículas, sin embargo, en la práctica no se les refiere a esos aparatos con este nombre.

El esquema de la fig. 2.6 se puede usar para relacionar el incremento de la energía cinética  $E$  de un ión de carga  $q$  con el voltaje  $V$ , a través de la siguiente ecuación:

$$E = V \cdot q \quad (\text{II-1})$$

Como se sabe, las unidades que se usan para la energía en física son los joules y/o ergs. Sin embargo, para cuantificar la energía de los iones (proyectiles) acelerados se acostumbra usar unidades de *electrón-volt* (eV) o sus múltiplos: el keV= 1 000 eV, el MeV= 1 000 000 eV, el TeV=  $10^{12}$  eV, etc. El uso de las unidades de “eV” se debe a la relación simple de la ecuación anterior, en la cual la energía es numéricamente igual al voltaje.

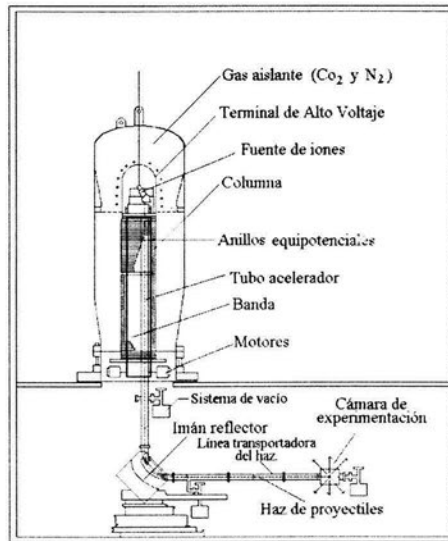
Desde un punto de vista de la mecánica clásica, la energía cinética  $E$  de una partícula está relacionada con la masa en reposo  $m_0$  y la velocidad  $v$  por la siguiente relación:

$$E = m_0 v^2 / 2 = V \cdot q \quad (\text{II-2})$$

*Una consecuencia de la última ecuación es que la energía de las partículas es independiente de la masa y solo depende de la carga.*

La sobre simplificación del esquema de la figura 2.6 para describir el funcionamiento de cualquier tipo de acelerador electrostático, no es obvia, sin embargo vamos ilustrar como estos conceptos se pueden usar para describir la operación del acelerador Van de Graaff de 5.5 MV.

Un esquema del acelerador Van de Graaff de 5.5 MV del IFUNAM se presenta en la fig. 2.7, en el cual se indican las componentes principales del acelerador y también algunos equipos periféricos necesarios para producir los iones usados para bombardear un “blanco”.

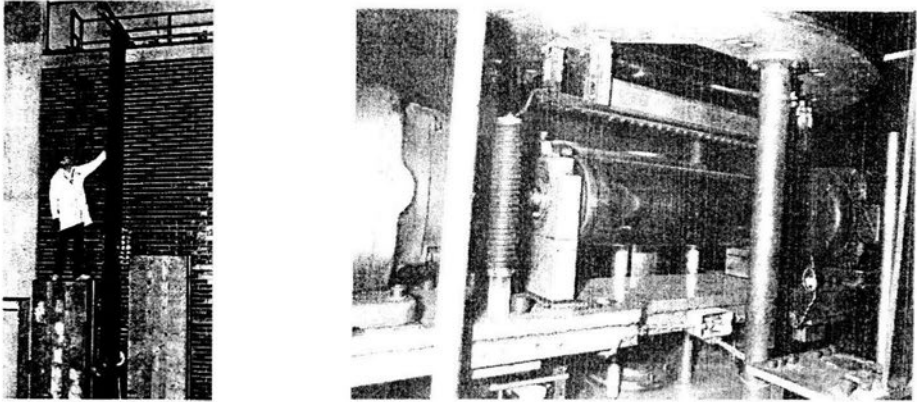


**Figura 2.7** Diagrama simplificado del acelerador Van de Graaff de 5.5 MeV. Las principales componentes del acelerador y equipo periféricos asociados son: 1) Polea inferior y motor impulsor 2) Columna y anillos equipotenciales, 3) Polea superior, 4) Banda transportadora de carga eléctrica, 5) Domo metálico, 6) Fuente de iones, 7) Tanque para contener el gas dieléctrico. Sistemas Periféricos asociados al acelerador: a) Sistema de transporte de haz, b) Electroimán selector de energías de  $90^\circ$ , c) líneas de transporte de haz, d) Sistema de regulación de alto voltaje, e) Cámara de experimentación.

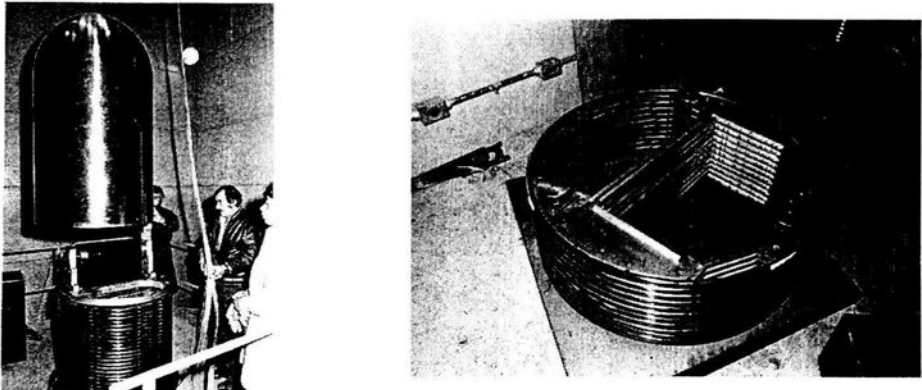


## II.6.1 Generación de alto voltaje en el sistema Van de Graaff.

Las componentes relacionadas con la generación de alto voltaje  $V$  del acelerador Van de Graaff de 5.5 MV, son: a) Poleas inferior y polea superior, b) motor impulsor de la polea inferior, c) peines de carga y descarga de carga eléctrica de la banda, d) banda transportadora de la carga eléctrica, d) motor impulsor, d) columna, e) domo metálico y f) fuente de alto voltaje de inducción de carga eléctrica en la banda. En las figuras 2.8 y 2.9 se muestran fotografías de algunas de estas componentes.



**Figura 2.8** La fotografía del lado izquierdo muestra la banda transportadora de carga eléctrica. La fotografía del lado derecho muestra la polea inferior acoplada al motor impulsor de la banda y los electrodos de inducción de carga.



**Figura 2.9** La fotografía de la izquierda muestra la parte superior de la columna, el plato superior, la polea superior, la banda tensa y el domo metálico, el cual va a ser colocado sobre la columna. La fotografía de la derecha muestra una de las 12 secciones de la columna, en la que se puede apreciar su estructura y el sistema de "antideslizamiento" de dos secciones contiguas.

La generación de alto voltaje en este tipo de acelerador se logra por el transporte de carga eléctrica inducida desde el nivel de tierra y transportada por la banda al domo metálico que está en la parte superior de la columna. La carga es inducida en la banda mediante "efecto corona", producido por un campo eléctrico intenso generado por una fuente de alto voltaje que se conecta a dos electrodos entre la banda. Cada uno de los electrodos tiene el mismo ancho que el de la banda y uno de estos tiene una serie de agujas con puntas agudas, cuya forma asemeja a la de un peine. El otro electrodo es una barra metálica pulida. La carga eléctrica inducida en la banda puede variarse cambiando el voltaje de ésta fuente, la cual tiene un rango de operación de 0 a 50 kV. El peine inferior se conecta al lado positivo de la fuente de CD y el electrodo pulido al lado de tierra. En esta forma se inducen cargas positivas sobre la superficie de la banda. Las cargas positivas transportadas por la banda en movimiento, son neutralizadas por los electrones del domo, a través de una malla metálica (peine superior) que está en contacto con la banda. En la superficie del domo metálico pulido se distribuye homogéneamente la carga  $q$  positiva. El alto voltaje  $V$  que se produce por la carga  $q$  en la terminal de alto voltaje (TAV) está dado por la relación:

$$V = \frac{q}{C} \quad (\text{II-3})$$

donde  $C$  es la capacidad eléctrica cuyas unidades se expresa en farads y depende de factores geométricos. El domo metálico para este acelerador tiene la forma de una bala, con una parte cilíndrica y la parte superior de un semicasquete esférico.

La fig. 2.10 representa el circuito eléctrico equivalente del generador de alto voltaje del sistema Van de Graaff.

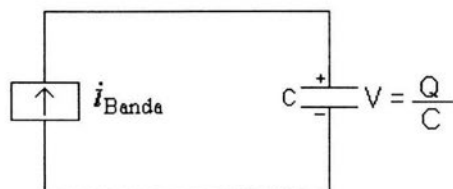


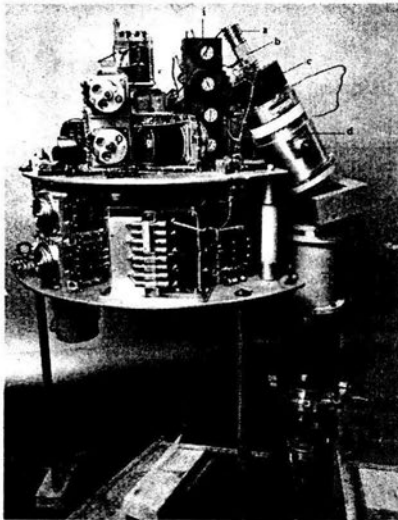
Figura 2.10 Circuito equivalente para representar la generación de alto voltaje  $V$  en un acelerador Van de Graaff. por el transporte de carga eléctrica transportada por la banda al domo eléctrico.

La relación entre  $q$  ( $Q$  en la figura) e  $i$  es:  $q = \int i \cdot dt$ , Si el condensador esta siempre recibiendo carga eléctrica, el voltaje  $V$  teóricamente, puede ser arbitrariamente grande. Sin embargo en

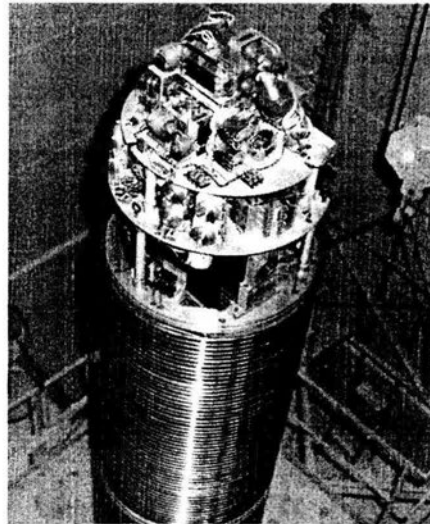
la práctica existen límites para aislar altos voltajes. Posteriormente hablaremos sobre corrientes eléctricas que hay en el domo eléctrico para descargarlo, esto se hará cuando se discuta en forma completa la operación del acelerador Van de Graaff.

### II.6.2 Fuente de iones del Acelerador Van de Graaff.

Como ya se mencionó, cuando al generador de alto voltaje se le ensambla una fuente de iones y además el tubo acelerador, el generador se convierte en un acelerador de partículas. La fuente de iones se localiza sobre el “plato superior”. El domo metálico encierra a la fuente de iones. En la fig. 2.11 son mostradas dos fotografías de la fuente de iones de este acelerador. La fotografía del lado izquierdo es la fuente de iones y circuitos eléctricos y electrónicos asociados. La fotografía del lado derecho muestra la fuente de iones instalada en la parte terminal de la columna.



a)



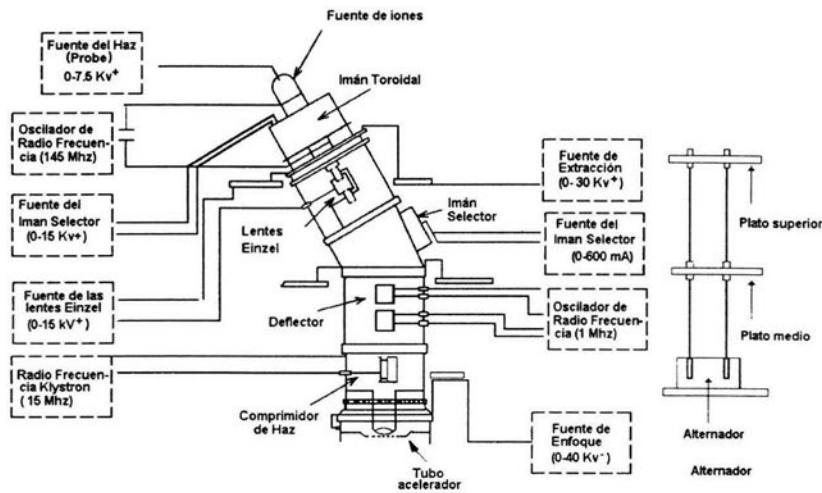
b)

**Figura 2.11** La fotografía de la izquierda muestra la fuente de iones, circuitos eléctricos y electrónicos asociados, transformadores de CA variables para el control de las fuentes eléctricas y electrónicas: a) Control de intensidad de haz , b) botella de cuarzo donde se introduce el gas para su ionización, c) imán toroidal para comprimir los iones en el eje de la botella de cuarzo, d) fuente de enfoque del tipo “Einzel” e) imán selector de energías, f) sistema deflector para pulsar el haz (opcional), g) lente de enfoque del haz, h) transformadores variables para control de las fuente de voltaje, i) cuatro tanque de almacenamiento de gases a ionizar. En la fotografía de la derecha se muestra en forma completa la Terminal de Alto Voltaje (TAV) instalada en la parte superior de la columna.

Para resaltar la importancia de la fuente de iones se le llega a denominar como el cerebro del acelerador, ya que se considera como la componente más compleja del acelerador.

La fuente de iones es del tipo de radio-frecuencia y sólo se pueden acelerar iones a partir de gases. En la terminal hay 4 tanques que almacenan gases de hidrógeno, deuterio,  $^4\text{He}$  y  $^3\text{He}$ . La botella de ionización es de cuarzo, con una longitud de 20 cm y un diámetro de 3.8 cm, a la cual se le aplica la energía de un oscilador de radio-frecuencia de 145 MHz a través de dos electrodos en forma de anillos separados por una distancia de 10 cm y que rodean a la botella. La botella de la fuente de iones está al vacío y se le introduce el gas seleccionado usando el “control del selector de gas”. Cuando sucede la ionización se forma en la botella un plasma, con los iones positivos y los electrones entremezclados.

Para poder inyectar el gas ionizado al tubo acelerador se requiere de la manipulación de varias fuentes de voltaje asociadas a la fuente de iones. Esta manipulación se hace desde la consola de control del acelerador. La fig. 2.12 es un diagrama donde se muestran esquemáticamente los circuitos asociados con la operación de la fuente de iones.



**Figura 2.12** Diagrama eléctrico de la fuente de iones, que es el sistema de producción de iones del acelerador Van de Graaff de 5.5 MV del IFUNAM. Las fuentes del sistema de producción de iones son: Botella de cuarzo, sistema de enfoque, imán selector de análisis de masas, sistema deflector de barrido del haz, sistema "Klystron" para comprimir los pulsos del haz y los platos superiores de la columna

Una característica especial de esta fuente de iones, es que hay un selector magnético con el cual se selecciona la carga eléctrica y la masa del ión que va a ser acelerado.

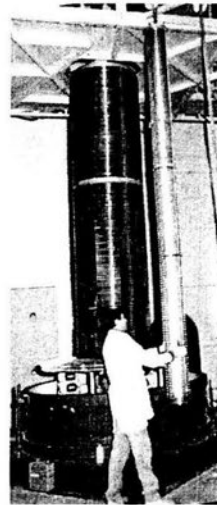
Es importante resaltar que la corriente de haz  $i_{haz}$  disminuye la carga eléctrica  $q$  de la terminal de alto voltaje, debido a los electrones del plasma generados en la fuente de iones, los cuales son removidos por la fuente de voltaje de corriente directa denominada “fuente de haz”.

### II.6.3 El tubo del acelerador Van de Graaff.

El tubo acelerador, es la componente dentro del cual el haz de iones producidos por la fuente de iones es acelerado en la dirección de su eje. Para que el haz pueda ser transportado se requiere que el tubo se evacue a un alto vacío (del orden de  $10^{-6}$  torr). Las figuras 2.13 a y b son fotografías del tubo acelerador.



a)



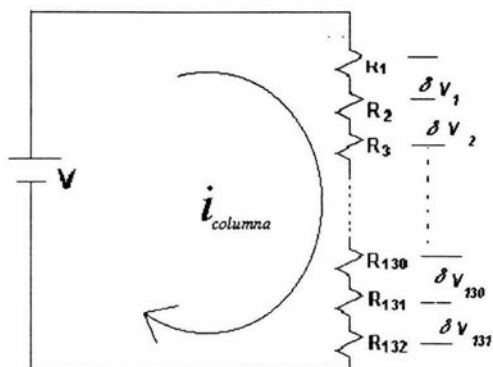
b)

**Figura 2.13** La fotografía a) muestra las maniobras que se realizaron para colocar el tubo acelerador dentro de la columna del acelerador. En la fotografía b) se pueden observar las dimensiones del tubo acelerador.

La estructura del tubo acelerador es de discos de vidrio pegado cada uno de estos a electrodos metálicos de aluminio (electrodos). La separación de los electrodos es la misma que la de los planos equipotenciales de la columna, por lo que la longitud total del tubo es igual al de la columna. El diámetro exterior del tubo es de 24.5 cm., el diámetro interior de 14.5 cm. y tiene un peso de 300 Kg. El tubo

acelerador está sustentado en forma independiente a la columna, y la conexión eléctrica se hace a través de resortes conductores. Estos resortes unen cada disco del tubo acelerador con su correspondiente plato equipotencial de la columna.

En el tubo acelerador es en donde se lleva a cabo la aceleración de los iones producidos en la fuente de iones. Sin embargo, el voltaje total  $V$  generado en la terminal de alto voltaje no se aplica en forma total, sino que este se divide en pasos  $\delta V_i$  que se aplica entre dos electrodos contiguos. Para este propósito se diseña un “divisor de voltaje” usando resistencias conectadas en serie y que se colocan dentro de la estructura de la columna del acelerador. El número de resistencias divisoras es 132 para este acelerador y es igual al número de platos equipotenciales. La caída de voltaje máximo en cada una de estas resistencias es de 41.3 kV. El circuito eléctrico equivalente del divisor de voltaje se muestra en la figura 2.14.



**Figura 2.14** Diagrama esquemático del circuito equivalente del divisor de voltaje. El número total de resistencias divisoras del acelerador es de 132. El máximo de la caída del voltaje  $\delta V_i$  es de 41.3 kV, cuando el acelerador se opera al máximo voltaje de 5.5 MV.

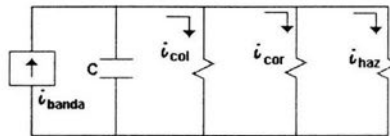
La razón por la que se establece el gradiente de voltaje a lo largo del tubo, es lograr que el haz de iones tienda a viajar a lo largo del eje del tubo acelerador, por lo que al tubo acelerador se le considera, dentro del lenguaje de óptica de iones, como una "lente delgada". El campo eléctrico disperso entre dos electrodos contiguos cuyas líneas de fuerza actúa en los iones como un efecto de "embudo", hacen que estos viajen en la dirección del eje del tubo.

## II.7 CIRCUITO ELÉCTRICO EQUIVALENTE PARA DESCRIBIR EL FUNCIONAMIENTO DE UN ACELERADOR VAN DE GRAAFF.

En la fig. 2.10 se presentó el circuito equivalente de un acelerador Van de Graaff para describir la generación de alto voltaje  $V$  producido por la carga eléctrica  $q$  debido a la integración de corriente de banda  $i_{banda}$ . Sin embargo como se vio en las secciones anteriores, existen corrientes eléctricas que descargan al domo metálico, las cuales son: a) la corriente  $i_{col}$  que se drena por las resistencias de columna, b) la corriente de haz  $i_{haz}$  debida al flujo de iones que son generados en la fuente de iones y c) la corriente que se drena por las puntas de corona  $i_{cor}$ , que se usa para estabilizar el alto voltaje  $V$  de operación del acelerador. La corriente de corona descarga la terminal de alto voltaje por un sistema periférico asociado al acelerador, esta corriente es crucial para que el voltaje sea estable. Este sistema lo describiremos con algún detalle más adelante. Mantener  $V$  constante ( $q$  constante) implica que la corriente de entrada al domo, que es la transportada por la banda ( $i_{banda}$ ) sea igual a la suma de las corrientes de salida que son: la corriente de columna ( $i_{col}$ ), la corriente de corona ( $i_{cor}$ ) y la corriente de haz  $i_{haz}$ . Lo anterior se puede expresar por la siguiente ecuación:

$$i_{banda} = i_{col} + i_{cor} + i_{haz} \quad (II-4)$$

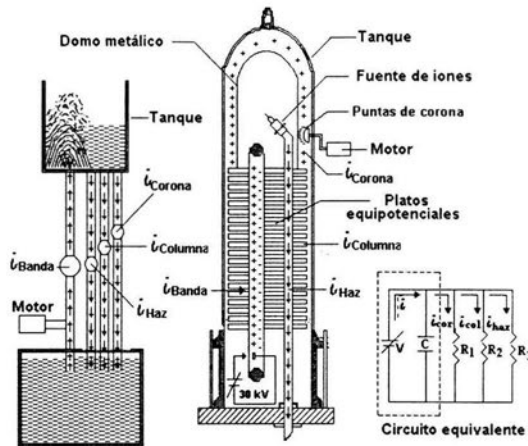
El balance de estas corrientes se puede representar con el circuito equivalente, mostrado en la figura I-16.



**Figura 2.15** Se muestra esquemáticamente un circuito equivalente que representa el balance de las corrientes que descargan el domo metálico y mantienen constante el voltaje  $V$  del acelerador, algebraicamente se tiene que  $i_{banda} = i_{col} + i_{haz} + i_{cor}$ .

Un sistema hidromecánico es usado para mantener la operación del acelerador a un voltaje constante. Este sistema se representa esquemáticamente en la figura 2.16. En este símil, la cantidad de agua almacenada en el tinaco representa el voltaje  $V$ , y el nivel de agua en el tinaco dependerá de las magnitudes de los 3 flujos de agua de descarga y del flujo de agua de subida, cosa que sucede en el acelerador con las distintas corrientes. En éste diagrama se usó la misma notación que en el caso del acelerador para representar las corrientes: de corona, columna y haz. Si la corriente de corona  $i_{cor}$  se

disminuye ligeramente, la carga  $q$  en la terminal aumenta y por lo tanto la energía de los iones del haz. Si por el contrario  $i_{cor}$  se incrementa, la energía de los iones disminuirá. Pequeñas variaciones de  $i_{cor}$  se logran con un circuito que describiremos mas adelante.



**Figura 2.16** Un símil de un sistema hidromecánico para representar la operación de un acelerador Van de Graaff. El nivel de agua en el tinaco representa el voltaje en el acelerador. Las corrientes eléctricas tienen sus análogos con los 3 flujos que descargan el nivel de agua en el tinaco.

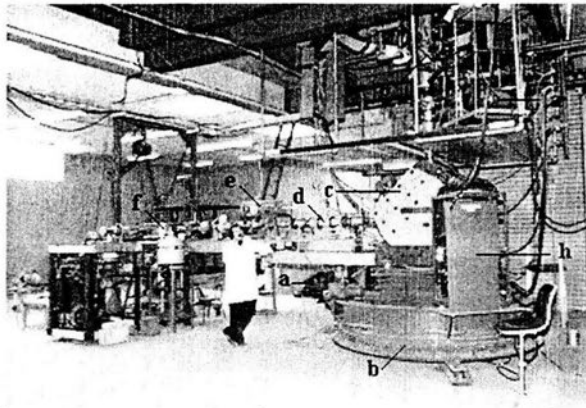
## II.8 PRINCIPALES EQUIPOS ASOCIADOS CON UN LABORATORIO VAN DE GRAAFF.

Como se mencionó anteriormente, un acelerador se puede definir como una fuente de partículas monoenergéticas que se usan para bombardear los átomos y a sus núcleos. El haz, normalmente se puede enfocar en el “blanco” en un área del orden de  $1 \text{ mm}^2$ . Los propósitos de bombardear un blanco (muestra) en esta tesis, son el uso de las TAON para el análisis de las películas de nitruro de silicio. Para poder usar el acelerador con este propósito, se requiere de otros equipos periféricos asociados a este. El conjunto acelerador y equipos periféricos asociados constituyen *un laboratorio de un Acelerador*. Obviamente la componente más importante del laboratorio es el acelerador de partículas y quizás esta es la razón por la cual en la práctica se usan como sinónimos los términos Acelerador y Laboratorio de un Acelerador.



Algunas de las componentes principales del laboratorio del acelerador Van de Graaff de 5.5 se indican esquemáticamente en la fig. 2.7 y también en la fotografía de la figura 2.17, donde se muestra la sala de experimentación de este acelerador. Estas componentes son:

- a) Acelerador Van de Graaff de 5.5 MV.
- b) Líneas o tuberías de acero evacuadas para transporte del haz.
- c) Sistema de vacío (Bombas mecánicas y de difusión ).
- d) Electroimán de 90° selector de energía del haz.
- e) Rejillas de estabilización de energía del haz..
- f) Circuitos electrónicos para la estabilización de energía de haz
- g) Cuadropolos eléctricos y fuentes de CD para enfocar el haz en el blanco.
- h) Cámara de blancos o de experimentación.
- i) Jaula de Faraday para integrar la corriente del haz.
- j) Detectores de partículas.
- k) Electrónica modular de pulsos eléctricos asociada a los detectores.
- l) Analizador multicanal de altura de pulsos y la computadora asociada con la adquisición de datos.



**Figura 2.17** Esta es una fotografía en la que se ilustra las componentes que forman parte en el proceso de transportación del haz a las cámaras de experimentación. Estas componentes son: a) Sistemas de vacío, b) Base giratoria, c) Electroimán selector de energía de 90°, d) Línea transportadora del haz, e) Cuádruplos eléctricos, f) Cámara de experimentación, g) Octupolos eléctricos, h) Fuente de alimentación del imán selector de energías.

Aunque todos los equipos periféricos asociados al acelerador son indispensables para el funcionamiento del laboratorio, se pueden destacar: el imán selector de energías y las rejillas de estabilización de energía del haz, con sus circuitos electrónicos de retro alimentación negativa. Debido a su importancia, estos sistemas son descritos con algún detalle a continuación.

### **II.8.1 Corriente de corona como auxiliar de control de estabilización del alto voltaje.**

Una de las características de los aceleradores Van de Graaff, es la buena estabilidad del alto voltaje  $V$  y consecuentemente la estabilización en la energía  $E$  de los iones acelerados. Una de las componentes básicas del sistema de estabilización del alto voltaje (SEV) en estos aceleradores son “las puntas de corona”, por las cuales se drena de la terminal de alto voltaje una corriente de corona  $i_{cor}$ , la cual mencionamos brevemente cuando se mostró el circuito eléctrico equivalente para describir la operación del acelerador. El mecanismo para drenar la corriente de corona consiste de un sistema de 12 agujas, similares a las agujas que se usaban en los fonógrafos, con puntas muy afiladas. Estas agujas están montadas en una pieza metálica hueca, cuya superficie es la mitad de una esfera de 15 cm de diámetro. Las puntas de corona se montan sobre una barra en una boca del tanque del acelerador enfrente del domo metálico. Estas puntas se pueden acercar o retirar respecto a la terminal de alto voltaje usando un motor, el cual se activa desde la consola de control del acelerador. Cuando existe un alto voltaje  $V$  en la terminal del acelerador, se genera un campo eléctrico muy intenso que se concentra en la punta de las agujas, lo cual produce la corriente de corona. Las puntas de corona están aisladas eléctricamente del tanque y se conectan a la placa de un “tetrodo”. Este elemento en electrónica es poco conocido por las nuevas generaciones, pero aún sigue teniendo gran utilidad en algunos usos especiales. Parte del SEV son dos “rejillas” colocadas en la línea del haz a la salida del imán selector de energía. En cada una de estas rejillas se induce un voltaje cuando el haz pasa entre ellas. Cuando el haz pasa centrado, la diferencia de voltaje es nula y cuando el haz pierde el centro de la línea se pierde el balance y aparece un voltaje mayor respecto a la rejilla, hacia donde el haz se acerca más. A través de un circuito electrónico, los voltajes de la rejilla de control se conectan a la “reja” del tetrodo, y funciona como un circuito de “retroalimentación negativa”, lo cual produce variaciones pequeñas en la corriente de corona casi instantáneamente, lo que permite que la energía de los iones se mantenga constante. Como se mencionó, las puntas de corona pueden acercarse o retirarse de la terminal de alto voltaje, usando un motor que se controla desde la consola de mando del acelerador. Para un voltaje dado del acelerador, se ajusta la distancia de las puntas a la terminal, de tal forma que esta corriente sea del orden de 25  $\mu$ A. Una forma de variar ligeramente la energía del haz, es modificando la distancia de las

Aunque todos los equipos periféricos asociados al acelerador son indispensables para el funcionamiento del laboratorio, se pueden destacar: el imán selector de energías y las rejillas de estabilización de energía del haz, con sus circuitos electrónicos de retro alimentación negativa. Debido a su importancia, estos sistemas son descritos con algún detalle a continuación.

### II.8.1 Corriente de corona como auxiliar de control de estabilización del alto voltaje.

Una de las características de los aceleradores Van de Graaff, es la buena estabilidad del alto voltaje  $V$  y consecuentemente la estabilización en la energía  $E$  de los iones acelerados. Una de las componentes básicas del sistema de estabilización del alto voltaje (SEV) en estos aceleradores son “las puntas de corona”, por las cuales se drena de la terminal de alto voltaje una corriente de corona  $i_{cor}$ , la cual mencionamos brevemente cuando se mostró el circuito eléctrico equivalente para describir la operación del acelerador. El mecanismo para drenar la corriente de corona consiste de un sistema de 12 agujas, similares a las agujas que se usaban en los fonógrafos, con puntas muy afiladas. Estas agujas están montadas en una pieza metálica hueca, cuya superficie es la mitad de una esfera de 15 cm de diámetro. Las puntas de corona se montan sobre una barra en una boca del tanque del acelerador enfrente del domo metálico. Estas puntas se pueden acercar o retirar respecto a la terminal de alto voltaje usando un motor, el cual se activa desde la consola de control del acelerador. Cuando existe un alto voltaje  $V$  en la terminal del acelerador, se genera un campo eléctrico muy intenso que se concentra en la punta de las agujas, lo cual produce la corriente de corona. Las puntas de corona están aisladas eléctricamente del tanque y se conectan a la placa de un “tetrodo”. Este elemento en electrónica es poco conocido por las nuevas generaciones, pero aún sigue teniendo gran utilidad en algunos usos especiales. Parte del SEV son dos “rejillas” colocadas en la línea del haz a la salida del imán selector de energía. En cada una de estas rejillas se induce un voltaje cuando el haz pasa entre ellas. Cuando el haz pasa centrado, la diferencia de voltaje es nula y cuando el haz pierde el centro de la línea se pierde el balance y aparece un voltaje mayor respecto a la rejilla, hacia donde el haz se acerca más. A través de un circuito electrónico, los voltajes de la rejilla de control se conectan a la “reja” del tetrodo, y funciona como un circuito de “retroalimentación negativa”, lo cual produce variaciones pequeñas en la corriente de corona casi instantáneamente, lo que permite que la energía de los iones se mantenga constante. Como se mencionó, las puntas de corona pueden acercarse o retirarse de la terminal de alto voltaje, usando un motor que se controla desde la consola de mando del acelerador. Para un voltaje dado del acelerador, se ajusta la distancia de las puntas a la terminal, de tal forma que esta corriente sea del orden de 25  $\mu$ A. Una forma de variar ligeramente la energía del haz, es modificando la distancia de las

puntas de corona respecto al domo metálico. Así, si se desea bajar la energía, se acercan las puntas para que se incremente la corriente que se drena por este circuito; si se desea aumentar la energía, se alejan las puntas, para que disminuya esta corriente y aumente así, el voltaje en la terminal.

## II.8.2 El Imán selector de energías asociado al Acelerador Van de Graaff.

Un electroimán es una componente típica en la línea de conducción del haz localizada entre la salida del acelerador y la cámara de blancos. El electroimán asociado al acelerador tiene dos funciones: 1) medir en forma precisa la energía de las partículas del haz y 2) seleccionar los iones con la carga y masa requerida. El requerimiento de un analizador de energía de haz, es debido a que los aceleradores electrostáticos no tienen una forma absoluta de medir el alto voltaje  $V$ , y por consiguiente, la energía  $E$  de los iones.

La ecuación que relaciona la energía  $E$  del haz cuando es desviado  $90^\circ$  por un campo magnético  $B$  producido por el electroimán, se conoce como la ley de Barber [28]:

$$BR = \frac{1}{qe} \sqrt{E + mc^2} \quad (\text{II-5})$$

donde,  $R$  es el radio de curvatura de la trayectoria del haz dentro del imán,  $mc^2$  es la energía en reposo de las partículas del haz y  $q = ze$  con  $z = 1, 2, 3, \dots$  que es la carga eléctrica de las partículas del haz. Si  $\frac{E}{mc^2} \ll 1$  (que es el caso no relativista), la ecuación anterior se reduce a la siguiente expresión:

$$BR = 144 \sqrt{\frac{mE}{z^2}} \quad (\text{Kilogauss} \cdot \text{centímetros}) \quad (\text{II-6})$$

donde ahora las unidades son:  $m$  en u.a.m.;  $z = 1, 2, 3$  y la  $E$  se expresa en MeV. El valor de  $R$  se determina con los llamados métodos de calibración de los aceleradores [29]. El valor de  $R = 60.5$  cm fue determinado para este imán, con el cual se puede calcular la constante  $k = \frac{z^2 R^2}{(144)^2 m}$ , la cual solo depende

de la masa  $m$  del ión. La relación entre  $E$  y  $B$  se puede describir como:

$$E = k \cdot B^2 \quad [\text{MeV}] \quad (\text{II-7})$$

Esta ecuación se usa para calcular el campo  $B$  para la energía  $E$  requerida del ión con el cual se realiza el experimento.

## II.9 EL ESPECTRÓMETRO DE ENERGÍA USADO EN EXPERIMENTOS DE TAON.

El sistema de adquisición de datos que se usa en experimentos típicos del empleo de las TAON, se muestra esquemáticamente en la figura 2.18. Una de las componentes básicas es un detector de barrera superficial, las partículas con carga eléctrica que inciden en el volumen sensible de este, produce pulsos de voltaje cuya amplitud es proporcional a la energía  $E$  de cada una de las partículas. La amplitud de los pulsos a la salida del detector son del orden de algunos milivolts y requiere de módulos electrónicos (pre-amplificador y amplificador) para amplificarlos *linealmente* y así poder medir la amplitud de los pulsos amplificados por el módulo electrónico denominado “Multicanal” el cual esta acoplado a una Computadora Personal. La graficadora del análisis de la amplitud de pulsos es lo que constituye el espectro de energía y un ejemplo de estos se mostró en el Capítulo I, (fig. 1.8.)

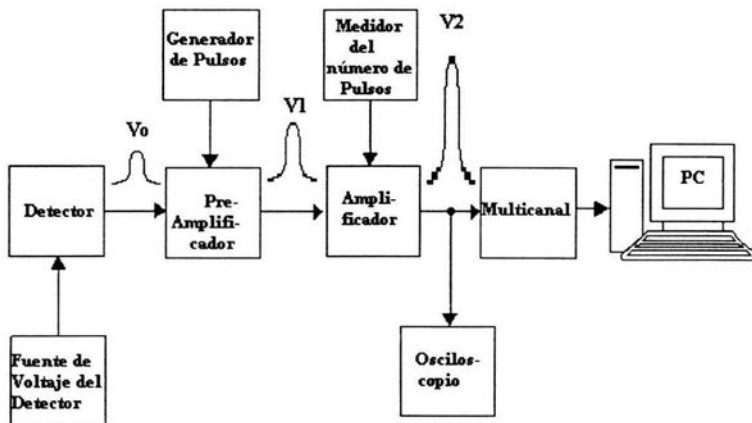


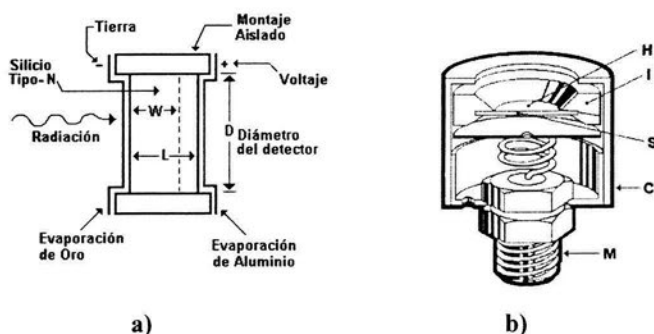
Figura 2.18 El diagrama representa en forma esquemática la electrónica de pulsos de voltaje que se utiliza en la adquisición de datos en experimentos con aceleradores.

El funcionamiento del detector y sistema electrónico es descrito con detalle en la literatura [30] y con el objeto de describir los espectros de energía que se generan por el bombardeo de las muestras, aquí se hará una descripción muy general.

## II.9.1 El detector de barrera superficial y criterio para seleccionar su espesor.

El detector de barrera superficial eléctricamente es un diodo fabricado con silicio como material principal. Cuando se usa este diodo como detector de radiación ionizante, el voltaje de operación es el sentido de no conducción. En el diagrama de la fig. 2.18 se indica la fuente de voltaje DC y se dice que usa para “polarizar” al detector, i.e., establecer un campo eléctrico a través de los dos electrodos del detector.

La forma geométrica del detector es de un cilindro en cuyas caras transversales se ponen los contactos eléctricos (electrodos), siendo uno de estos una película de oro  $\approx 500 \text{ \AA}$  de espesor y el otro, un contacto de aluminio. Un diagrama esquemático del montaje de un detector de barrera superficial se muestra en la figura 2.19.



**Figura 2.19** a) Diagrama esquemático y montaje de un detector de barrera superficial para partículas. b) Uno de los electrodos de contacto con el volumen sensible del detector es de oro y el otro es de aluminio

El espesor del detector se selecciona según el tipo de partículas (protones, alfas, deuterio, etc) y la energía de estas. Parte del diseño del experimento es seleccionar el espesor del detector de barrera superficial, para lo cual es necesario calcular las posibles energías de las partículas que se pueden producir por el bombardeo de las muestras. Estos cálculos se realizan usando las ecuaciones de la cinemática I-20, I-21a y I-21b que se describieron en el Capítulo I.

Las partículas con mayor energía cinética producidas por el bombardeo de las películas de nitruro de silicio, son debido a reacciones nucleares (RN) exoenergéticas cuando se bombardean con iones de deuterio, núcleos de nitrógeno. Algunas de estas RN son:  $^{14}\text{N}(d,p)^{15}\text{N}^*$  y  $^{14}\text{N}(d,\alpha)^{12}\text{C}^*$ , donde el índice

“i” se refiere al nivel de energía en que el núcleo residual se localiza. El índice  $i = 0$  denota que el núcleo residual es el estado base. La “ $Q$ ” de la reacción nuclear se definió en la ecuación I-10. En el cálculo de la cinemática se define  $Q_i$  correspondiente a la energía de excitación del nivel  $E_i$  como:  $Q_i = Q_0 - E_i$ . Cálculos de la cinemática para las reacciones se muestran en la tabla II.2

**Tabla II.2 Cálculo de las energías de las partículas producidas por el bombardeo con un haz de deuterio con una energía de 825 keV sobre núcleos de N. El ángulo de detección es  $\theta = 150^\circ$ . Las energías para las colisiones elásticas con los núcleos de N y Si también son calculadas\*.**

Reacción	Valor Q (keV)	Energía del producto de la RN (keV)	Energía del Ion Dispersado para el Elástico (keV)
$^{14}\text{N}(d,\alpha_1)^{12}\text{C}$	9146	6653.61	
$^{14}\text{N}(d,p_{1+2})^{15}\text{N}$	3320	3517.76	
$^{12}\text{C}(d,p)^{13}\text{C}$	2722	2900.86	
$^{14}\text{N}(d,p_3)^{15}\text{N}$	2285	2585.39	
$^{14}\text{N}(d,p_4)^{15}\text{N}$	1380	1775.90	
$^{14}\text{N}(d,p_5)^{15}\text{N}$	1305	1709.16	
$^{16}\text{O}(d,\alpha_0)^{14}\text{N}$	3110	2570.31	
$^{16}\text{O}(d,p_0)^{17}\text{O}$	1920	2309.66	
$^{16}\text{O}(d,p_1)^{17}\text{O}$	1046	1520.54	
Elástico			
$^{14}\text{N}(^2\text{H},^2\text{H})^{14}\text{N}$	0.00		480.40
$^{28}\text{Si}(^2\text{H},^2\text{H})^{28}\text{Si}$	0.00		630.31

\*La tabla incluye las reacciones nucleares producidas por la aparición de Carbono y Oxígeno que pueden ser detectados en la muestra, razón por la cual, la producción de reacciones nucleares cobra una gran importancia

Usando la pérdida de energía descrita por la potencia de frenamiento  $S = -dE/dx$  que se describió en el Capítulo I en la sección I.9.3, es posible calcular el rango de una partícula en un material. El rango se define como el espesor dentro del material en el cual la partícula pierde toda su energía, es decir la energía final de la partícula tiene valor 0. En la figura 2.20 se muestran estos cálculos del rango en forma de una grafica para diferentes partículas (protones, alfas, deuterones, etc) en función de la energía de estas. Usando estas graficas dio la justificación de usar un detector de 1000  $\mu\text{m}$  de espesor, lo cual es suficiente para que en el detector pierdan toda su energía partículas alfas con energía  $\leq 45$  MeV y protones con energía  $\leq 12$  MeV.

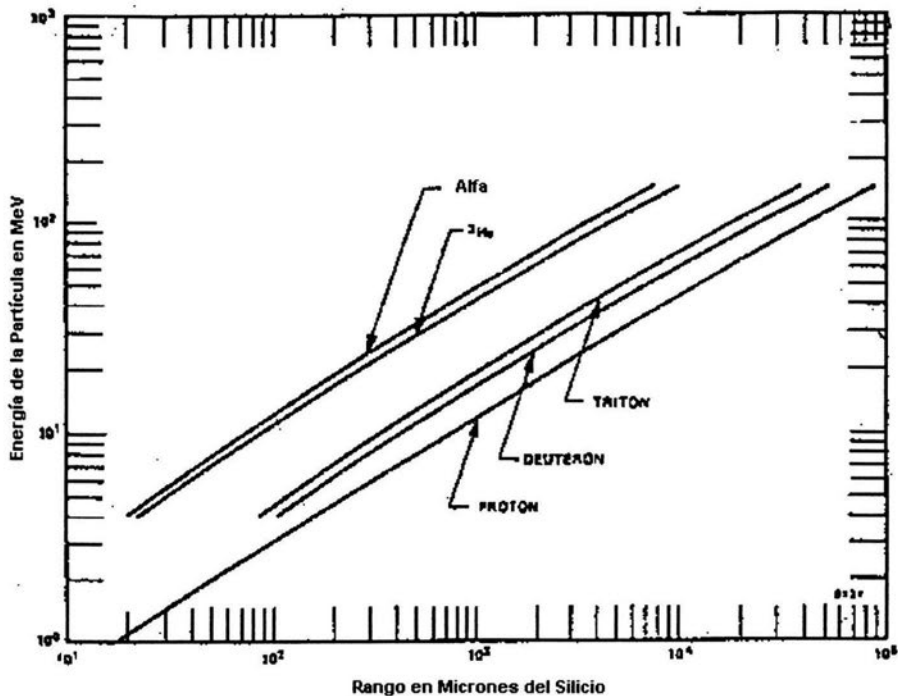


Figura 2.20 La figura muestra curvas del rango de energía para partículas cargadas en silicio.

## II.9.2 El Pre-Amplificador, Amplificador Lineal y Sistema Multicanal de Altura de Pulsos.

Como ya se mencionó la amplitud de los pulsos del detector de barrera superficial es sólo de algunos cuantos milivolts (mV). Para que estos pulsos puedan ser medidos por un sistema electrónico de análisis de altura de pulsos, se requiere de un sistema electrónico de amplificación lineal para elevar la amplitud de estos pulsos a un nivel de algunos volts (máximo 10 volts). Esto se logra con los módulos electrónicos estandarizados llamados pre-amplificador y amplificador lineal, los cuales tienen además la función de formación de pulsos para que los pulsos puedan ser medidos.

El amplificador se caracteriza con un parámetro que se le denomina "Ganancia"  $G$  y se define como la razón de las amplitudes del pulso de salida y el de entrada. El valor de  $G$  puede seleccionarse con un control (potenciómetro) del amplificador y puede tener valores entre 1500 a 2.5. Por ejemplo, si la ganancia  $G = 1000$  y los pulsos de entrada son de 1 mV, los pulsos de salida tendrán una amplitud de 1 volt.



El pre-amplificador tiene una ganancia  $G = 1$  y su función es tanto de formación de pulso (diferenciación) como de acoplamiento de impedancias entre el detector y el amplificador.

El sistema de análisis de amplitud de pulsos se hace con una tarjeta electrónica denominada "multicanal" y se acopla a una computadora personal, la cual se muestra en la figura 2.18. *Este sistema de análisis de pulsos es un convertidor analógico-digital y es un "Sistema Multicanal de Análisis de Altura de Pulsos" (SMAAP)*. A la digitalización de los pulsos se les denota como número de "canal" "C" y son números enteros de la forma  $2^n$ . El número total de canales caracteriza la tarjeta del SMAAP y la que se uso en las mediciones que se reportan en esta tesis fue de 2048 canales.

### II.9.3 Espectro de altura de pulsos y calibración en energía del detector.

A continuación se describe con algún detalle las características de espectros de energías que se generan con el espectrómetro de energías con un detector de barrera superficial.

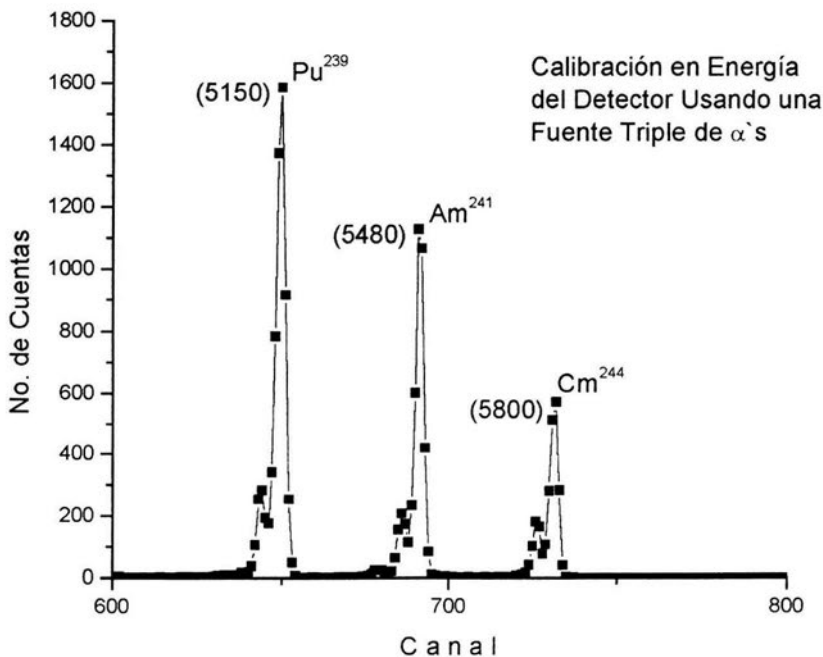
Las partículas que se inciden al detector tienen por lo general diferentes energías  $E$  y por lo tanto el detector producirá una distribución de pulsos eléctricos con diferentes amplitudes. La relación entre  $E$  y  $v_0$  es lineal. La amplitud de salida del pre-amplificador  $v_1$  es proporcional a  $v_0$ . La amplitud de los pulsos de salida  $v_2$  es proporcional a la ganancia  $G$  seleccionada del amplificador y será proporcional a la energía  $E$  de cada partícula. El sistema multicanal de análisis de pulsos analiza pulsos con una tensión máxima  $v_2$  de 10 volts y es un sistema lineal, que convierte pulsos a dígitos en el formato de  $2^n$ . A cada amplitud  $v_2$  se le asigna un dígito denominado canal  $C$ , por lo que pulsos de 10 volts se clasifican con el número de canal 2048. A Pulsos con valores de  $v_2 = 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8$  y 9 volts, el sistema les asignará los canales: 2, 4, 8, 16, 32, 64, 128, 256 y 512 respectivamente. El multicanal además de clasificar los pulsos por su altura, cuenta el número de estos. Esta información se presenta como una gráfica, donde el eje horizontal es el número de "canal" y el vertical es el número de pulsos correspondiente al canal.

La relación entre número de Canal  $C$  y energía  $E$ , se puede resumir analíticamente por relaciones de proporcionalidad (indicada por el símbolo  $\sim$ ), dado que  $v_2 \sim v_1 \sim v_0 \sim E \sim C$ , estas relaciones de proporcionalidad se pueden resumir analíticamente como:

$$E = bC + O \tag{II-8}$$

El parámetro  $b$  (energía/canal) lo selecciona el usuario a través de la ganancia  $G$  del amplificador. El parámetro  $O$  tiene unidades de energía y se le denomina como “offset”. La determinación de  $b$ , normalmente se hace usando fuentes radiactivas que emiten partículas  $\alpha$ , que se hacen incidir en el detector, ajustando así la ganancia  $G$  del amplificador. Tomando la energía de las partículas  $\alpha$  como referencia, se obtiene el valor de  $b$  y  $O$ . A este proceso se le llama “**CALIBRACIÓN DE ENERGÍA DEL DETECTOR**”.

La figura 2.21, muestra un espectro de energía de calibración del detector, para el cual se uso una fuente tripe de partículas  $\alpha$  cuyos elementos radioactivos son: Pu <sup>239</sup> (5150 keV), Am <sup>241</sup> (5480keV) y Cm <sup>241</sup> (5800 keV). Los números entre paréntesis son las energías de decaimiento más intenso del radioisótopo indicado. En este ejemplo la ganancia  $G$  se seleccionó para que los parámetros  $b$  y  $O$  tuvieran los siguientes valores:  $b= 7.82$  keV/canal y  $O = 78$  keV.



**Figura 2.21** Espectro de altura de pulsos para un detector de barrera superficial generado por la incidencia en el detector de partículas proveniente de una fuente triple cuyos elementos radioactivos son: Pu <sup>239</sup> (5150 keV), Am <sup>241</sup> (5480keV) y Cm <sup>241</sup> (5800 keV).

# Capítulo III

## Desarrollo Experimental y Resultados Obtenidos.

### III.1. SIMULACIONES DE ESPECTROS DE ENERGÍA.

Las técnicas de simulaciones usando computadoras personales (PC's) ó supercomputadoras con estaciones de trabajo, son usadas en diferentes áreas, por ejemplo, los pilotos de aviones comerciales o de helicópteros en sus etapas de aprendizaje, ó los operadores de plantas eléctricas con reactores nucleares de potencia, usan simuladores durante su entrenamiento, aprendizaje, etc. Los programas de simulaciones son programas de cómputo complejos en los cuales se simulan situaciones de emergencia a los cuales, un futuro piloto de avión u operador de un reactor, podría enfrentarse en la práctica profesional.

Con relación al uso de las TAON existen programas de computo para PC's que además de servir para el análisis de muestras a partir del bombardeo con iones producidos con un acelerador, **se pueden usar para calcular espectros de energía de muestras con una estructura teórica supuesta por el usuario.** Algunos de estos programas pueden ser adquiridos comercialmente, tales como el "SIMNRA", Rump ó el DataFurnace. El primer paquete fue utilizado para el análisis de las muestras

estudiadas en esta tesis; con los tres paquetes mencionados se realizaron una serie de ensayos para familiarizarse con la paquetería en cuestión.

### III.1.1 El simulador SIMNRA.

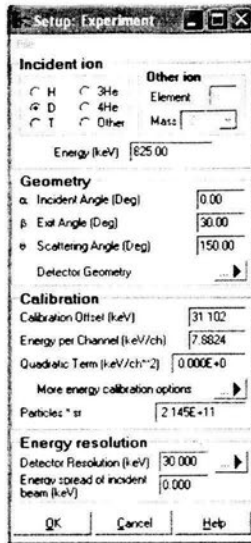
Antes que nada, se debe mencionar que el paquete funciona a partir de un espectro obtenido de la irradiación de un material, para alguna TAON usada, particularmente RBS, NRA, ERDA y EFA. El análisis se logra con la técnica de “simulación” la cual consiste en que el usuario genere un perfil de concentraciones atómicas porcentuales. La muestra se parte en varias películas o monocapas (MC) consecutivas y se enumera progresivamente desde la superficie hacia el interior del material.

El SIMNRA (Simulation Nuclear Reaction Análisis) es un paquete creado por Matej Mayer en Plasmaphysk (1997-2002), del Instituto Max Planck, Alemania [32]. Este paquete trabaja desde Windows a partir de ventanas de funciones. En él se puede abrir un espectro de energía generado por irradiación de un material, con extensión ASCII (.dat) para poder ser codificado, y generar una simulación de este.

Los parámetros que necesitan introducirse para el cálculo de una simulación son:

Tipo de haz ( deuterio, protones, alfas, etc), energía del haz en unidades de keV, geometría de detección ( IBM o Cornell), ángulo del haz respecto a la muestra, ángulo en el sistema del laboratorio de donde se coloca el detector, su ángulo sólido  $\Omega$  (en unidades de msr ) y resolución en energía del detector, que se denota por FWHM (cuyas siglas en ingles provienen de “Full Width Half Maximum”) en unidades de keV y por último la dosis “D”, que es el número total de partículas del haz con el cual se irradia la muestra por analizar. Debido a que “D” se puede medir como una carga eléctrica integrada en la supuesta jaula de Faraday donde se encuentra la muestra, “D” se mide en  $\mu\text{C}$  (donde  $1\mu\text{C} = 6.24 \times 10^{12}$  partículas). Otros parámetros que deben proveerse son la energía por canal (keV/canal) y el OFFSET de calibración (keV) definidos por la ecuación II-8, para calibración del detector, por medio de la cual se calcula la energía  $E$  de las partículas medidas con el numero del canal  $C$ .

Estos datos se introducen en una ventana del programa SIMNRA como la mostrada en la figura 3.1.



**Figura 3.1** Ventana del programa SIMNRA en la cual se introducen los datos pertenecientes al arreglo experimental.

Para simular el blanco, necesitan especificarse las capas constituyentes del mismo, es decir, los elementos que contiene, su porcentaje en la concentración, y el espesor de la capa. Los datos para el blanco se introducen en una ventana del programa como la mostrada en la figura 3.2, pueden añadirse tantas capas como se desee o necesite.



**Figura 3.2** Ventana del programa SIMNRA en la cual se introducen los datos referentes a las capas componentes de la muestra a simular.

Con estos datos se puede generar una simulación en SIMNRA para un espectro de energías. La simulación consiste en calcular teóricamente la ec. I-1, dependiendo directamente de la sección transversal de interacción entre los iones incidentes y los núcleos del blanco. Cuando esta colisión puede describirse por la sección de Rutherford (ec I-5) el programa se encarga de evaluarla. Además, el SIMNRA cuenta con una ventana especial para reacciones nucleares, donde una serie de secciones transversales para RN, pertenecientes a la base de datos del programa, se presentan en un listado dependiendo de las características del experimento. Las reacciones posibles pueden ser señaladas para ser presentadas y calculadas dentro de la simulación. A partir de estas, elementos ligeros como Carbono, Oxígeno y Nitrógeno pueden ser detectados si se irradia con iones de deuterio, casi para cualquier energía de bombardeo.

La simulación puede ir alterándose hasta obtener los resultados más óptimos, variando cualquiera de los parámetros establecidos, siempre teniendo cuidado de no caer en una situación absurda que sea una buena simulación, pero que se aleje demasiado de ser lo que la muestra contiene.

### III.1.2 Ejemplos de Simulaciones.

A continuación mostramos algunos ejemplos de cálculos de simulaciones de espectros de energía:  $H$  (número de cuentas) vs  $C$  (número de Canal) de películas delgadas de SiN y SiN/Si. Los parámetros usados se muestran en la Tabla III.1 y son similares a como se realizaron la mayoría de las muestras que se reportan en esta tesis.

**Tabla III.1 Parámetros experimentales relacionados con las TAON RBS y NRA.**

Grupo de parámetros que muestran cómo se realiza el experimento de ejemplo:

Tipo de haz: deuterio

Energía del haz: 825 keV

Geometría: IBM

Ángulo del detector: 150°

Ángulo de la normal del blanco respecto al haz: = 0°.

Ángulo sólido del detector:  $\Omega = 1$  msr.

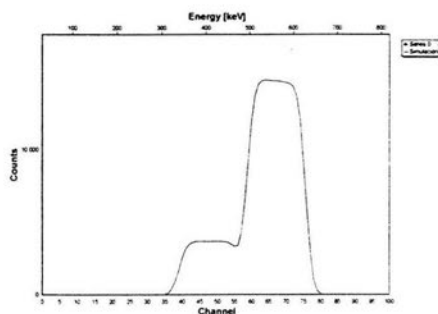
Resolución del detector: FWHM = 30 keV

Calibración del detector: Energía por canal = 7.8 keV/ch y Off set = 31.102 keV

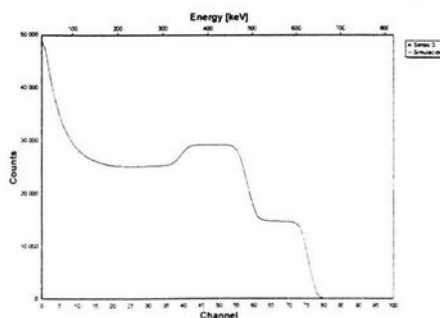
Dosis "D" = 34.37  $\mu\text{C}$

**Datos del Blanco Hipotético:** Una capa de SiN de un espesor de 5250 monocapas atómicas<sup>1</sup> con 51 % de N y 49 % de Si.

Las simulaciones correspondientes a los parámetros anteriores son mostradas en las figuras 3.3 a, b y c, para distintas configuraciones en las capas constituyentes de las muestras simuladas. Es importante señalar que las imágenes se tomaron directamente de las ventanas del programa. Las técnicas RBS y NRA se observan en estas figuras.

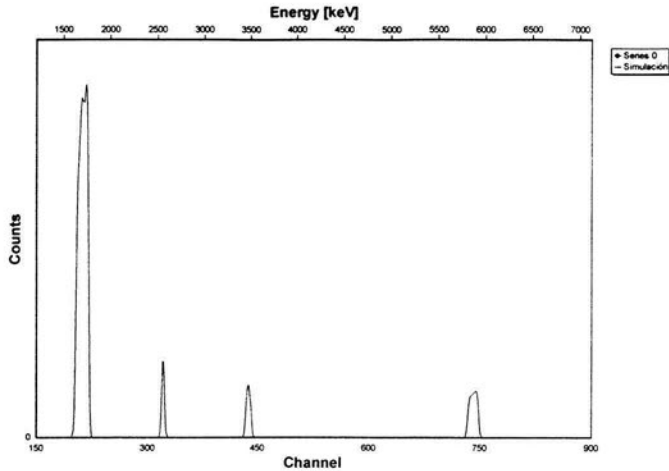


**Figura 3.3a.** Simulación del espectro RBS para una película delgada de SiN sin sustrato. Sólo son observadas las contribuciones elementales en los escalones del espectro simulado.



**Figura 3.3b.** Simulación del espectro RBS de una película delgada de SiN/Si. Al añadir el sustrato, es posible observar la altura generada por el mismo en el espectro de energías, la parte derecha se refiere al sustrato (Silicio), el primer escalón, al porcentaje de Nitrógeno en la película y el segundo escalón al porcentaje de silicio en la película.

<sup>1</sup> Una monocapa atómica es equivalente a un espesor de  $10^{15}$  átomos/cm<sup>2</sup>. Otras unidades para expresar el espesor de una capa constituyente de la muestra, pueden ser los nanómetros [nm], pero dichas unidades dependen de la densidad atómica de la muestra. Considerando que las muestras generalmente pueden ser no homogéneas ó presentar impurezas, el valor en nm puede resultar impreciso. Por este detalle, la mayoría de los programas trabajan con unidades de átomos/cm<sup>2</sup> y, algunas veces, proporcionan la conversión a nm, recomendando siempre al usuario tener reservas acerca del cálculo.



**Figura 3.3c.** Simulación del espectro de Reacciones Nucleares generadas por la interacción de los iones de deuterio con el nitrógeno para una película delgada de SiN/Si. En la figura se pueden observar las reacciones nucleares conocidas por el programa, para los parámetros establecidos antes de la simulación.

**Tabla III.2 Parámetros experimentales relacionados con la TAON EFA.**

Grupo de parámetros que muestran cómo se realiza el experimento:

Tipo de haz: Carbono 12

Energía del haz: 1000 keV

Geometría: IBM

Ángulo del detector: 45°

Ángulo de la normal del blanco respecto al haz: =60°.

Ángulo sólido del detector:  $\Omega = 1$  msr.

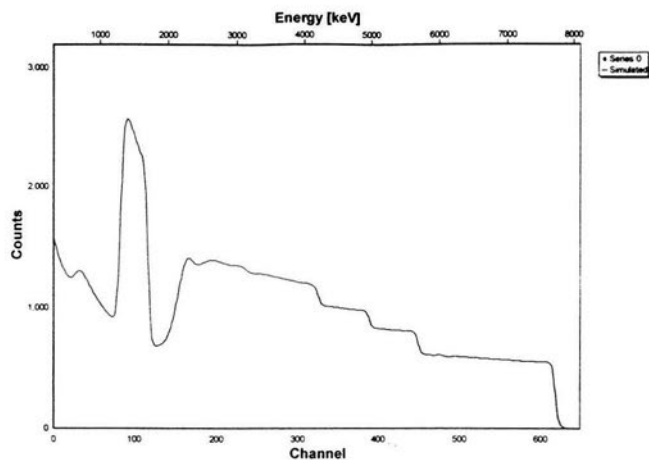
Resolución del detector: FWHM = 85 keV

Calibración del detector: Energía por canal= 11.99 keV/ch y Off set = 302 keV

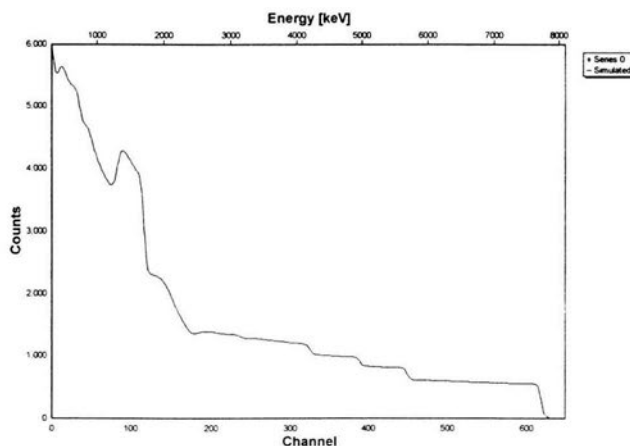
Dosis "D" = 2.208  $\mu$ C

**Datos del Blanco Hipotético:** Una capa de SiNH con 31.5 % de Si, 41.0 % de N y 27 % de H, de un espesor de 6774.27 monocapas atómicas, con 51 % de N y 49 % de Si.





**Figura 3.4a.** Simulación del espectro de energía EFA para una película delgada de SiNH sin sustrato. Podemos observar que un pico se presenta, es la representación del Hidrógeno en la muestra, los escalones restantes son referentes al silicio y el nitrógeno, respectivamente.



**Figura 3.4b.** Simulación del espectro de energía EFA para una película delgada de SiNH/Si. Al añadir el sustrato podemos observar que la altura del espectro se modifica, mostrando la contribución del mismo. El pico de hidrógeno se sigue observando, así como la parte representativa del Nitrógeno y el silicio en la película.

De la misma forma que la mostrada en el ejemplo, las muestras A, B, C, D, E, F fueron analizadas mediante el uso del paquete SIMNRA, se generaron simulaciones para el ajuste y a partir de ellas se obtuvieron los resultados para caracterizar a estas.

## III.2 DESARROLLO EXPERIMENTAL.

Considerando el proceso teórico expuesto en los capítulos I y II, nos es posible establecer un procedimiento experimental para realizar un análisis completo de las 6 muestras de SiN/Si en esta tesis. El experimento se divide en tres partes como se indica a continuación.

1ª Parte. Bombardeo de las 6 muestras usando un haz de iones de  $^3\text{He}$  como proyectil, generado con el acelerador de partículas Van de Graaff de 5.5 MV del IFUNAM, para obtener espectros de energía RBS.

2ª Parte. Bombardeo de las 6 muestras usando un haz de iones de  $^2\text{H}$  como proyectil, generado con el acelerador de partículas Van de Graaff de 5.5 MeV del IFUNAM, para obtener espectros de energía con una parte elástica (RBS) y una parte de Reacciones Nucleares (NRA).

3ª Parte. Bombardeo de las 6 muestras usando un haz de iones de  $^{12}\text{C}^{++}$  como proyectil, generado con el Acelerador Tandem de Partículas Van de Graaff de 6 MV del ININ, para obtener espectros de energía EFA.

A partir de la irradiación con los distintos haces, se produjeron 18 espectros de energía (3 para cada muestra), los cuales fueron ajustados con el paquete SIMNRA para obtener la composición elemental porcentual de las muestras en cuestión (incluyendo elementos ligeros), sus espesores y las relaciones existentes entre la producción de las muestras y los elementos que la constituyen.

Las condiciones experimentales, los espectros obtenidos, sus simulaciones y los resultados generados a partir de estas, son expuestos por separado en las siguientes secciones de este capítulo. Como se mencionó con anterioridad, llamamos a cada muestra A, B, C, D, E y F, donde la diferencia existente entre ellas, es la razón proporcional entre los gases reactantes usados para su producción.

## III.3 RESULTADOS OBTENIDOS DE LA IRRADIACIÓN CON HELIO III.

Las seis muestras fueron irradiadas con Helio 3 usando un arreglo RBS, es decir, colocando el detector detrás de la muestra para captar las partículas retrodispersadas.

Los parámetros del arreglo experimental son mostrados en la tabla III.3.

**TABLA III.3 Parámetros experimentales generales, concernientes a la irradiación de las 6 muestras con  $^3\text{He}$ .**

Tipo de haz: Helio III

Geometría: IBM

Ángulo del detector:  $\theta = 150^\circ$

Ángulo de la normal del blanco respecto al haz:  $\alpha = 0^\circ$

Ángulo sólido del detector:  $\Omega = 1 \text{ msr}$

Resolución del detector: FWHM = 30 keV

HELIO III				
Muestra	Energía [keV]	Desplazamiento de la energía [keV]	Energía por canal [keV/ch]	Dosis <sup>2</sup> [Partículas*sr]
A	2160	30.00	7.82	6.850 E 10
B	2190	31.10	7.88	7.210 E 10
C	2190	31.10	7.88	7.475 E 10
D	2200	31.10	7.88	7.439 E 10
E	2190	19.12	7.90	7.959 E 10
F	2190	19.12	7.90	6.315 E 10

A continuación son mostrados los 6 espectros de energía generados por la irradiación con  $^3\text{He}$  con los parámetros de la tabla anterior. En ellos, aparece la simulación obtenida en el SIMNRA, mostrando las concentraciones elementales en el espectro.

<sup>2</sup> Este dato es referente al parámetro conocido como dosis ó "carga", se ha escrito así porque es la forma en la que el programa lo requiere, su equivalencia en  $\mu\text{C}$  surge de una relación sencilla, y es explicada en la sección 3.1.1 de este capítulo. En forma simple, si se quiere encontrar el valor en  $\mu\text{C}$ , sólo tiene que realizarse el producto del valor por el ángulo sólido y dividirse entre  $6.24 \times 10^{12}$ , que es el número de partículas por cada  $\mu\text{C}$ .

**TESIS CON  
FALLA DE ORIGEN**

Los parámetros del arreglo experimental son mostrados en la tabla III.3.

**TABLA III.3 Parámetros experimentales generales, concernientes a la irradiación de las 6 muestras con  $^3\text{He}$ .**

Tipo de haz: Helio III

Geometría: IBM

Ángulo del detector:  $\theta = 150^\circ$

Ángulo de la normal del blanco respecto al haz:  $\alpha = 0^\circ$

Ángulo sólido del detector:  $\Omega = 1 \text{ msr}$

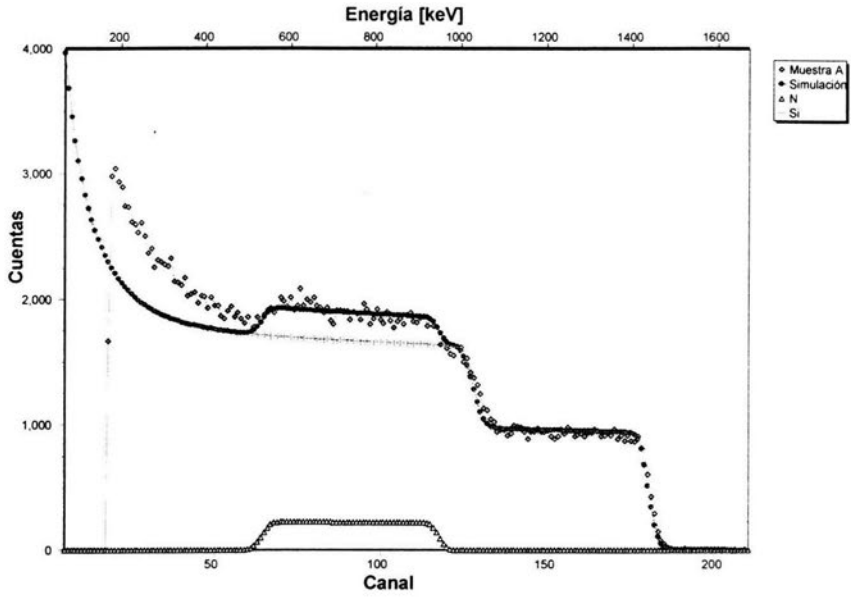
Resolución del detector: FWHM = 30 keV

<b>HELIO III</b>				
<b>Muestra</b>	<b>Energía [keV]</b>	<b>Desplazamiento de la energía [keV]</b>	<b>Energía por canal [keV/ch]</b>	<b>Dosis<sup>2</sup> [Partículas*sr]</b>
<b>A</b>	2160	30.00	7.82	6.850 E 10
<b>B</b>	2190	31.10	7.88	7.210 E 10
<b>C</b>	2190	31.10	7.88	7.475 E 10
<b>D</b>	2200	31.10	7.88	7.439 E 10
<b>E</b>	2190	19.12	7.90	7.959 E 10
<b>F</b>	2190	19.12	7.90	6.315 E 10

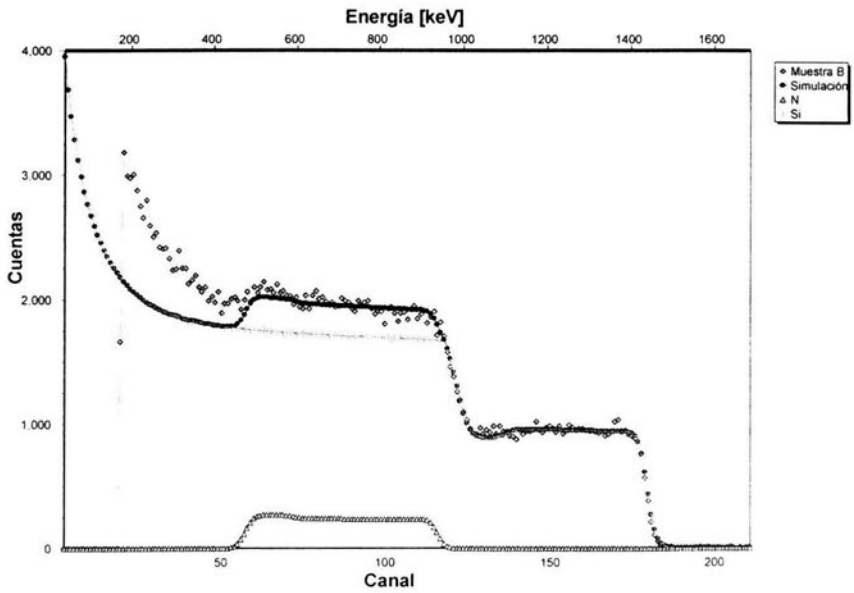
A continuación son mostrados los 6 espectros de energía generados por la irradiación con  $^3\text{He}$  con los parámetros de la tabla anterior. En ellos, aparece la simulación obtenida en el SIMNRA, mostrando las concentraciones elementales en el espectro.

<sup>2</sup> Este dato es referente al parámetro conocido como dosis ó "carga", se ha escrito así porque es la forma en la que el programa lo requiere, su equivalencia en  $\mu\text{C}$  surge de una relación sencilla, y es explicada en la sección 3.1.1 de este capítulo. En forma simple, si se quiere encontrar el valor en  $\mu\text{C}$ , sólo tiene que realizarse el producto del valor por el ángulo sólido y dividirse entre  $6.24 \times 10^{12}$ , que es el número de partículas por cada  $\mu\text{C}$ .

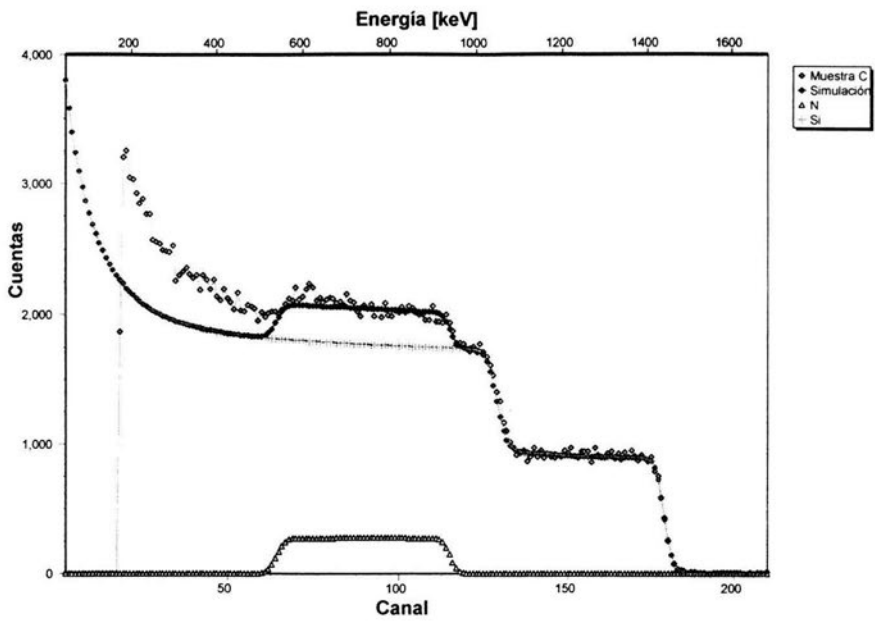
**Figura 3.5 ESPECTROS DE ENERGÍA RBS PARA CADA UNA DE LAS 6 MUESTRAS BOMBARDEADAS CON  $^3\text{He}$ .**



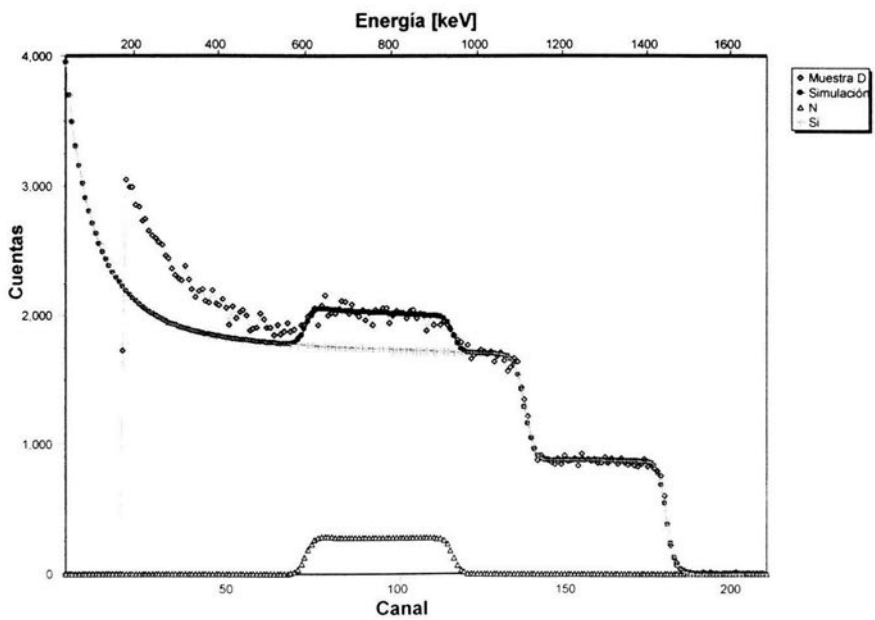
**MUESTRA A**



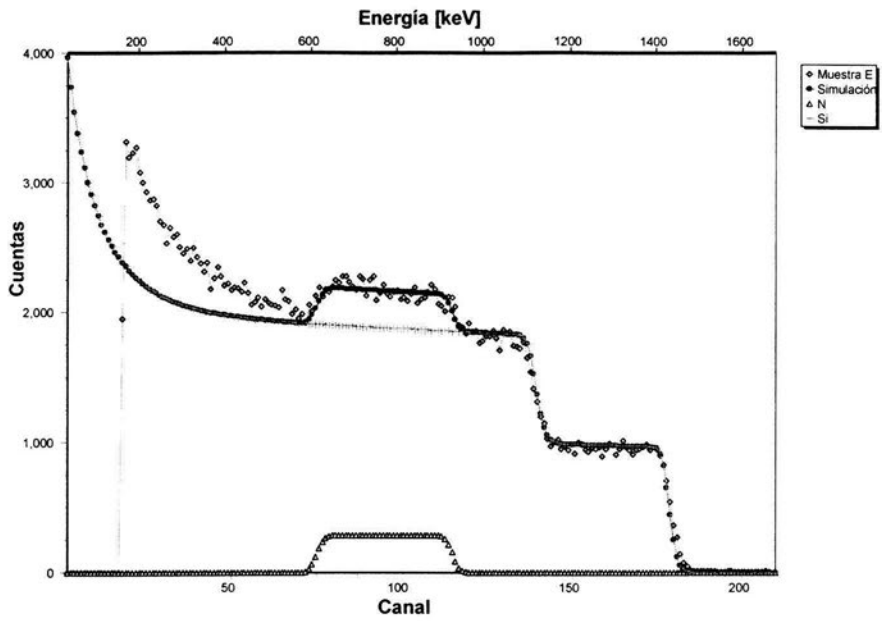
**MUESTRA B**



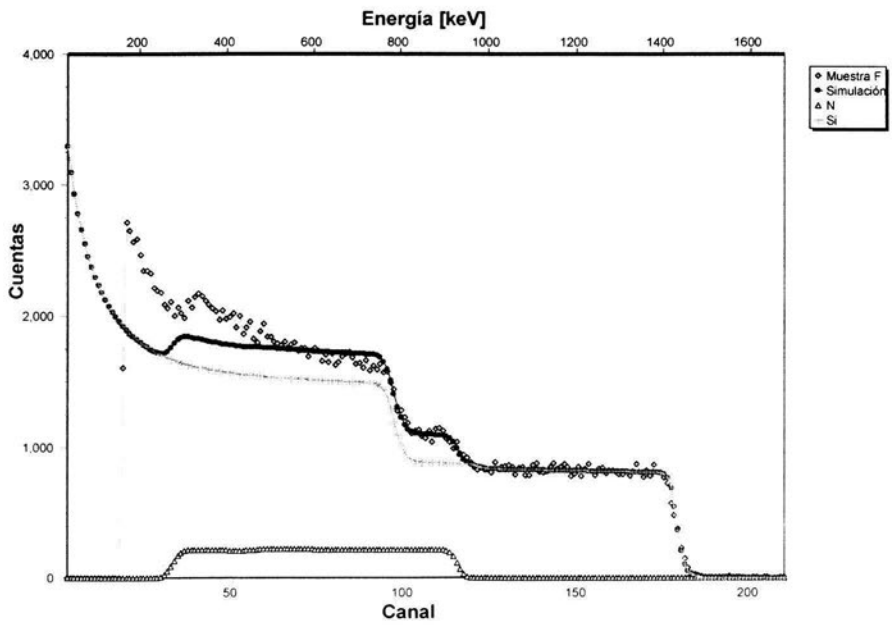
MUESTRA C



MUESTRA D



MUESTRA E



MUESTRA F

**Tabla III.4 Resultados obtenidos de la simulación de los espectros de energía RBS bombardeados con  $^3\text{He}$ .**

HELIO 3	Capa 1			Capa 2		
Muestra	Espesor [átomos/cm <sup>2</sup> ]	Concentración de Si (%)	Concentración de N (%)	Espesor [átomos/cm <sup>2</sup> ]	Concentración de Si (%)	Concentración de N (%)
A	5500(550)	49.6(2.5)	50.4(2.5)			
B	5900(460)	47.9(2.4)	52.1(2.6)	1500(150)	43.2(2.2)	56.8(2.8)
C	3610(360)	42.9(2.1)	57.1(2.9)	1800(180)	43.9(2.2)	56.1(2.8)
D	4000(400)	42.1(2.1)	57.9(2.9)	700(70)	40.1(2.0)	59.9(3.0)
E	4280(430)	44.0(2.2)	56.0(2.8)			
F	6150(620)	46.6(2.3)	53.4(2.7)	2210(221)	49.5(2.5)	50.5(2.5)

Como podemos observar en los espectros de energía de la figura 3.5, tenemos simulaciones muy buenas de cada uno. El espectro, la simulación y las concentraciones individuales, pueden observarse en las figuras. Para algunos de los ajustes, fue necesario utilizar más de una capa como puede verse en la Tabla III.4, lo que indica, una distribución porcentual diferente hacia el interior de la muestra<sup>3</sup>. Aparentemente, cada una de las seis muestras está constituida, solamente de nitrógeno y silicio. La teoría de RBS, especifica que esta técnica no es muy recomendable para observar elementos ligeros en la muestra, sin embargo, los elementos, a partir de cierto número atómico, pueden observarse fácilmente. Una forma de comprobar si es que las películas contienen otros elementos, es conociendo la razón porcentual. En la sección I.3, se habló de este tipo de películas, mencionando que la película ideal debe estar constituida por 57 % de Nitrógeno y 43 % de Silicio. En tal caso, la razón porcentual N/Si debe ser igual a 1.3. En la figura 3.6 puede observarse una relación entre esta razón y los resultados obtenidos.

<sup>3</sup> **Nota Aclaratoria.** Para los datos obtenidos en la Tabla III.4, se está considerando una incertidumbre tipo B [36] del detector de un 10 % de cada medición para el caso de los espesores, y un 5 % de cada medición para el caso de las concentraciones encontradas. A partir de este punto, para cada tabla que establezca resultados de simulaciones, los mismos parámetros de incertidumbre serán considerados.





**Figura 3.6** Gráfica de la razón porcentual para cada muestra.

La grafica de la fig 3.6 nos da cierta información acerca de la muestras; sólo una de ellas se presenta con la razón ideal, las demás presentan fluctuaciones. Considerando esto, podemos pensar que quizás existan más elementos en la muestra que estén ocasionando estas fluctuaciones. Con este antecedente se realizó la segunda parte del experimento.

#### **III.4 RESULTADOS OBTENIDOS DE LA IRRADIACIÓN CON DEUTERIO.**

Al irradiar con deuterio es prácticamente seguro que se obtendrán reacciones nucleares, de hecho, casi con cualquier material, se tendrán reacciones al bombardear con deuterio usando un haz de baja energía. Por está causa, una de las técnicas más recurrentes para la detección de elementos ligeros, es el Análisis de Reacciones Nucleares [33]. Las secciones nucleares son bien conocidas y ya hemos hecho mención de los sitios en los que podemos encontrarlas, también mencionamos que el programa SIMNRA tiene una biblioteca de secciones de reacciones nucleares. Con estos antecedentes se realizó la segunda parte del experimento, es decir, el bombardeo de las 6 muestras de SiN utilizando un haz de deuterio.

Las condiciones experimentales para la realización de esta parte son mostradas en la tabla III.5, un arreglo igual al de RBS se monta, el objetivo es obtener un espectro de energías con una parte elástica y otra parte de reacciones nucleares.

**TABLA III.5 Parámetros experimentales generales, concernientes a la irradiación de las 6 muestras con  $^3\text{He}$**

Tipo de haz: Deuterio

Geometría: IBM

Ángulo del detector:  $\theta = 150^\circ$

Ángulo de la normal del blanco respecto al haz:  $\alpha = 0^\circ$

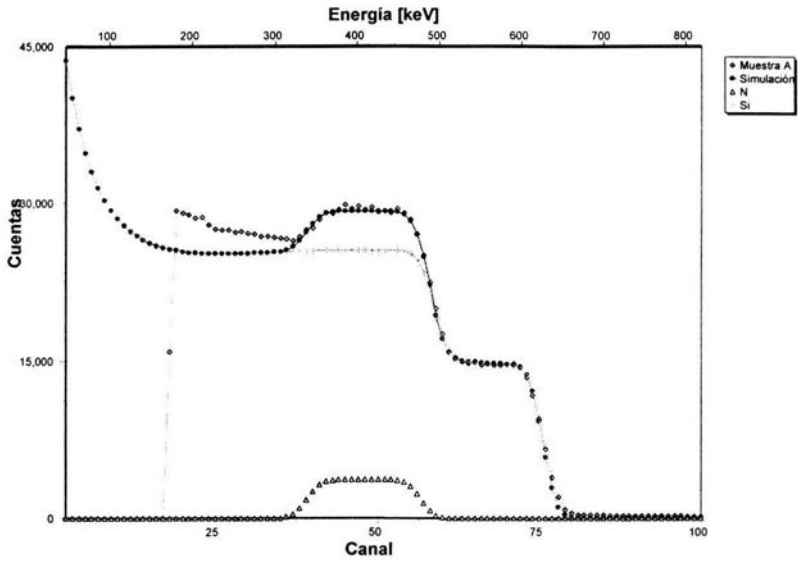
Ángulo sólido del detector:  $\Omega = 1 \text{ msr}$

Resolución del detector: FWHM = 30 keV

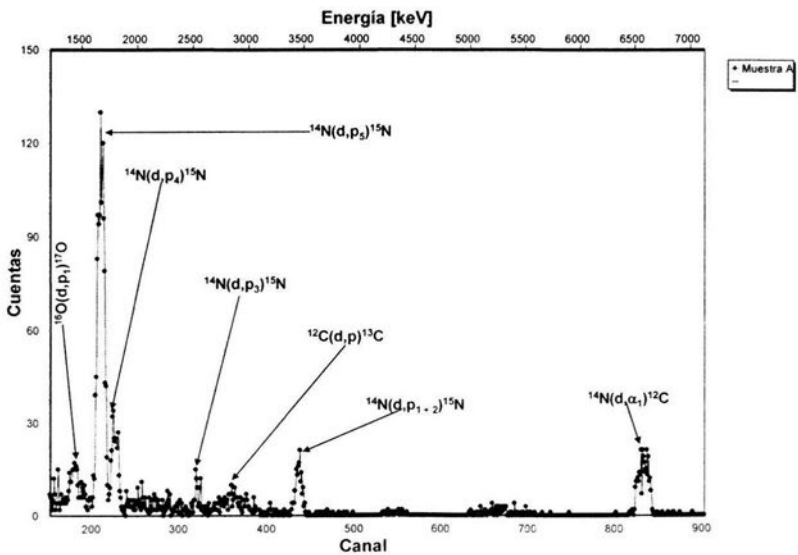
<b>DEUTERIO</b>				
<b>Muestra</b>	<b>Energía [keV]</b>	<b>Desplazamiento de la energía [keV]</b>	<b>Energía por canal [keV/ch]</b>	<b>Partículas*sr</b>
<b>A</b>	825	31.10	7.88	2.145 E 11
<b>B</b>	827	31.10	7.88	1.296 E 11
<b>C</b>	816	24.49	7.85	2.594 E 11
<b>D</b>	820	29.90	7.78	2.352 E 11
<b>E</b>	816	19.12	7.90	2.650 E 11
<b>F</b>	825	26.27	7.88	2.630 E 11

A continuación son mostrados los espectros de energía generados por la irradiación con deuterio con los parámetros de la tabla anterior (Figura 3.7) para cada muestra se presentan dos partes del espectro generado; primero la parte elástica y, posteriormente, la parte de reacciones nucleares (las cuales se observan a energías mayores). En la parte elástica aparece la simulación obtenida en el SIMNRA, mostrando las concentraciones elementales en el espectro; en la parte de Reacciones Nucleares, aparece la señalización de las reacciones identificadas en el espectro.

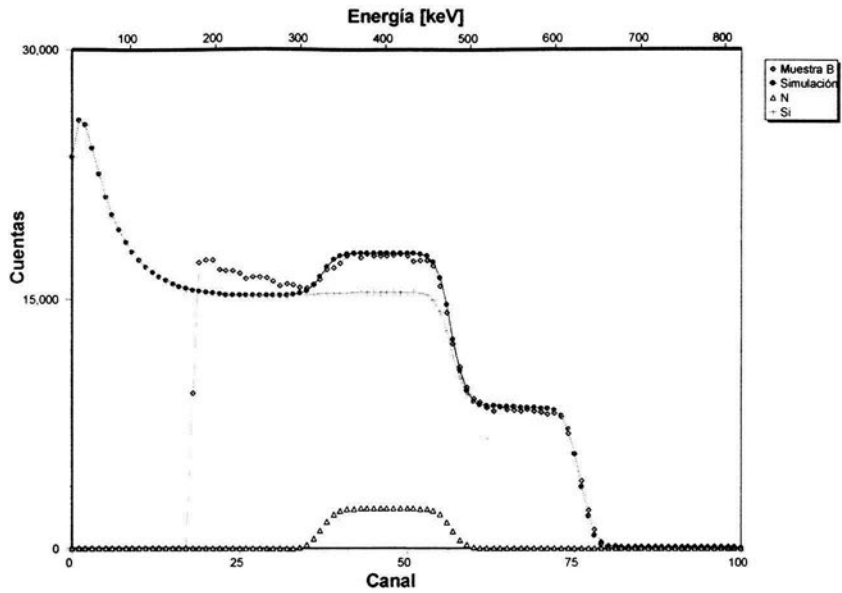
**Figura 3.7 ESPECTROS DE ENERGÍA RBS y NRA PARA CADA UNA DE LAS 6 MUESTRAS BOMBARDEADAS CON  $^2\text{H}$ .**



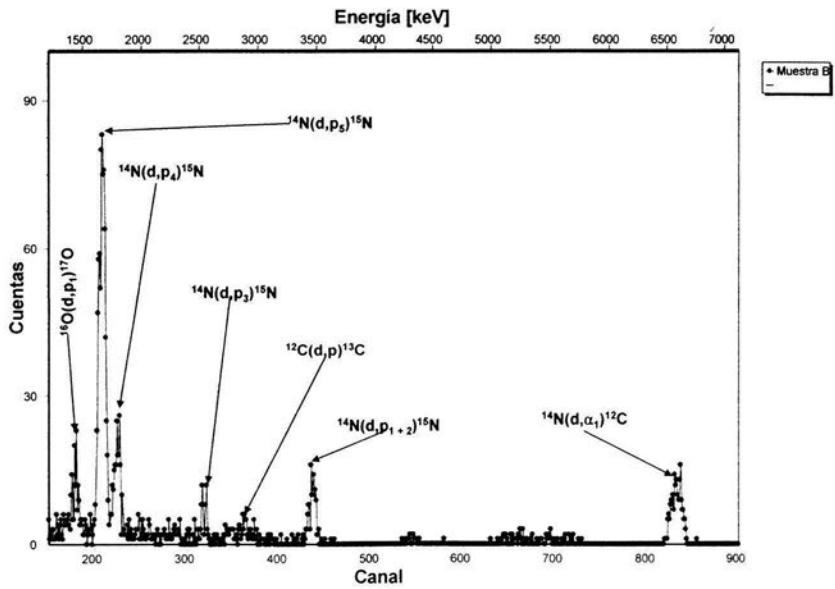
**MUESTRA A (Parte Elástica.)**



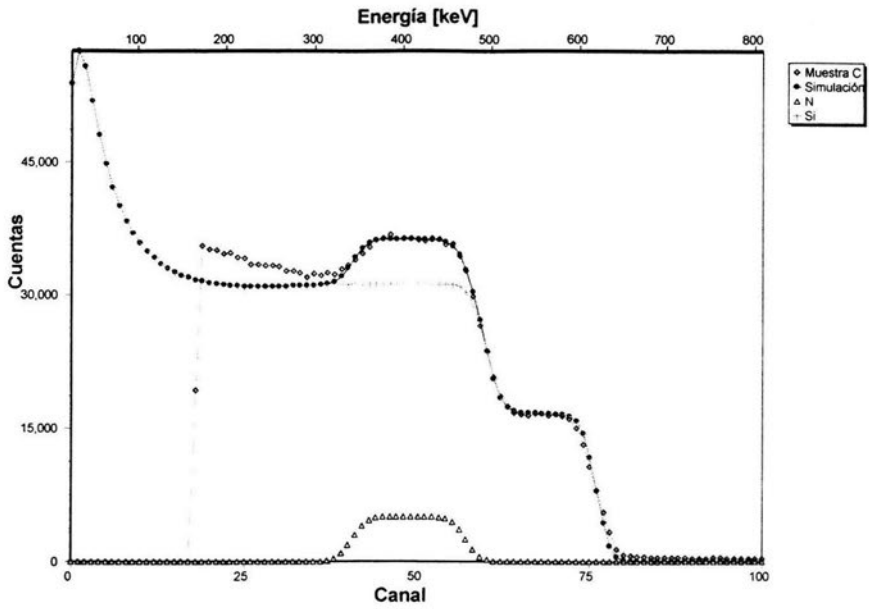
**MUESTRA A (Reacciones Nucleares.)**



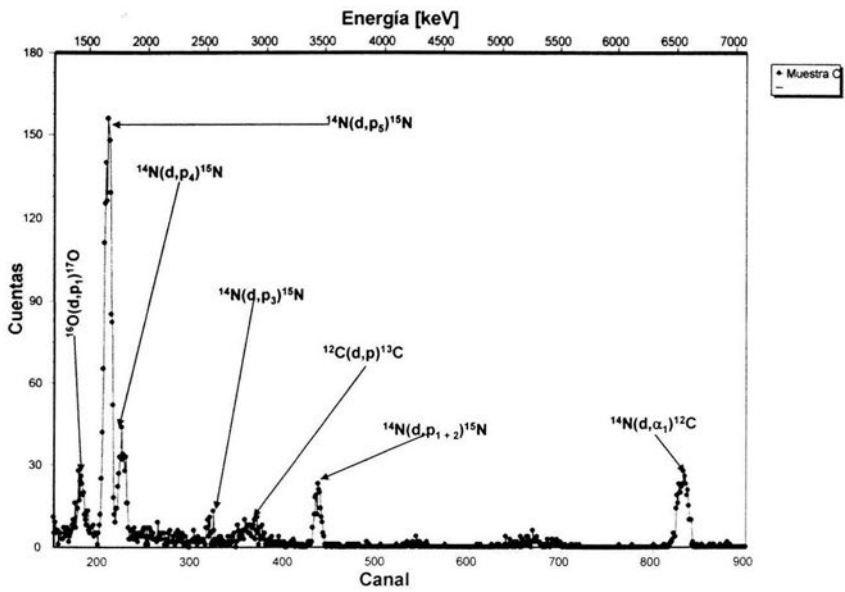
MUESTRA B (Parte Elástica.)



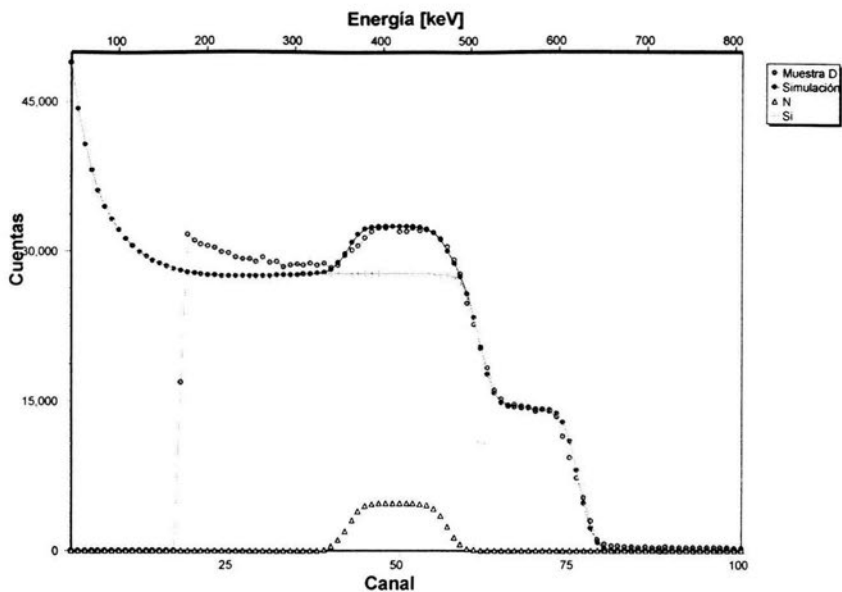
MUESTRA B (Reacciones Nucleares.)



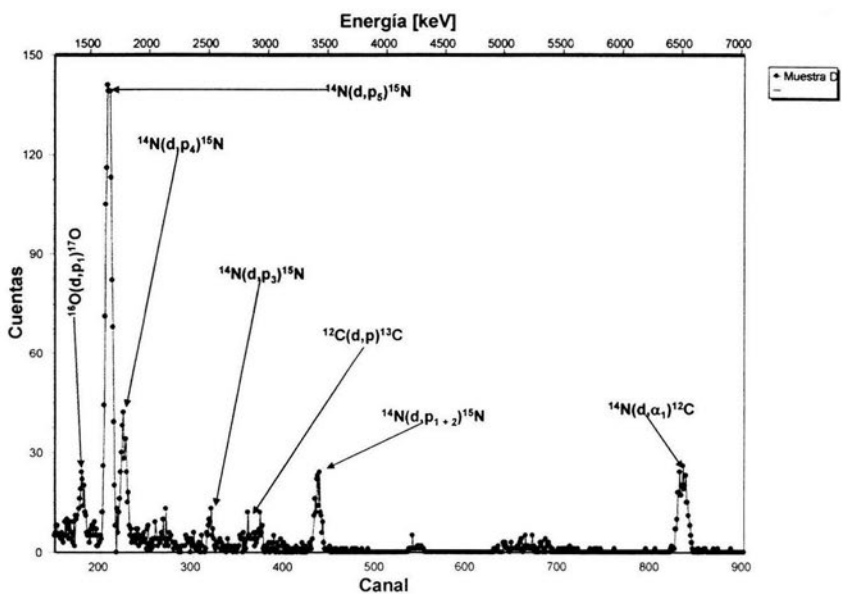
MUESTRA C (Parte Elástica.)



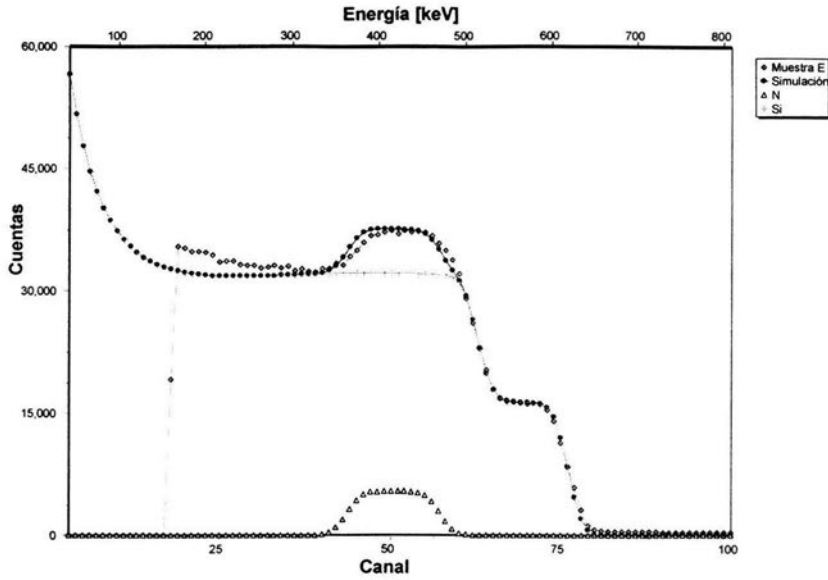
MUESTRA C (Reacciones Nucleares.)



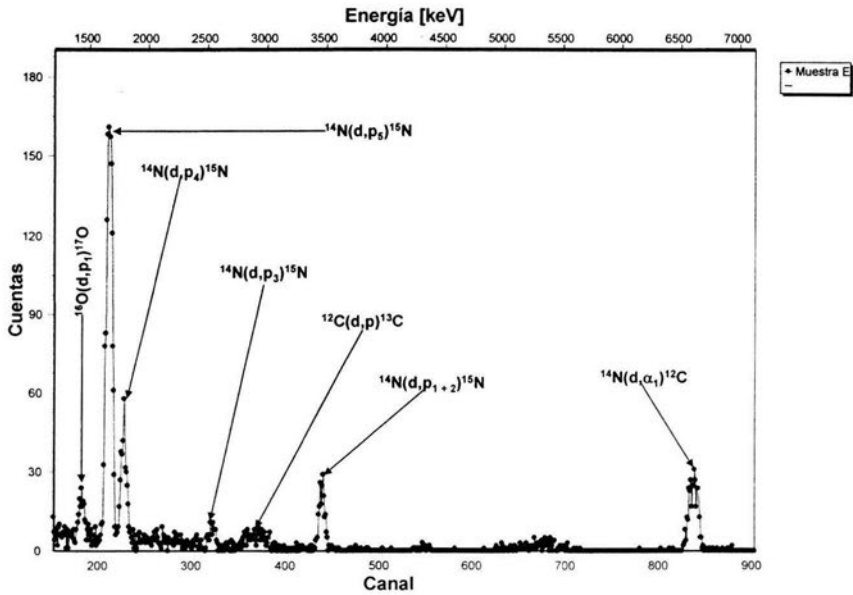
MUESTRA D (Parte Elástica.)



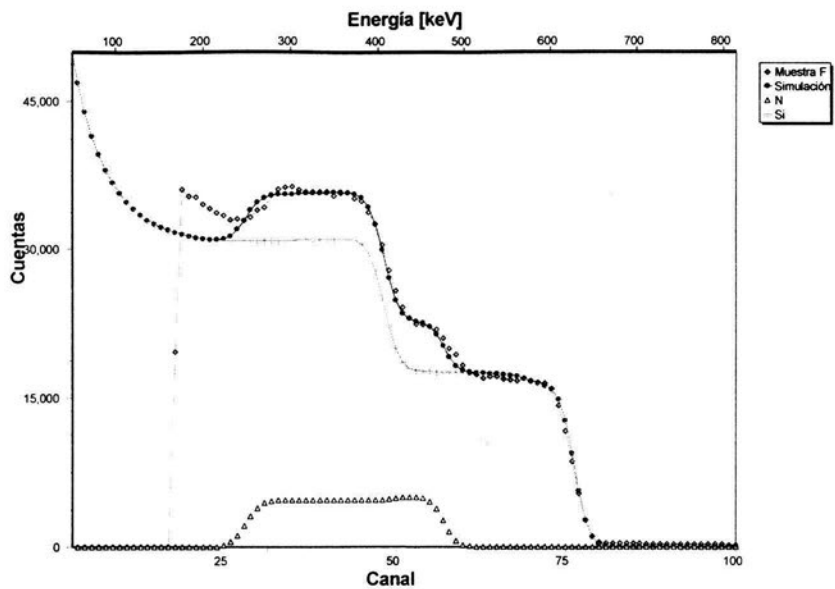
MUESTRA D (Reacciones Nucleares.)



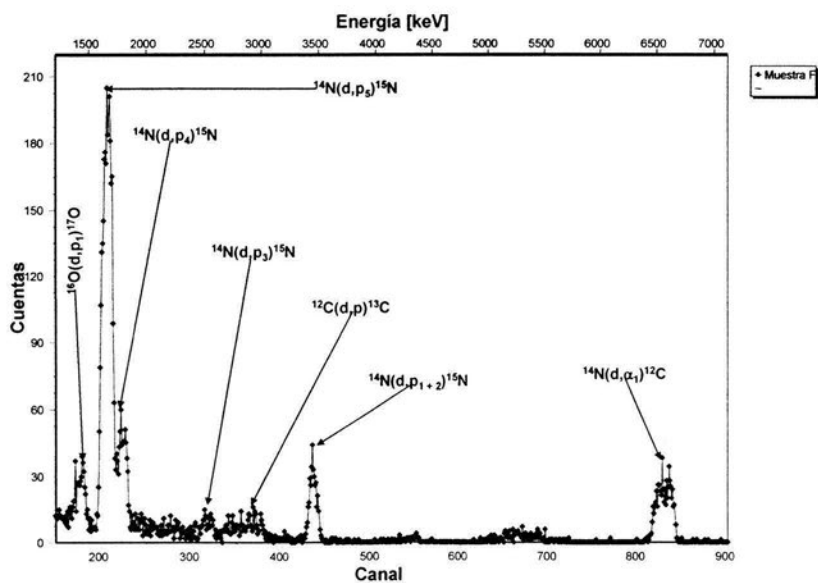
MUESTRA E (Parte Elástica.)



MUESTRA E (Reacciones Nucleares.)



MUESTRA F (Parte Elástica.)



MUESTRA F (Reacciones Nucleares.)

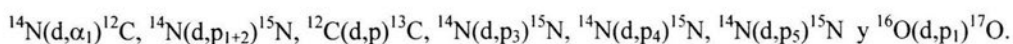


**Tabla III.6 Resultados obtenidos de la simulación de los espectros de energía RBS y NRA bombardeados con Deuterio.**

DEUTERIO	Capa 1					Capa 2			
	Esesor [átomos/cm <sup>2</sup> ]	Si (%)	N (%)	O (%)	C (%)	Esesor [átomos/cm <sup>2</sup> ]	Si (%)	N (%)	O (%)
A	5250(530)	48.9(2.4)	45.1(2.3)	3.0(0.2)	3.0(0.2)				
B	5900(590)	45.9(2.3)	46.1(2.3)	6.0(0.3)	2.0(0.1)				
C	5000(500)	44.2(2.2)	47.8(2.4)	4.0(0.2)	4.0(0.2)				
D	4550(460)	42.0(2.1)	52.0(2.6)	4.0(0.2)	2.0(0.1)				
E	4280(430)	42.0(2.1)	52.0(2.6)	3.5(0.2)	2.5(0.1)				
F	2210(220)	43.3(2.2)	54.2(2.7)		2.5(0.1)	6130(610)	46.6(2.3)	47.4(2.4)	6.0(0.3)

Como podemos observar en los espectros de la figura 3.7 (parte elástica), un ajuste se logra para las muestras de SiN. Sin embargo, gracias a la aparición de reacciones nucleares es posible reconocer dos elementos ligeros, Oxígeno y Carbono. En la figura 3.7 (Reacciones Nucleares) podemos observar para cada muestra, un total de siete reacciones nucleares localizadas e identificadas. Un total de 5 reacciones son debidas a la presencia de Nitrógeno en la muestra; las dos reacciones restantes pueden identificarse como generadas, una por la presencia de **oxígeno** (<sup>16</sup>O) y la otra por la presencia de **carbono** (<sup>12</sup>C).

Las reacciones nucleares localizadas en los espectros de energía (fig. 3.6 reacciones nucleares) son las siguientes:



Las energías a las cuales aparecen estas reacciones pueden localizarse, ya sea mediante su ubicación en el eje superior de cada espectro analizado, o bien en la tabla II.2 de reacciones nucleares en el capítulo anterior. Otros parámetros de estas reacciones, como la  $Q$  de la reacción, pueden localizarse en la misma tabla.

Las aparición de las reacciones <sup>12</sup>C(d,p)<sup>13</sup>C y <sup>16</sup>O(d,p)<sup>17</sup>O en los espectros, demuestran la existencia de <sup>12</sup>C y <sup>16</sup>O en las muestras. Con ayuda del SIMNRA, las alturas de los picos pertenecientes a estas reacciones fueron medidas y las concentraciones de estos dos elementos pueden calcularse.

La composición elemental encontrada para cada muestra, así como los espesores de las capas componentes para realizar el ajuste, son mostradas en la tabla III.6. De los resultados de dicha tabla, podemos ver que el oxígeno y el carbono se presentan en muy bajas cantidades, estos elementos pueden añadirse por diversas causas: para el caso del oxígeno, contaminación en la cámara de bombardeo y exposición al ambiente; en lo referente al carbono, su presencia se debe a que durante el bombardeo de la muestra, el haz transporta C, ya que el vacío de la línea es del orden de  $10^{-6}$  torrs y contiene átomos de hidrocarburos. Sin embargo, para casos prácticos, la cantidad de materia perteneciente a estos dos elementos presente en las muestras, es despreciable.

Hasta este punto, han sido localizados dos elementos ligeros en las muestras. La tercera parte del experimento se realizó especialmente para localizar un elemento más, el Hidrógeno. Este elemento no es detectable utilizando RBS ó NRA, como ya hemos visto en la 1ª y 2ª partes del experimento. Sin embargo su presencia en las muestras es prácticamente segura, considerando que los gases reactantes utilizados para producir las muestras, contienen Hidrógeno. Por esta razón, otra TAON tuvo que ser utilizada para la detección de este elemento. La descripción de esta última parte del experimento se presenta en la siguiente sección.

### **III.5 LA IRRADIACIÓN CON CARBONO.**

Para realizar esta parte del experimento, una técnica analítica especial fue utilizada, está técnica ya ha sido mencionada en otras partes de esta tesis. Nos referimos a la TAON Elastic Forward Análisis (EFA). Con esta técnica es posible realizar un análisis más completo de las muestras en cuestión. Debido a la importancia de esta técnica para la conclusión de este trabajo, una descripción de la misma se presenta a continuación.

#### **III.5.1 La técnica EFA (Elastic Forward Analysis.)**

La técnica EFA tiene el propósito de identificar, tanto elementos pesados como elementos ligeros. Mediante un arreglo similar al de RBS (Fig 1.3 Cap. I), sólo que en este caso, con el detector colocado de frente al blanco (i.e. para valores de  $\theta$  pequeños). El EFA consigue la detección de elementos dispersados “por delante” del blanco [34]. Para obtener este tipo de dispersión es necesario utilizar un proyectil más pesado que los usados comúnmente;  ${}^7\text{Li}$  ó  ${}^{12}\text{C}$  son iones que pueden usarse

para esta técnica. Por otro lado, el hecho de utilizar un ión más pesado consigue generar partículas de retroceso, en este caso, desprender los átomos de hidrógeno de la muestra, los cuales también son capturados por el detector. Al final, se logra obtener un espectro de energías que presenta contribuciones tanto de átomos pesados como de hidrógeno.

La técnica RBS nos permitió identificar y cuantificar el Silicio y el Nitrógeno, desafortunadamente, esta técnica no es buena para detectar núcleos ligeros ( $Z \leq 6$ ). Utilizando la TAON ERDA (Energy Recoil Detection Analysis) se pueden detectar fácilmente elementos ligeros, sin incluir los más pesados. La TAON EFA, es una combinación de RBS y ERDA, simplemente, excluye el filtro que se coloca generalmente para evitar que las partículas pesadas entren al detector en ERDA, consiguiendo un espectro de dispersión de Rutherford superpuesto con un pico obtenido de la detección de Hidrógeno. Usando esta técnica es posible generar una caracterización más completa para películas delgadas del tipo de las muestras analizadas en esta tesis.

### III.6 PARÁMETROS INICIALES Y RESULTADOS DE LA IRRADIACIÓN CON CARBONO.

Como se mencionó en la sección anterior, usando la técnica EFA se irradiaron nuevamente las muestras de SiN, esta vez, en el laboratorio del Acelerador Van de Graaff del ININ, con el propósito de detectar Hidrógeno en las muestras. Los iones de carbono 12 son obtenidos de una fuente SNICS II conectada al acelerador. La tabla III.7 muestra las condiciones iniciales tomadas para realizar esta última parte del experimento.

**TABLA III.7 Parámetros experimentales generales, concernientes a la irradiación de las 6 muestras con  $^{12}\text{C}^{++}$ .**

Tipo de haz: Carbono  $^{12++}$

Geometría: IBM

Ángulo del detector:  $\theta = 45^\circ$

Ángulo de la normal del blanco respecto al haz:  $\alpha = 60^\circ$

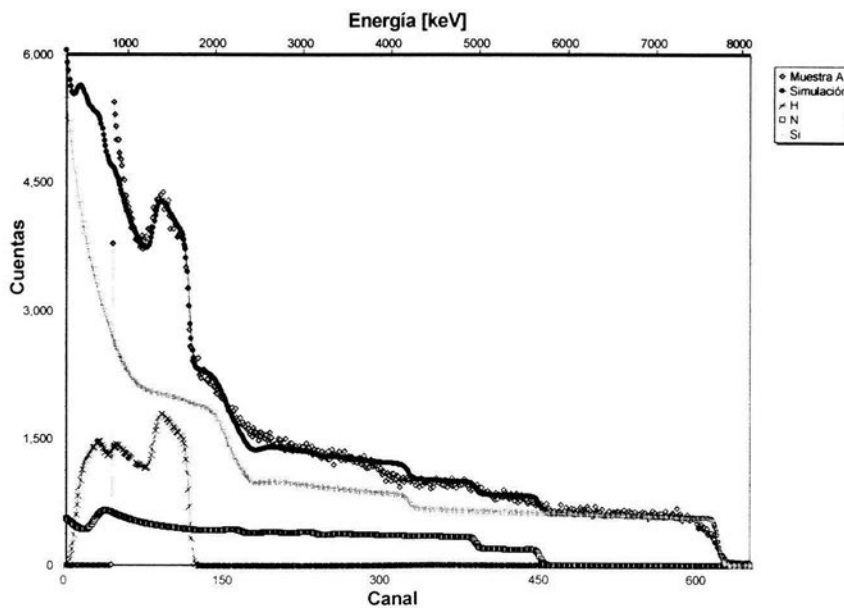
Ángulo sólido del detector:  $\Omega = 1 \text{ msr}$

Resolución del detector: FWHM = 85 keV

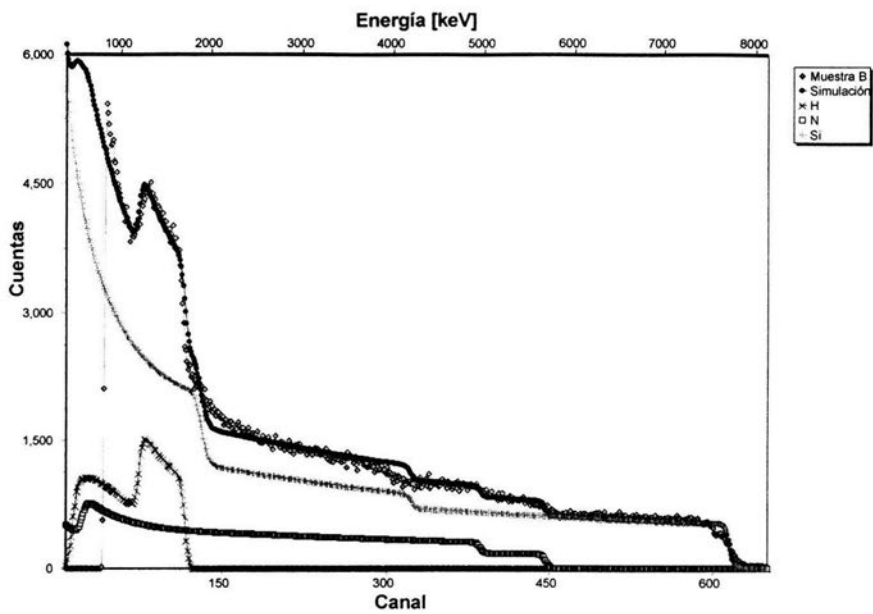
CARBONO 12++				
Muestra	Energía [keV]	Desplazamiento de la energía [keV]	Energía por canal [keV/ch]	Paticulas*sr
A	10000	302.00	11.99	1.369 E 10
B	10000	312.49	12.03	9.145 E 09
C	10000	322.11	11.96	1.295 E 10
D	10000	302.00	11.99	2.257 E 10
E	10000	302.00	11.99	1.102 E 10
F	10000	302.00	11.99	1.361 E 10

A continuación son mostrados los espectros de energía EFA (Figura III.8) obtenidos de la irradiación con iones de Carbono, los cuales fueron ajustados por el programa SIMNRA de acuerdo a los parámetros iniciales mostrados arriba.

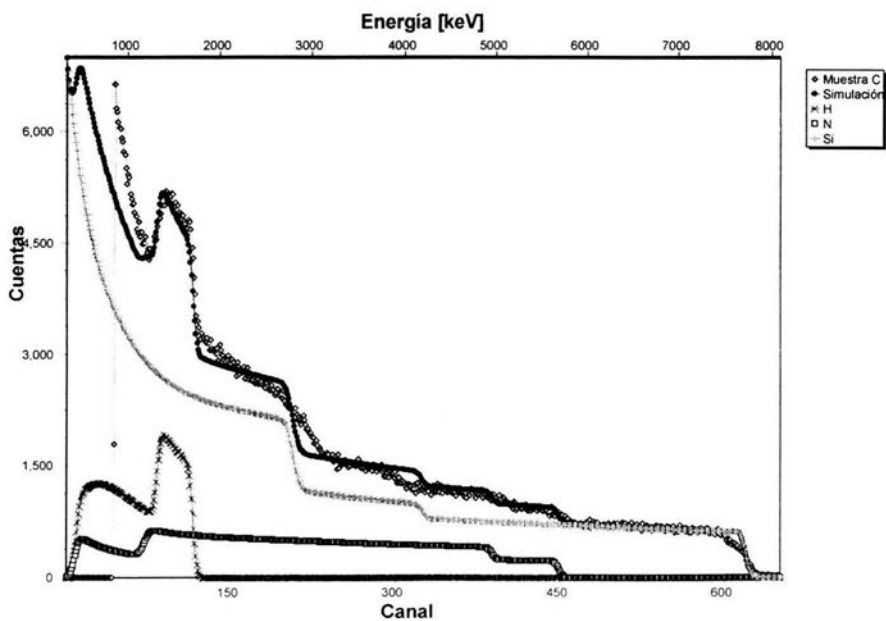
**Figura 3.8 ESPECTROS DE ENERGÍA EFA PARA CADA UNA DE LAS 6 MUESTRAS BOMBARDEADAS CON  $^{12}\text{C}^{++}$ .**



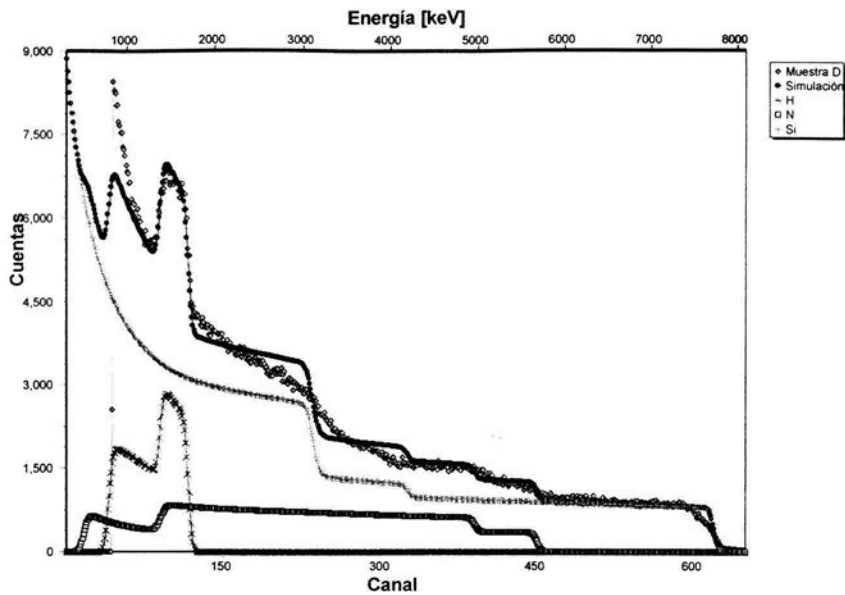
**MUESTRA A**



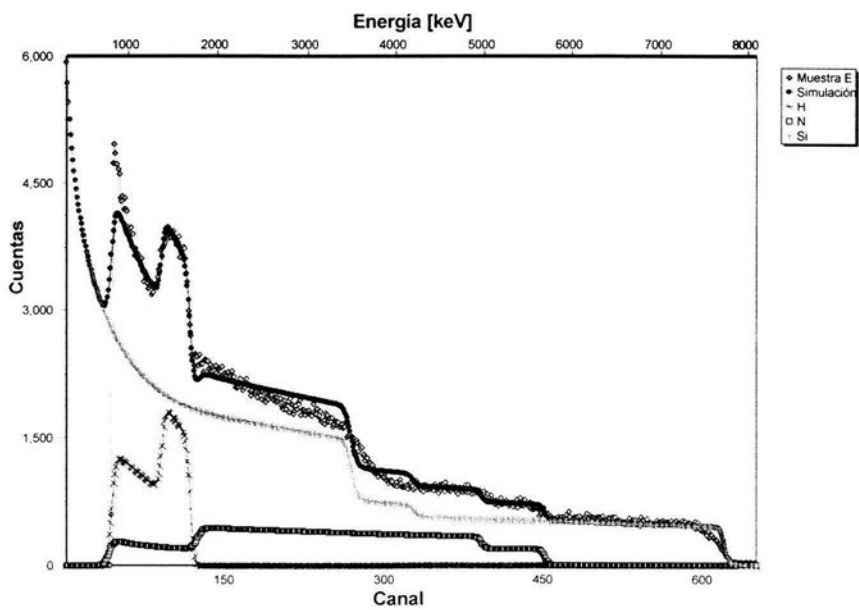
MUESTRA B



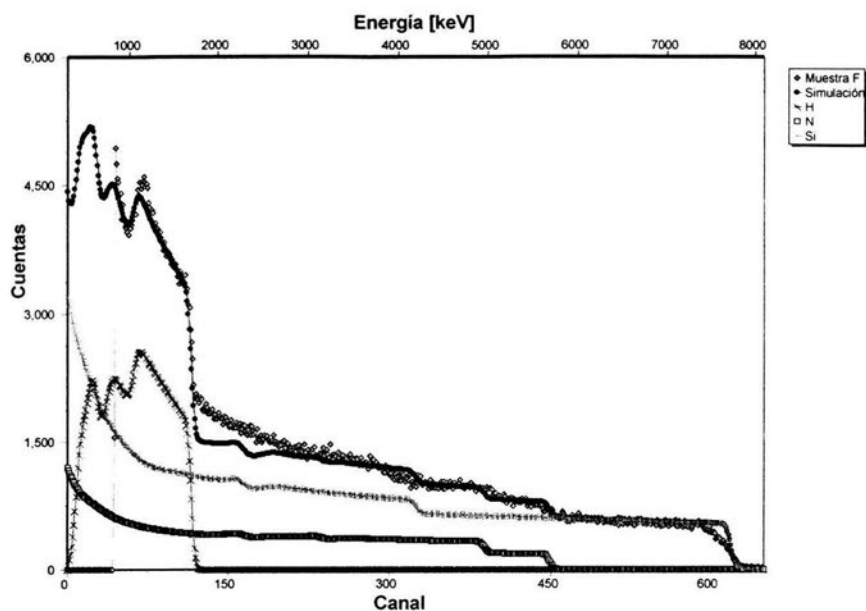
MUESTRA C



MUESTRA D



MUESTRA E



MUESTRA F

Tabla III.8 Resultados obtenidos de la simulación de los espectros de energía EFA bombardeados con Carbono.

Muestra	A	B	C	D	E	F
Espesor (átomos/cm <sup>2</sup> )	6770(680)	7890(790)	6580(660)	5700(570)	5820(580)	11000(1100)
Concentración de Si (%)	31.5(1.6)	33.4(1.7)	30.5(1.7)	27.4(1.4)	26.7(1.3)	29.7(1.5)
Concentración de N (%)	41.0(2.1)	40.2(2.0)	42.3(2.1)	45.6(2.3)	42.0(2.1)	39.0(2.0)
Concentración de H (%)	27.4(1.4)	26.4(1.3)	27.2(1.4)	26.9(1.3)	31.3(1.6)	31.3(1.6)
Razón (NH <sub>3</sub> /SiH <sub>4</sub> )	1.8	2.4	2.9	3.5	3.9	5.9

En la tabla III.8 son mostrados los resultados obtenidos después de realizar el ajuste con el programa SIMNRA, de los espectros de energía EFA generados por el bombardeo con un haz de carbono para cada una de las muestras de SiN. En esta tabla también son incluidas las razones proporcionales de Amonia/Silano que presenta el laboratorio que produjo las 6 muestras. Como se puede observar, sólo una capa fue necesaria para realizar el ajuste y en esta ocasión, la presencia del Hidrógeno es observable. Para cada una de las muestras existe una cantidad notoria de Hidrógeno (30 % aprox), la cual no pudo ser detectada en los espectros generados con Helio III y Deuterio. En este

momento podemos decir, que las películas de SiN, tienen una componente importante de Hidrógeno, razón por la cual, en los espectros de Helio III existían fluctuaciones de la razón N/Si.

El hidrógeno aparece debido a que en las moléculas de ambos gases reactantes se tiene a dicho elemento, y en la cámara de depósito pueden generarse enlaces del tipo Si-H y N-H, que pueden depositarse en la muestra. De hecho, los sustratos utilizados para el depósito, también se contaminaron con Hidrógeno<sup>4</sup>. Cuando se usa esta técnica de depósito (PECVD) es prácticamente inminente la presencia de hidrógeno en las películas generadas, por este motivo, muchas veces son nombradas en la literatura como películas SiNH.

Gracias al uso de la Técnica EFA fue posible caracterizar de forma real las muestras, que a partir de este punto llamaremos películas SiNH/Si, considerando el Hidrógeno descubierto. Ahora, es importante observar si existe una relación directa entre las razones Amonia/Silano, y el Hidrógeno encontrado en cada muestra. En la gráfica de la figura 3.9 podemos observar la relación entre estos dos parámetros, comparándolos para cada muestra.

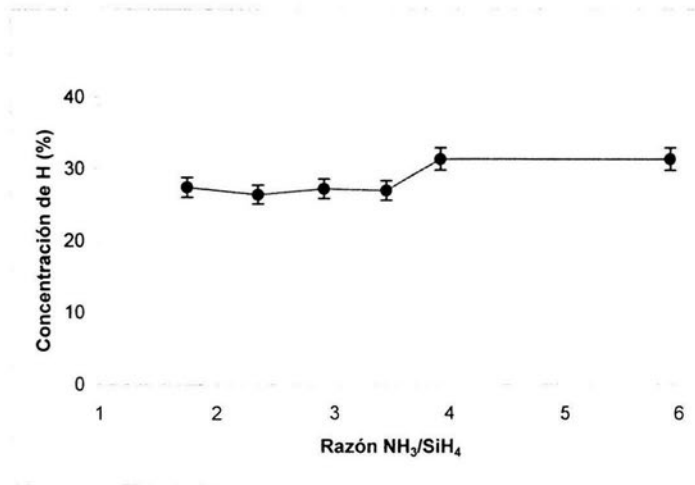


Figura 3.9 Concentración de Hidrógeno en función de la razón ( $\text{NH}_3/\text{SiH}_4$ ).

<sup>4</sup> Según lo descrito en el ajuste de SIMRA, este dato numérico no se incluye en los análisis, por carecer de importancia real. La parte del sustrato, puede observarse, como se muestra en los ejemplos de la sección 3.1.2, en la parte de bajas energías, como el escalón más grande del espectro.



Como se puede observar en esta gráfica, la contribución de hidrógeno permanece prácticamente constante para las 4 primeras muestras, y se eleva un 4 % para las dos últimas. En general, los cambios en la concentración de Hidrógeno para las 6 muestras son mínimos, por lo que podemos decir que se mantiene casi constante, y que no depende de la razón proporcional existente entre los gases reactantes. Esto se puede interpretar de la siguiente forma: *“Sin importar la cantidad de gas Amonia usado con respecto a la cantidad usada de gas Silano, la cantidad de Hidrógeno depositada en la muestra será aproximadamente la misma”*. “Quizás podríamos decir, en razón de las muestras E y F, que si la cantidad de amonia aumenta en demasía, la concentración de Hidrógeno crecerá paulatinamente; necesitaríamos razones de valor mayor para asegurar este punto, por el momento, solo podemos decir que la sucesión de puntos describe, en términos generales, una constante.

### **III.6.1 La presencia del Hidrógeno en películas delgadas de SiN.**

Un problema existente en la producción de películas de SiN, que no es tan fácil de depurar es la presencia del Hidrógeno dentro del enlace SiN, el cual genera una estructura H-SiN. El Hidrógeno aparece por el modo de obtención de las películas SiN [4,35]. Para poder obtener una película SiN es necesario generarla a partir de dos compuestos precursores. Los compuestos utilizados comúnmente para la obtención de estas películas son: el SiH<sub>4</sub> (conocido como Silano) y el HN<sub>3</sub> (conocido como amonia), el hidrógeno de los gases contamina la película durante el depósito. Con esto, las películas SiN quedan con hidrógeno incorporado, el cual puede causar algunos cambios marginales para el material de aplicación dependiendo de la cantidad existente del mismo.

La presencia de Hidrógeno en las películas SiN genera, entre otros problemas, una disminución en la estabilidad térmica de la película, además de degradar sus propiedades eléctricas. Esto último puede provocar severos daños en la funcionalidad de las películas cuando son usadas en equipos electrónicos.

### **III.7 ANÁLISIS GLOBAL DEL EXPERIMENTO.**

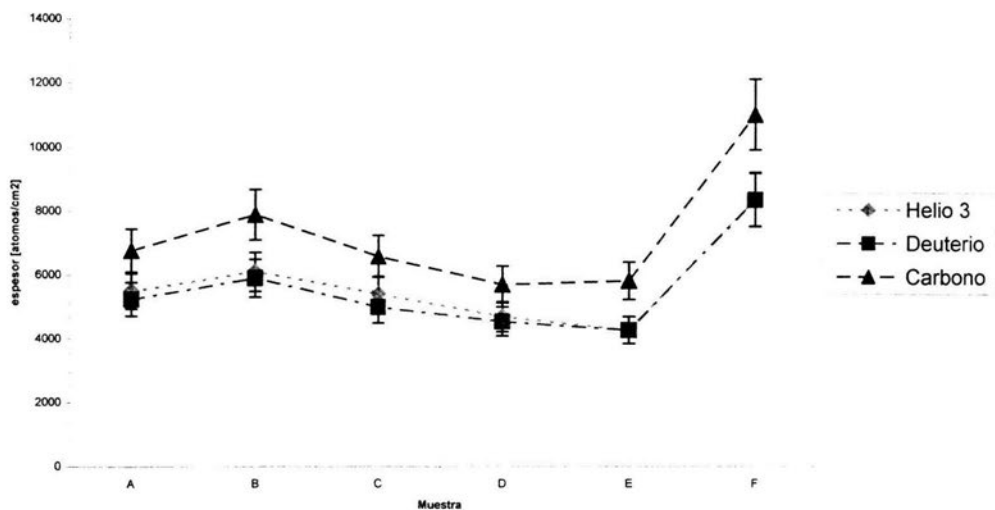
Después de haber concluido por completo el experimento podemos realizar un análisis global de los resultados obtenidos. Si observamos las tablas de resultados podemos notar que existen muchas

diferencias entre ellas. Considerando que tres técnicas diferentes fueron usadas, podemos adjudicar un propósito para cada una, esto es:

- De la irradiación con Helio III se obtiene un buen ajuste, un perfil y un espesor de capas bien definido, sin embargo, con base en las fluctuaciones y a el análisis correspondiente podemos notar que los resultados son incompletos, y que es necesario extender la investigación utilizando otra técnica.
- Cuando se irradia con deuterio, gracias a las Reacciones Nucleares producidas por la interacción de este ión con el blanco, podemos encontrar dos elementos nuevos en las muestras, se trata de Oxígeno y Carbono, que en suma, sólo representan, a lo más, un 7 % de cada muestra. Por tal motivo, la cantidad involucrada de estos elementos en las películas de SiN no es considerable. Con estos nuevos resultados, el análisis parece más completo, salvo un detalle, no podemos detectar hidrógeno con las dos técnicas anteriores. Con este problema, aún no podemos considerar los resultados obtenidos como completos, hasta ahora, únicamente hemos detectado las impurezas de la muestra (Oxígeno y Carbono.)
- A partir de la hipótesis de que las muestras pueden contener Hidrógeno, otra técnica es empleada, se trata de un arreglo EFA mediante el cual se puede detectar Hidrógeno y otros elementos más pesados. Los resultados obtenidos, además de presentar la cantidad de Hidrógeno en la muestra, presentan también las partes proporcionales de Nitrógeno y Silicio. Con estos datos, podemos realizar una caracterización elemental completa de las películas estudiadas.

Considerando lo anterior, los resultados de la tabla III.8, son los que tomaremos como finales para la descripción elemental de las películas de Nitruro de Silicio.

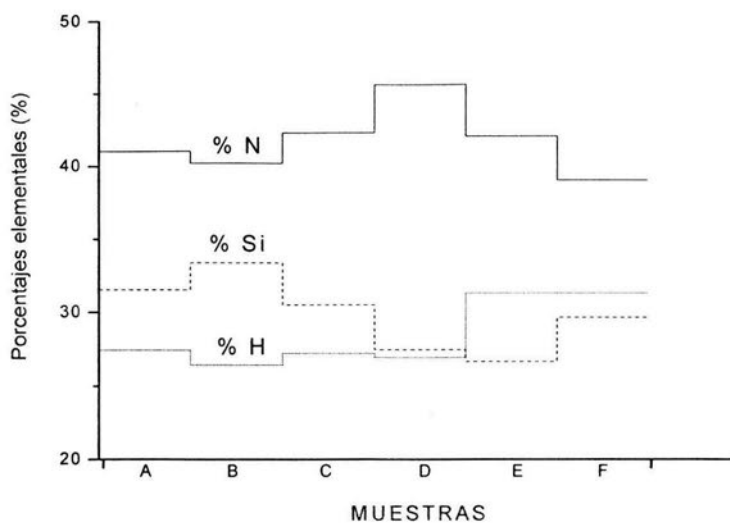
Un aspecto que hasta el momento no hemos tocado es el espesor de las capas componentes. Como podemos ver en la primera y segunda parte del experimento, tenemos ajustes que requirieron más de una capa. En la figura 3.10. podemos observar el comportamiento de los espesores, sumados en los primeros casos, comparados con los obtenidos en el tercer caso.



**Figura 3.10** Relaciones entre espesores para cada experimento.

Como podemos observar en la figura 3.10, en cada uno de los experimentos realizados se observa el mismo comportamiento de los espesores calculados para las películas. Este punto, nos da la seguridad de haber realizado correctamente el ajuste. La diferencia entre los espesores de cada muestra en particular son mínimas, en el caso de Helio III y Deuterio los cálculos son casi idénticos. La diferencia que presentan los espesores hallados en los espectros de Carbono, con respecto a los otros dos, puede deberse a la diferencia existente entre la potencia de frenamiento que presenta este ión, muy diferente a la presentada por el Helio III y el Deuterio. A fin de cuentas, los espesores calculados por la irradiación con Carbono, serán los considerados para caracterizar las seis muestras, esto considerando el análisis expuesto al principio de esta sección.

En la figura 3.11 podemos observar una imagen comparativa de los perfiles de concentración encontrados para cada muestra, a partir de los datos observados en la Tabla III.8.



**Figura 3.11** Porcentajes Elementales encontrados para cada muestra.

En la fig 3.11 podemos observar que el elemento que más abunda en las muestras es el Nitrógeno; el silicio es mayor que el hidrógeno, excepto para las dos últimas muestras. Pareciera que mientras más aumenta el valor de la razón  $\text{NH}_3/\text{SiH}_4$ , también es mayor la contribución del Hidrógeno en las películas. A grandes rasgos, las películas muestran una estructura similar.

## CONCLUSIONES.

A partir de la investigación teórica y los experimentos realizados, podemos establecer las siguientes conclusiones.

Mediante el uso de TAON, es posible realizar la caracterización de películas delgadas, es decir, conocer su composición elemental, el porcentaje de cada elemento en la muestra, así como el espesor de la misma. Para poder obtener resultados completos y reales, es necesario combinar diversas TAON, ya que cada una presenta características especiales.

Usando tres diferentes TAON (RBS, NRA y EFA), implementadas en dos aceleradores de partículas Van de Graaff, y el apoyo del paquete de ajuste SIMNRA, se consiguió caracterizar las 6 películas de Nitruro de Silicio producidas por PECVD. Los resultados finales se establecen cuantitativamente en la tabla III.8 de este capítulo.

Gracias a las tres partes componentes del experimento, se logró descubrir la inclusión de impurezas en cada una de las seis muestras. Estas impurezas representan una cantidad poco considerable en las muestras (7 % a lo más), y se constituyen de Carbono y Oxígeno; el elemento Hidrógeno es también encontrado en las películas, la cantidad es considerable (un 30 % aprox. para cada muestra.)

El hecho de que el hidrógeno aparezca en tales cantidades, nos dice mucho. En los sistemas que se implementan películas de SiN, se busca obtener de ellas una protección para los materiales constituyentes de los dispositivos componentes. Cuando las películas contienen mucho hidrógeno (como en este caso), la acción que este elemento genera en la película es totalmente inversa. En lugar de proteger los materiales, la película con hidrógeno atrapa grandes cantidades de humedad, dañando el dispositivo en vez de protegerlo.

Por este problema, podemos decir que las muestras analizadas no son buenas para su uso en dispositivos. Los niveles de hidrógeno permitido, deben estar dentro del 10 % de la composición total [4] de la película para que esta pueda ser eficiente.

Gracias a las TAON, es posible determinar si una de estas películas puede ser usada o no. En este caso, podemos decir que existen deficiencias en el proceso utilizado por el laboratorio que generó las muestras, ya que encontramos grandes cantidades de hidrógeno en ellas.

Con estos antecedentes, hemos investigado algunas formas que aún se estudian para eliminar las altas cantidades de hidrógeno en las películas.

- Uno de los métodos de eliminación del hidrógeno es el sobrecalentamiento de los gases fuente para separar el elemento menos denso (en este caso el Hidrógeno). Este método ha tenido buenos resultados. Sin embargo, la eficiencia alcanzada en el uso de las películas obtenidas, aún no alcanza los rangos máximos esperados, además de tener repercusiones en la estructura, a causa del exceso en el calentamiento de los gases origen.
- Otro de los métodos de depuración de las películas SiN, es el cambio del Silano por algún otro compuesto compatible. De aquí se desprende el uso de halógenuros de Silicio como el SiCl<sub>4</sub> y el SiF<sub>4</sub> [35]. El detalle de esta técnica, es que en efecto, la película se depura de hidrógeno, pero queda contaminada con Fluor o Cloro, dependiendo del compuesto referente que haya sido utilizado; no obstante, las películas obtenidas (F-SiN y Cl-SiN), presentan una mayor estabilidad en sus propiedades, que las contaminadas con Hidrógeno.

La investigación realizada puede extenderse realizando nuevos análisis que tengan que ver con los acostumbrados para materiales, como la irradiación infrarroja, para determinar características químicas como estequiometría y la cantidad de enlaces Si-H y N-H. Detalles como este presentarían una extensión y complemento de este trabajo. Hasta este punto, nuestra investigación ha quedado concluida.

## REFERENCIAS.

1. Sartwell D.B., Mitterer C., Wahl K. J., Piqué. **“Metalurgical Coatings and Thin Films 2000”**. Vol. 1. Elsevier Science B.V. Netherlands, (2000).
2. J.T. Grant **“Coating and Thing Films Characterization”**. Simposium F. Met. Coa. Thin Films. Netherlands. (2000).
3. J. Moon, T. Ito and A. Hiraki. **“Growth and characterization of thin SiN films grown on Si by electron cyclotron resonance nitrogen plasma”**. Elsevier Science B.V.(1992).1.
4. S. Muramatsu,T. Uematsu, H. Ohtsuka, Y. Yazawa, et. al. **“Effect of hydrogen radical annealing on SiN passivated solar cells”**. Elsevier Science B.V. (2001). 1.
5. N. Hosokawa. **“Large area deposition: Sputtering- and PCVD-systems and techniques for LCD”**. Elsevier Science B.V. (1999). 1.
6. A. R. Merticaru, A. J. Mouthaan and F. G. Kuper **“Progressive degradation in a-Si:H/SiN thin film transistors”**. Elsevier Science B.V. {2002}. 1.
7. B. Lenkeit, S. Steckemetz, F. Artuso and R. Hezel. **“Excellent thermal stability of remote plasma-enhanced chemical vapour deposited silicon nitride films for the rear of screen-printed bifacial silicon solar cells”**. Elsevier Science B.V. (2001). 1.
8. B. Abboud., H. El Omari, A. Qachaou, P. Lambin and J. P. Vigneron. **“System multilayered applied to the radiative cooling”**. M. J. COND. MATT. Vol 4, No 11 (2001) 21,22.
9. S. Muramatsu,T. Uematsu, H. Ohtsuka, Y. Yazawa, et. al. **“Effect of hydrogen radical annealing on SiN passivated solar cells”**. Elsevier Science B.V. (2001). 2-4
10. G. Knier. **“¿Cómo Funcionan las Celdas Fotovoltaicas?”**. Ciencia@NASA (2000).
11. Beiser A. **“Concepts of Modern Physics”**. Edit. Mac Graw Hill. (2003). 120-124.
12. Halliday D., Resnick R., Krane K. S. **“Física”**. Vol. 2. C. Editorial Continental. México, (1995) 610,611.
13. Bygrave W., Treado P.and J. Lambert. **“Accelerators Nuclears Physics”**. Inc. (1970).
14. Halliday D., Resnick R., Krane K. S. **“Física”**. Vol. 2. C. Editorial Continental. México,(1995) A-21.
15. Chu W.K., Mayer J. W., Nicolet M. A. **“Backscattering spectrometry”**. Academy Press. London, (1978). 21-88.
16. S Y F Chu, L. P. Ekström and R. B. Firestone. **“Isotope Explorer Nuclear Data mouse-click away”**. Berkeley. (2004).

17. Arya A. P. **"Fundamentals of Nuclear Physics"**. Allyn and Bacon, Inc. Boston, (1968). 78-109.
18. Tesmer J. R., Nastasi M., **"Handbook of Modern Ion Beam Materials Analysis"**. Materials Research Society. (1995). 459-480.
19. **"Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B"** Elsevier Science B.V. Netherlands.
20. Messiah A. **"Quantum Mechanics"**. Vol 1. John Wiley and Sons, Inc. (1968). 96-98, 419.
21. S. Lazanu, I. Lazanu. **"Analytical Approximations of the Lindhard Equations Describing Radiations Effects"**. Nucl. Instrum. Meth. A462 (2001) 530-535.
22. Ziegler J.F., **"Hand Book of Stopping Cross-Sections for Energy Ions in All Elements"**. Pergamon Press. New York, (1955).
23. Andersen H.H. and Ziegler J.F. **"Hydrogen Stopping Powers and Ranges in All Elements"**. Pergamon Press, New York (1977).
24. E.C. Montenegro., S.A. Cruz and C.Vargas-Aburto, Phys. Letters **"92A"**. (1982). 195.
25. Capitelli M. and Gorse C. **"Plasma Technology Fundamentals and Applications"**. Plenum Press. New York, (1992).
26. D. H. Jamg and J. S. Chun. **"The Deposition Rate and Properties of the Deposition in PECVD of TiN"**. J. Vac Sci Technol. (1989). 31-35.
27. Revista Mexicana de Física. **"Primera Etapa de Trabajo del Grupo del Acelerador Van de Graaff Tandem en el Centro Nuclear"**. CNEN Vol. 18 Suplemento. México (1969).
28. Bygrave W., Treado P. and Lambert J. **"Accelerator Nuclear Physics"**. USA (1960). 54-58.
29. E. Andrade, M. Feregrino, et. al. **"Energy Calibration of 5.5 MV Van de Graaff Accelerator using a Time-of-Flight Technique"**. Nucl. Res. Meth. of Phy. A287. North-Holland (1990). 135.
30. Bygrave W., Treado P. and Lambert J. **"Accelerator Nuclear Physics"**. USA (1960).
31. E. Andrade, R. Cuellar, Rice University. **"Carpeta de Seguridad Lab. del Acelerador Van de Graaff 5.5 MeV"** IFUNAM. México, (2003).
32. Mayer Matej. **"SIMNRA Home Page"**. Max Plank Institut für Plasmaphysik. Germany.
33. Green A.E.S. **"Nuclear Physics"**. Mc. Graw Hill. New York (1955).
34. S. Romero, M. Fernández, G. Murillo, H. M. Bermejo **"Elastic Forward Analysis using  ${}^7\text{Li}$  ions: A usefull tool for H and light elements determination"**. Nucl. Instr. and Meth. B Netherlands (2002). 164-169.
35. J. Fandiño, A.Ortiz, L. Rodríguez-Fernandez\*, and J. C. Alonso. **"Composition, structural, and electrical properties of Fluorinated Silicon-Nitride thin films grown by Remote Plasma-Enhanced Chemical-Vapor Deposition from  $\text{SiF}_4/\text{NH}_3$  mixtures"**. (2004) unpublished 1-5.
36. Miranda J. **"Evaluación de la Incertidumbre en Datos Experimentales"**. México (2001). 5,6.