

2 ej

30



**UNIVERSIDAD NACIONAL
AUTONOMA DE MEXICO
FACULTAD DE CIENCIAS**

**INTERDIFUSION DEL SISTEMA
ORO - PLATA POR EFECTOS
DE TEMPERATURA Y
DAÑOS POR RADIACION**

**TESIS
QUE PARA OBTENER
EL TITULO DE
FISICO
PRESENTA**

JAVIER MIRANDA MARTIN DEL CAMPO

MEXICO

1984



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas Tesis Digitales Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS © PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

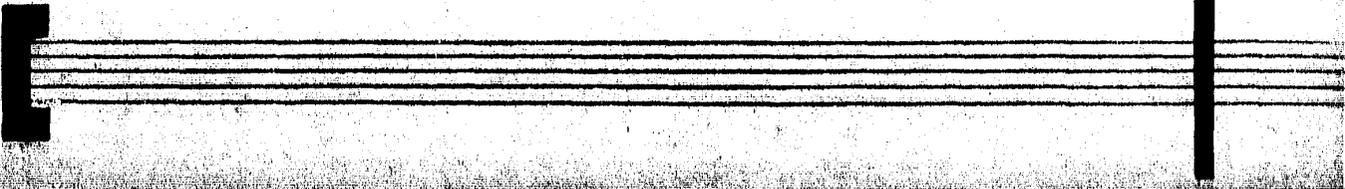
Todo el material contenido en esta tesis está protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

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

INDICE.

1. Introducción	1
1.1. importancia de las películas delgadas	2
1.2. Métodos de estudio de películas delgadas	6
1.3. Alteraciones producidas por los métodos de análisis	8
1.4. Objetivo del trabajo	11
2. Interacción electrones-materia	13
2.1. Daño por electrones	14
2.2. Penetración de electrones en sólidos	22
3. Retrodispersión de Rutherford (RBS)	28
3.1. Principios	29
3.2. Análisis de un espectro	33
3.3. Fluctuaciones de energía	39
4. Producción del haz electrónico	42
4.1. Emisión de electrones	43
4.2. Óptica electrónica	54
4.3. Construcción del cañón de electrones	60
5. Desarrollo experimental	66
5.1. Preparación de las muestras	67
5.2. Dispositivo experimental	70
5.3. Procedimiento experimental	74
5.4. Resultados	82
5.5. Discusión	84
5.6. Conclusiones	87
Apéndice. Desarrollo de una expresión para la sección diferencial	89
Bibliografía	93

INTRODUCCION



1.1. Importancia de las películas delgadas.

El ser humano se caracteriza porque posee una constante preocupación por conocerse a sí mismo y a su entorno. Es esta inquietud, junto con el natural instinto de supervivencia y un inevitable deseo de comodidad, lo que lo ha impulsado a crear métodos de investigación y producción de sus satisfactores, además de una notable sistematización de los conocimientos que ha adquirido.

Resultado de todo este proceso ha sido el impresionante desarrollo - que en este siglo han tenido las disciplinas científicas, en particular la Física. Ha sido tal su avance, que ha surgido la necesidad de dividirla en gran cantidad de ramas, de las cuales la Física de Películas Delgadas está entre las de mayor atención en la actualidad, y que es al mismo tiempo una de las más recientes.

Definir una película delgada no es cosa simple. Para evitarse problemas, podría decirse que un material está en forma de película delgada cuando - deja de presentar propiedades volumétricas porque una de sus dimensiones es muy pequeña comparada con las otras.

Esta carencia de las propiedades volumétricas puede explicarse en base a que los átomos en el interior de un cuerpo grande están sujetos a fuerzas en todas direcciones, mientras que los átomos superficiales se encuentran en - una situación sumamente asimétrica. Si a ésto aunamos la gran proximidad de las dos superficies y el enorme número de defectos que existen en una película delgada, no es difícil entender las diferencias entre materiales voluminosos y películas delgadas. Por tanto, aunque se hayan estudiado mucho las propiedades - de muestras gruesas, es necesario conocer las características de las películas delgadas, a tal grado diferentes, que a un eminente físico se le oyó decir que existían cuatro estados de la materia: sólido, líquido, gas y película delgada.

La investigación de las propiedades de las películas delgadas se remonta al siglo XVII, en el cual físicos como Newton, Hooke y Boyle estudiaron algunas características ópticas. Posteriormente, en el siglo XIX, los nombres de Fizeau, Drude y Jamin sobresalen de entre los que trataron con películas -

delgadas, pero siempre desde el punto de vista de la óptica.

No fue sino hasta principios del siglo XX que se empezaron a estudiar otras propiedades, como las mecánicas, eléctricas, magnéticas, químicas, etc., y en estos últimos decenios la amplia gama de aplicaciones que tiene ha estimulado fuertemente la investigación de sus características.

La más antigua aplicación de las películas delgadas es su uso como filtros ópticos, los cuales utilizan los efectos de interferencia luminosa producidos por ellas, ya sea para cubiertas antirreflejantes o como elementos decorativos.

En la actualidad, la utilización de las películas delgadas se extiende a gran número de situaciones. En los automóviles, partes metálicas de gran peso han sido sustituidas por piezas plásticas recubiertas de una película de cromo, para dar la apariencia aceptable y acostumbrada, con lo que se reduce el consumo de combustible.

Las hojas de una turbina están sujetas a grandes esfuerzos mecánicos y un ambiente en extremo corrosivo. Una aleación sola no puede aportar las dos funciones simultáneamente, por lo que la pieza se construye de un metal mecánicamente resistente, y luego se le aplica una película anticorrosiva. El mismo tipo de protección se da a las partes externas de aviones y naves espaciales.

En articulaciones y otras partes donde hay deslizamientos, se utilizan películas de oro, MoS_2 ó WSe_2 para reducir la fricción y eliminar la necesidad de aplicar lubricantes. Además, películas de TiC , TiN y Al_2O_3 son usadas como barreras a la difusión en herramientas de acero de alta velocidad, que sufren daños por las elevadas temperaturas que adquieren¹.

El carbón pirolítico se deposita en partículas de combustible nuclear usadas en reactores enfriados con gas, con la finalidad de retener los productos de la fisión y proteger el combustible de la corrosión. Este mismo material se emplea en recubrimientos de implantes tales como válvulas cardíacas, hechas de metal, para poder obtener compatibilidad biológica.

Las películas delgadas se aprovechan para recubrir decorativamente - todo tipo de productos para el consumo, en espejos domésticos y para automóvil, cubiertas resistentes a la erosión, recubrimientos catalíticos, en tiras de baterías, equipo para uso marino, vitrales, etc.

Sin embargo, las principales aplicaciones de las películas delgadas están en la óptica, la energía solar y, sobre todo, la electrónica. En el campo de la óptica ya se han mencionado algunos ejemplos de utilización de película delgadas, como cubiertas antirreflejantes, o aún reflejantes, como espejos para láser. También se utilizan como absorbentes ópticos.

La mayoría de los dieléctricos, semiconductores y metales poseen una reflectancia muy alta. Esta puede ser reducida considerablemente con una película cuyo espesor sea la cuarta parte de la longitud de onda en la que se va a trabajar, y además sea de un material cuyo índice de refracción tenga un valor - próximo a la raíz cuadrada del índice del sustrato.

Este tipo de películas es muy importante para las celdas solares, las que de otro modo reflejarían más de un tercio de la radiación solar incidente. Por ejemplo, películas de criolita reducen la reflectancia del vidrio de 4% a sólo 0.1%.

En una forma análoga, películas de "cromo negro" colocadas sobre las placas convertidoras de energía solar en calor utilizable, aumentan la temperatura alcanzada por éstas de 150°-180°C con su común recubrimiento de pintura - negra, hasta 250°-500°C. Además, la relación entre la radiación solar absorbida y la radiación emitida como cuerpo negro, crece hasta 9 ó 12.

Las mismas celdas solares se están construyendo de películas delgadas sobre sustratos de bajo costo. Se fabrican de materiales como GaAs, InP, CdTe, y CuInSe₂, o bien de silicio. Muy conocida también es la celda de sulfuro de - cadmio-sulfuro de cobre, consistente en una película de CdS, de un espesor 10-25 μ m, sobre un sustrato de cobre, vidrio metalizado o plástico.

La más grande aplicación, que ha ido más allá del medio científico,

es sin duda la electrónica. El empleo de películas delgadas en los dispositivos electrónicos ha permitido que éstos tengan dimensiones microscópicas. Tanto los elementos pasivos (resistencias, capacitores), como los activos (diodos, transistores), pueden ahora ser construidos en base a películas delgadas de sus materiales constituyentes. No obstante, su mismo tamaño y composición producen otro tipo de dificultades, como son la electromigración y la interdifusión. Estos fenómenos inducen cambios en las propiedades eléctricas de los materiales, lo cual es evidentemente indeseable.

La solución a estos inconvenientes se ha encontrado también en las películas delgadas, que son utilizadas como barreras a la difusión, o bien como cristales de tamaño de grano bien regulado, para impedir la electromigración.

Otro ejemplo importante dentro de la electrónica es el uso de las películas delgadas como Juntas Josephson, que explotan el fenómeno de superconductividad, y las cuales son aprovechadas en la construcción de computadoras extra-rápidas.

Pero las extensas aplicaciones de las películas delgadas no se limitan a la tecnología. Con el estudio de ciertas características de éstas se pueden entender mejor las propiedades correspondientes de la materia en una forma más general.

Por ejemplo, la interacción entre modos normales activos ópticamente y el campo de radiación puede ser estudiado con películas delgadas, al igual que la dispersión de Brillouin y la Raman. Esto es posible gracias a que son fenómenos de primer orden.

Hay propiedades magnéticas que es factible investigar en buena forma por medio de las películas delgadas, como pueden ser las constantes de intercambio, con estudios de ondas de espín; o bien de mediciones de anisotropías magneto-cristalinas, o de magnetización de saturación con resonancias de ondas de espín, el entendimiento de los efectos magneto-cristalinos en materiales magnéticos policristalinos, etc.

Una aplicación más en el campo de Investigación básica es el uso que se da al estudio del equilibrio de fases en sistemas de aleaciones de semiconductores, y de aquí la determinación de solubilidad dentro de estos sistemas.

Todo lo dicho anteriormente da tan solo una pequeña idea de la trascendencia que las películas delgadas tienen dentro del mundo actual, el científico y el no-científico.

Sin embargo, es necesario hacer notar que el alcance que las películas delgadas tienen al presente no habría sido posible sin el desarrollo, también sumamente notable, que ha tenido la tecnología del vacío. La reproducibilidad y limpieza de las películas delgadas no puede lograrse sin un ambiente - también libre de impurezas, y esto sólo se obtiene con buenos vacíos. La consecución de vacíos del orden de 10^{-7} torr* y mejores, ha estimulado grandemente - la investigación y el uso de las películas delgadas en todas las formas, y aún más, que se han enumerado más arriba.

1.2. Métodos de estudio de películas delgadas.

La multiplicidad de aplicaciones que las películas delgadas han alcanzado hace indispensable el tener un conocimiento profundo de todas sus características. Para poder lograr esta noción de las propiedades de las películas delgadas, se ha desarrollado toda una serie de técnicas, las cuales poseen diferentes sensibilidades según el rasgo que se trate de analizar en la película delgada.

Las técnicas de estudio pueden clasificarse de acuerdo a las propiedades a las que son más sensibles. Ciertas particularidades pueden enumerarse en la siguiente forma:

- Composición de las películas;
- Estructura cristalina;
- Morfología superficial;
- Estructura y composición de interfaces.

(*) 1 torr = 1 mm Hg = 1 333 dinas/cm².

Para estudiar la composición de las películas delgadas, pueden emplearse las técnicas de Retrodispersión de Rutherford (RBS), la espectroscopía de electrones Auger (AES) combinada con erosión iónica, o la espectroscopía de masa de iones secundarios (SIMS).

La Retrodispersión de Rutherford es ampliamente utilizada porque el mecanismo del fenómeno es muy bien conocido, y con ella se pueden estudiar películas de varias micras con algunos cientos de angstroms de resolución.

La espectroscopía Auger y la de iones secundarios sólo tiene un alcance superficial, pero por medio de la erosión iónica puede lograrse un buen estudio de profundidades. La espectroscopía Auger también puede detectar la formación de compuestos en función de la profundidad. Además es accesible y ofrece muy buenos resultados.

Para determinar estructuras cristalinas son muy usados tanto la difracción de rayos X, la difracción de electrones de baja energía (LEED), la microscopía electrónica de transmisión (TEM) y la canalización de iones, es decir, estimulación de transmisión de iones en direcciones preferentes en cristales.

Cuando se estudia la morfología superficial, puede utilizarse con buenos resultados la microscopía electrónica de barrido (SEM). La espectroscopía Auger de barrido, y la microscopía electrónica de transmisión con barrido se pueden usar para investigar la composición química.

La microscopía electrónica de transmisión, la retrodispersión de Rutherford y la canalización de iones son capaces de dar información acerca de la composición y la estructura de las interfases. También son útiles la espectroscopía Auger y de fotoelectrones, siempre y cuando estén acompañadas de erosión iónica.

Métodos muy eficaces para la detección de impurezas en la superficie de las películas delgadas son la desorción estimulada por fotones y la elipsometría, que también es útil en la medición de espesores.

Cuando las películas no son muy delgadas, el análisis químico se puede llevar a efecto con las técnicas ordinarias, como son las volumétricas, gravimétricas, y especialmente las polarográficas y las cromatográficas. Asimismo el análisis espectral óptico da excelentes resultados.

Otros métodos utilizados en el análisis de películas delgadas han sido la medición de la reflectancia y la adherencia de dichos sistemas, y aunque se han usado para estudiar composición de películas, es más frecuente su empleo en la investigación de propiedades ópticas y mecánicas.

Para el estudio de todas las características básicas de las películas, como son las eléctricas, magnéticas, ópticas, mecánicas, etc., se han perfeccionado un número considerable de procedimientos, pero no hay un patrón común, sino que más bien es una técnica para cada propiedad a estudiar.

Aun cuando todas las técnicas mencionadas previamente proporcionan resultados muy aceptables cuando se aplican individualmente, debe enfatizarse que un análisis útil y completo de las películas delgadas sólo puede alcanzarse con una combinación de ellas, aunque en la práctica es verdaderamente difícil realizar estudios con más de dos o tres técnicas, por la diversidad de instrumentación y condiciones para ello.

1.3. Alteraciones producidas por los métodos de análisis.

Una característica común de muchas de las técnicas citadas en la sección anterior es que se basan en la aplicación de algún tipo de radiación sobre la muestra bajo estudio.

Así, por ejemplo, la espectroscopía Auger, la microscopía electrónica y la difracción de electrones requieren precisamente la incidencia de un haz de electrones en los especímenes. La retrodispersión de Rutherford, la emisión de rayos X inducida con protones y aún la misma espectroscopía Auger necesitan que la muestra esté sometida a un bombardeo iónico. La espectroscopía de fotoelectrones y la difracción de rayos X precisan justamente de rayos X.

Sin embargo, por la misma naturaleza de estos tipos de radiación, se producirán modificaciones en el mismo material bajo estudio, que reducen la validez de los resultados, e impiden obtener conclusiones verdaderamente útiles.

Los daños originados por un haz de electrones se manifiestan de diversas maneras, como son cambios en el espectro Auger, decoloración o daño físico a la superficie de la muestra. Además, puede causar aumentos en la presión de la cámara de vacío, contaminación de la misma cámara o de muestras adyacentes.

Los efectos de un haz de electrones tienen su causa en diversos tipos de procesos, como son:

- Excitación electrónica de átomos y moléculas superficiales;
- Excitación electrónica de átomos bajo la superficie;
- Acumulación de carga en aislantes;
- Calentamiento.

El primer fenómeno puede presentarse en cualquier tipo de material, mientras que los tres últimos ocurren más bien para materiales de baja conductividad eléctrica y térmica.

Los daños más típicos producidos por irradiación con electrones son:

- Desorción estimulada por electrones.* Puede verse como un proceso de etapas múltiples, en el cual interviene la excitación electrónica de una especie superficial, seguido ya sea por el escape de un fragmento excitado, o por la desexcitación y recaptura en la superficie.
- Adsorción estimulada por electrones.* Normalmente es causada por la excitación electrónica o disociación de una molécula en el gas que está sobre la superficie, o de una molécula débilmente enlazada a esta superficie. La interacción de la molécula con la superficie lleva a la adsorción.
- Descomposición de especies y sustratos.* Los materiales más propensos a la descomposición son compuestos de máxima valencia, en los cuales el anión y el catión tienen diferencias en electronegatividad mayores que 1.7. Ejemplos de -- ello son SiO_2 , Al_2O_3 , TiO_2 , V_2O_5 , WO_3 , MoO_3 , etc. Las muestras metálicas no son

sujetos de descomposición durante la irradiación, pues las excitaciones electrónicas de los átomos son rápidamente reducidas por los electrones de conducción.

-Difusión. Este es el proceso por el cual la materia es transportada de una parte a otra de un sistema como resultado de movimientos moleculares azarosos. La difusión se ve muy estimulada con la elevación de la temperatura del sistema. - cuando una película delgada es irradiada con electrones, la potencia de éstos - puede disiparse en forma radial o normal a la superficie, pero si esta película es muy delgada y el sustrato en que se encuentra depositada tiene una conductividad pobre, la temperatura se elevará porque sólo subsiste un deficiente flujo normal de disipación.

-Electromigración. Cuando no hay suficiente producción de electrones secundarios el potencial en la superficie de una película irradiada puede ser inestable debido a la acumulación de carga negativa. Pero si ésta producción es suficientemente alta, los electrones pueden regresar a la superficie y previenen dichas - inestabilidades. Sin embargo, se pueden obtener potenciales superficiales positivos, y por ello habrá migración de iones, fenómeno llamado electromigración.

-Segregación. Este proceso consiste en la aparición de zonas en las que la concentración de un componente del sistema es muy alta en comparación con el promedio. También tiene su origen en el calentamiento de la muestra sometida al bombardeo con electrones.

Las consecuencias que acarrea la irradiación por iones son en general muy variadas, aunque pueden dividirse según el proceso que esté involucrado en el daño, que son los elásticos y los inelásticos. Dentro de los elásticos se encuentra el retroceso de los átomos del material, que da origen a nuevos fenómenos, y entre los inelásticos pueden mencionarse la producción de fotones visibles, de rayos X y de electrones secundarios. También se puede incluir el calentamiento y la acumulación de carga. Algunos daños característicos son:

-Retroceso. Es causante de muchos efectos, como la formación de cascadas y la erosión, entre otros. La producción de defectos por cascadas estimula la segregación, la difusión y la mezcla de iones dentro de la muestra irradiada.

-Formación de ampollas ("Blistering"). Este fenómeno ocurre después que altas dosis de iones se han hecho incidir sobre el material. Ocurre muy fácilmente para iones ligeros porque su alcance es mayor que la profundidad de erosión. Se -

produce por acumulación de carga en la muestra y repulsión de dos capas de su interior.

-Formación de conos. Si una superficie es plana y libre de imperfecciones, entonces durante la erosión se espera que la superficie permanezca plana. Pero si la superficie no es plana, la variación de la erosión con el ángulo de incidencia provocará que la superficie sea erosionada más rápidamente donde el ángulo de incidencia sea más alto. La presencia de impurezas también puede provocar diferentes proporciones en la erosión.

-Formación de dislocaciones. El bombardeo iónico puede producir este tipo de defectos en los materiales, pero se ha detectado² que estas dislocaciones pueden tener estructuras periódicas si el tiempo de formación de los defectos es menor que el tiempo necesario para hacer una erosión hasta la profundidad donde aparecen los defectos.

-Erosión preferencial. Cuando se tiene una muestra con dos o más componentes y se irradia con un haz de iones para producir erosión (método muy usual en la espectroscopía Auger, por ejemplo), puede suceder que uno de los componentes sea más susceptible de ser expulsado de la muestra que los otros, dando origen a una disminución en la concentración de este componente.

Las técnicas que utilizan rayos X son mucho menos destructivas que los métodos emplean electrones o iones. Por ello no se hará mención a los daños que puedan producir.

1.4. Objetivo del trabajo.

Todas las posibles modificaciones que la irradiación de un sistema de películas delgadas por electrones y/o iones puede producir, de las que se dieron algunos ejemplos, han tenido una observación experimental bastante amplia. Sin embargo, salvo algunas excepciones, estas investigaciones no se encuentran bien sistematizadas, es decir, se trata de casos aislados y sistemas muy particulares.

Debido a la importancia que tiene un buen conocimiento de las pelcu

las delgadas, se hace necesario el desarrollar toda una serie de trabajos más ordenados en el aspecto de daño por radiación, pues por las características de las técnicas de investigación, hay que buscar correcciones adecuadas para obtener resultados válidos.

Con esta situación en mente, se ha emprendido el trabajo actual, que aun cuando también se trata de un sistema de películas delgadas muy particular, el oro-plata, debe considerarse sólo como el paso inicial en una serie de investigaciones encaminadas a lograr resultados más válidos dentro del campo de las películas delgadas.

La tarea en sí consistirá en el análisis de las alteraciones que produce la incidencia de un haz de electrones de baja densidad de corriente sobre el sistema oro-plata. Dicho análisis se realizará con la técnica de Retrodispersión de Rutherford (RBS, por sus siglas en inglés), cuyas características se explicarán posteriormente.

2

INTERACCION ELECTRONES-MATERIA

La interacción entre la radiación y la materia es un campo demasiado vasto como para ser tratado en un espacio corto. Aún el estudio de los fenómenos producidos por la incidencia de un haz de electrones sobre un sólido es extremamente amplio. Por tanto, en este capítulo sólo se harán consideraciones muy particulares sobre la interacción de un haz de electrones con películas delgadas, dando un nefoque únicamente del daño que se puede producir como consecuencia de ello, desde un punto de vista más fenomenológico que teórico, y se harán breves comentarios acerca de la penetración de electrones en sólidos.

2.1. Daño por electrones.

Como se explicó en la Introducción, el daño que un haz de electrones produce en una muestra, puede tener su origen en procesos diversos. Estos pueden enumerarse así:

- 1.- *Excitación electrónica de átomos y moléculas superficiales*, conducentes a disociación y desorción de especies tanto iónicas como neutras;
- 2.- *Excitación electrónica de átomos y moléculas ubicados bajo la superficie*, lo que produce ionización, defectos, formación de centros de color, rompimiento de ligaduras, formación de radicales, etc.;
- 3.- *Acumulación de carga en materiales no conductores*, así como cambios en la composición a consecuencia de la difusión favorecida por el campo, de iones en la zona superficial;
- 4.- *Calentamiento*, el cual puede ocasionar recocidos, o también estimular la segregación en aleaciones, volatilización, reacciones químicas, etc.

Cualquier material, conductor, semiconductor y aislante, está sujeto al primer tipo de fenómenos, mientras que los tres restantes aparecen más bien en materiales de baja conductividad eléctrica y térmica.

Gran cantidad del conocimiento que se posee acerca del daño por un haz electrónico se tiene gracias a estudios que se han realizado por técnicas como AES o LEED, aunque en buena parte de ellos el objetivo original no era analizar el daño, sino otros fenómenos como la adsorción o la desorción.

El daño producido por irradiación con electrones puede llegar a pro-

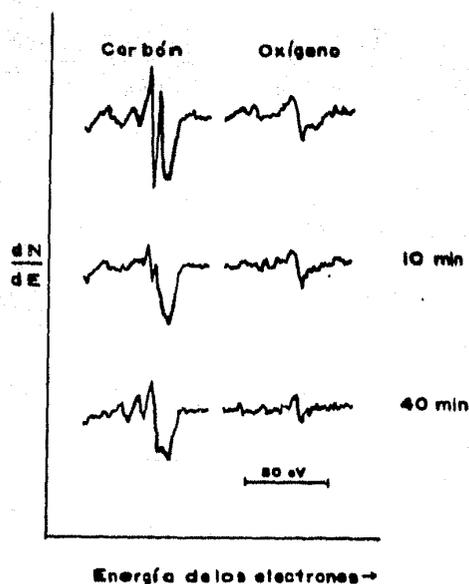
fundidades bastante apreciables dentro de la muestra, sin que por ello deje de haber daños superficiales. El alcance promedio para un haz electrónico con energía 3 keV en materiales pesados (masa atómica superior a 150), es del orden de cientos de angstroms, mientras que el camino libre medio para dispersión inelástica de electrones está entre 5 y 30 Å. Esto indica que las excitaciones electrónicas de los átomos del material son producidas en forma ininterrumpida. Las excitaciones, ya sea de niveles profundos o de valencia, pueden romper enlaces, crear radicales y defectos, o iniciar la difusión. Así, para muestras no metálicas, los eventos que producen daño pueden ser más numerosos que los que proporcionan información.

La excitación electrónica en átomos y moléculas puede producir una serie de procesos dañinos, entre los que se encuentran la disociación de moléculas superficiales y la desorción de fragmentos. Si hay gases residuales, también existe la posibilidad de que haya adsorción.

La desorción estimulada por electrones (ESD), consiste en la excitación electrónica de una especie superficial, seguida por el escape de un fragmento, o bien por su desexcitación y recaptura por la superficie. Este fenómeno ocurre si hay una repulsión entre las partículas que han sido excitadas (pueden ser tanto átomos como moléculas), y la superficie.

M.P. Hooker y J. T. Grant³, encontraron ESD en sus estudios por AES de muestras de níquel con monocapas de monóxido de carbono. En la figura 1 se

pueden observar los cambios que los picos Auger de oxígeno y carbón sufrieron a consecuencia de la irradiación con electrones.



Sin embargo, no siempre la ESD se debe a excitaciones electrónicas en las capas de valencia y poco profundas. R. Franchy y D. Menzel⁴ demuestran que la sección eficaz para la desorción de iones O^+ desde una monocapa de CO se

Figura 1

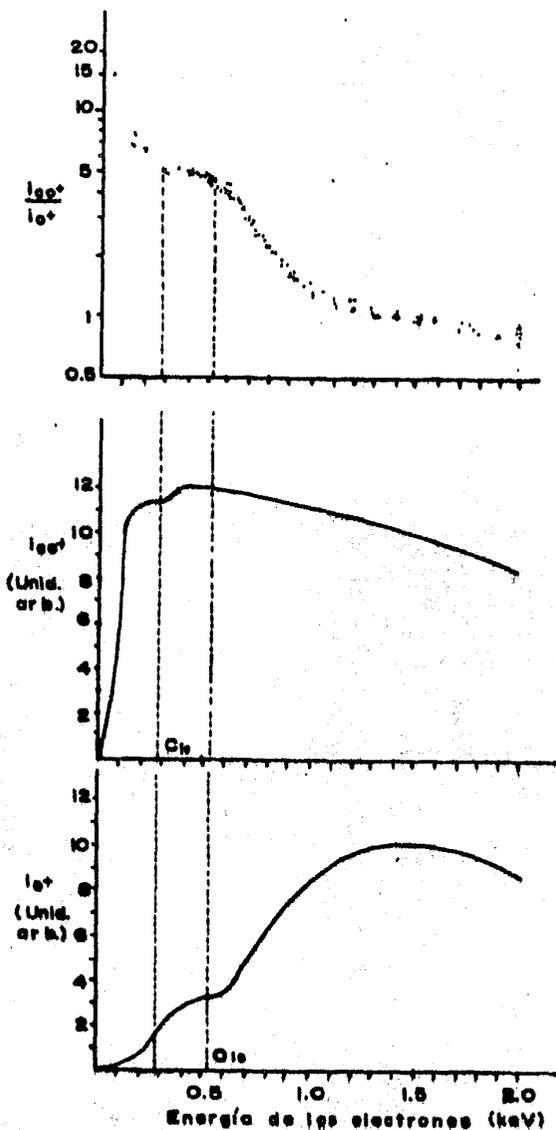


Figura 2

inicia con la producción de un hueco profundo en el catión, acompañada de un proceso Auger interatómico, lo cual produce la desorción del catión por la "explosión coulombiana."

Una muestra de esta descomposición se observa en el trabajo de A. Van Oostrom⁶, cuyos resultados se pueden ver en la figura 3. En ellos se advierte el decaimiento de la señal Auger de oxígeno, y el cambio correspondiente en la

incrementa notablemente cuando el haz electrónico tiene una energía mayor que la de ionización del nivel 1s del oxígeno. Una posible explicación de estos resultados es que la creación de un hueco profundo en el átomo de oxígeno conduce, a través de un decaimiento Auger, a un estado final con dos huecos, $C^+ \dots O^+$, y entonces estos iones abandonan la superficie por una "Explosión Coulombiana" (Figura 2).

Las secciones eficaces para que se efectúe la ESD tienen en general valores menores que 10^{-17} cm^2 , aunque se han logrado hallar secciones eficaces del orden de 10^{-16} cm^2 .

Hay compuestos que bajo la irradiación por electrones están propensos a disociarse. Por lo común, éstos son compuestos en los cuales el anión y el catión tienen diferencias en electronegatividad mayores que 1.7. Ejemplos de este tipo de especies son SiO_2 , Al_2O_3 , TiO_2 , V_2O_5 , WO_3 , MoO_3 . El mecanismo para esta descomposición ha sido explicado por M. L. Knotek y P. J. Feibelman⁵. Se

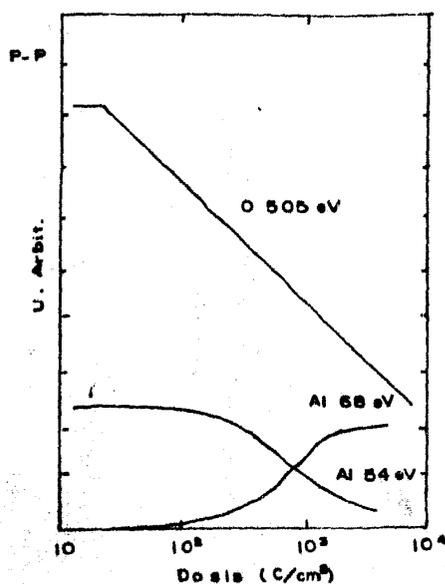


Figura 3

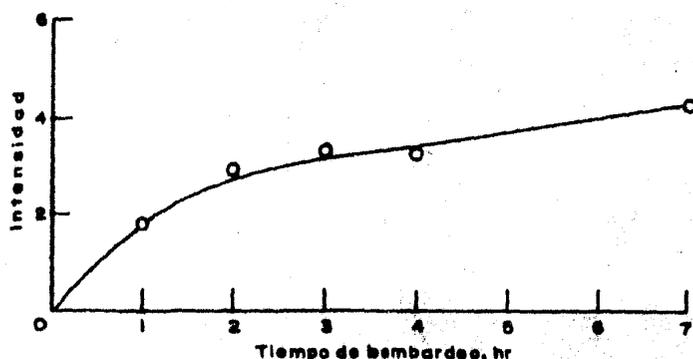


Figura 4

posición y forma del pico LMM del aluminio como producto del bombardeo con electrones de una muestra de Al_2O_3 . La variación observada concierne a la conversión de Al_2O_3 en Al puro.

Por otra parte, debe tenerse en cuenta que los especímenes metálicos no son sujetos de descomposición durante la irradiación, pues las excitaciones electrónicas de los átomos son rápidamente neutralizadas por los electrones de conducción.

Sustratos no metálicos, como es el caso de los haluros alcalinos, son también muy propensos a la disociación, tal como ha sido reportado por C. Fryburg y R. A. Lad⁷. Ellos estudiaron la resonancia paramagnética electrónica de varios haluros alcalinos, y hallaron que la señal del Li en cristal de LiF aumentaba a causa de la descomposición (figura 4).

Otro fenómeno que es producto de la interacción entre un haz de electrones y una muestra es la Adsorción Estimulada por Electrones (ESA). Este proceso es usualmente causado por la excitación electrónica o la disociación de una molécula del gas que se encuentra próximo a la superficie, o bien de una -

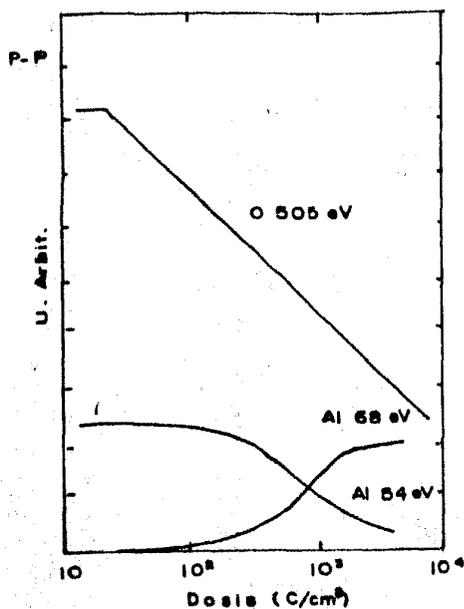


Figura 3

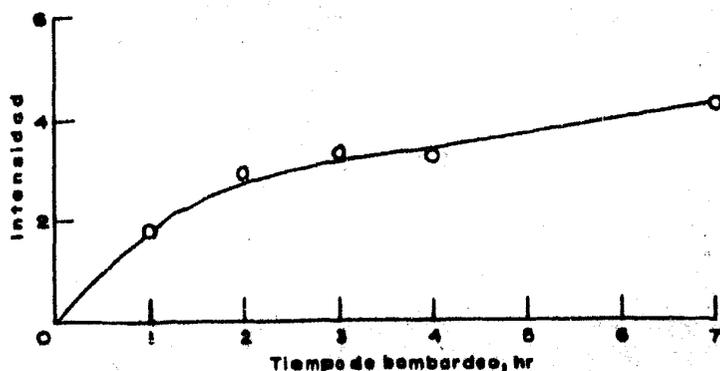


Figura 4

posición y forma del pico LMM del aluminio como producto del bombardeo con electrones de una muestra de Al_2O_3 . La variación observada concierne a la conversión de Al_2O_3 en Al puro.

Por otra parte, debe tenerse en cuenta que los especímenes metálicos no son sujetos de descomposición durante la irradiación, pues las excitaciones electrónicas de los átomos son rápidamente neutralizadas por los electrones de conducción.

Sustratos no metálicos, como es el caso de los haluros alcalinos, son también muy propensos a la disociación, tal como ha sido reportado por C. Fryburg y R. A. Lad⁷. Ellos estudiaron la resonancia paramagnética electrónica de varios haluros alcalinos, y hallaron que la señal del Li en cristal de LiF aumentaba a causa de la descomposición (figura 4).

Otro fenómeno que es producto de la interacción entre un haz de electrones y una muestra es la Adsorción Estimulada por Electrones (ESA). Este proceso es usualmente causado por la excitación electrónica o la disociación de una molécula del gas que se encuentra próximo a la superficie, o bien de una

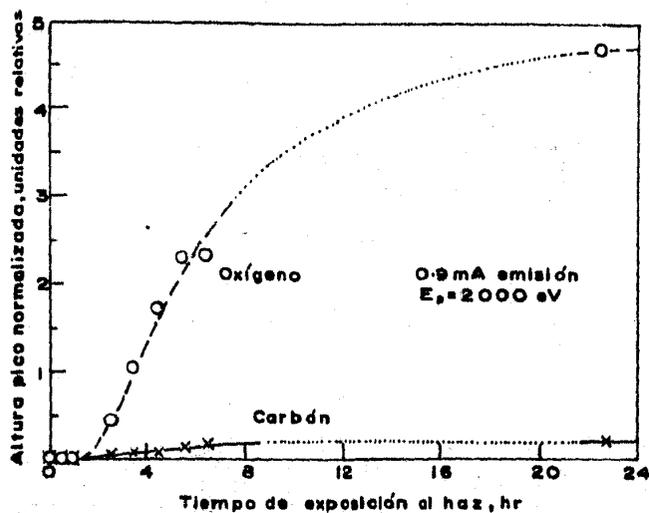


Figura 5

también puede haber adsorción en materiales como el silicio. J. P. Coad et al.⁹ notaron que bajo el bombardeo electrónico había adsorción de oxígeno en Si (figura 5).

Una consecuencia grave de ESA es que experimentos con espectroscopía Auger tienen una aparente sobre-estimación de la sensibilidad al carbón, sin tomar en cuenta que puede haber una gran cantidad de este elemento que ha sido adsorbido.

Otro fuerte problema que aparece durante la irradiación con electrones es la acumulación de carga en materiales aislantes. Si la producción de electrones secundarios es muy baja, aparece una carga negativa en la superficie y por tanto un potencial superficial inestable. Este potencial puede llegar a ser muy alto, y producir tanto una deflexión del haz, como erosión de grandes fragmentos, debido a la repulsión de las cargas negativas.

En cambio, cuando la producción de electrones secundarios es alta, en los aislantes aparece un potencial superficial positivo, el cual es estable debido a que los electrones secundarios de baja energía pueden volver a la superficie, y con ello impiden potenciales en la superficie demasiado grandes.

La presencia de este potencial positivo crea un campo eléctrico que

molécula que se halla débilmente enlazada a dicha superficie.

Algunas investigaciones han probado que existe una relación directa entre la cantidad de gas residual en la cámara de análisis y el gas adsorbido en la superficie como efecto de la radiación⁸, lo cual se espera lógicamente.

La adsorción de gases residuales es siempre esperada en muestras metálicas. Sin embargo,

es normal a la superficie, y que está favorecido aún más por la acumulación de electrones en la región subsuperficial. La situación se puede observar en la figura 6.

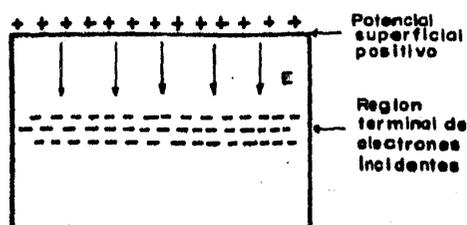


Figura 6

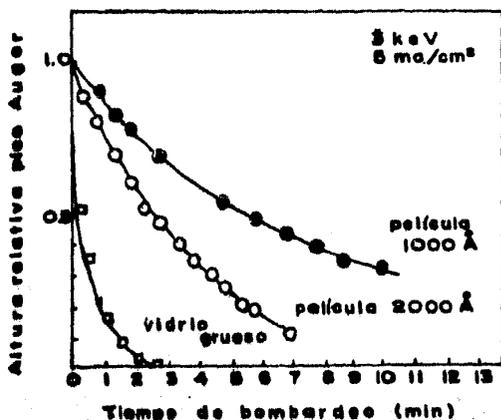


Figura 7

El campo eléctrico que surge como efecto de la acumulación de carga puede producir migración de iones que están presentes en la muestra. Este fenómeno fue observado por F. Ohuchi et al.¹⁰. Ellos midieron el decaimiento del pico Auger del sodio presente en películas de vidrio tipo "soda-lime" (figura 7). Esta disminución en la intensidad de la señal del sodio se pudo explicar por la electromigración de este elemento hacia el interior de las películas de vida al campo que se formó por la aglomeración de carga.

La acumulación de carga puede afectar los estudios hechos a las películas delgadas. Por ejemplo, T. Sasaki et al.¹¹, al analizar con la técnica de XPS películas de Li_2WO_4 irradiadas con electrones, observaron energías mayores de los fotoelectrones a causa de la aceleración por el potencial superficial, y además notaron que la muestra permanecía cargada hasta 17 horas.

Si la energía del haz incidente no se pierde en radiación electromagnética o producción de electrones secundarios, debe entonces convertirse en calor. Este calor en principio eleva la temperatura de la muestra, lo cual a su vez puede dar origen a otros efectos,

Las muestras metálicas tienen normalmente una buena conductividad tér

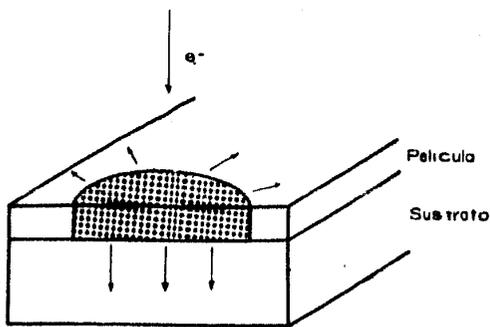


Figura 8

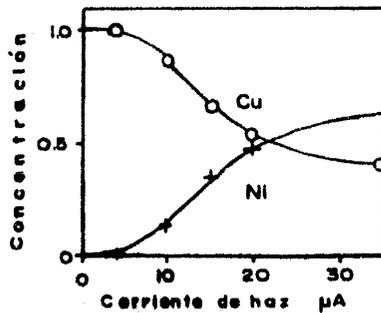


Figura 9

mica, cosa que previene su destrucción. Pero si este metal está en forma de película delgada, y además está depositada en un sustrato con una conductividad térmica pobre, esta suposición puede no ser válida.

La potencia del haz incidente sobre la película delgada se disipa en dos formas: 1) radialmente, sobre el plano de la película; 2) a través de la interfase metal-sustrato. En un estado estacionario, el balance entre la potencia incidente, y las disipadas en las dos formas enumeradas antes, determina la temperatura de la película (figura 8).

Si la película es suficientemente gruesa, la disipación radial prevalece sobre la normal. Pero cuando es muy delgada, sólo el pequeño transporte a través de la interfase persiste. Como consecuencia de ello, se espera un incremento en la temperatura de la película.

Una derivación del calentamiento de la película es la difusión. Evidencia experimental de la difusión en películas de cobre y níquel depositadas en vidrio ha sido proporcionada por K. Roll et al.¹², y además estimaron el aumento en la temperatura por la irradiación en las películas hasta unos 260°C (figura 9).

La segregación es otro de los fenómenos que pueden verse estimulados por el calentamiento de la muestra a causa de la irradiación, aunque también la electromigración puede estar envuelta. C. T. Stoddart et al.¹³ advirtieron que

el níquel, en películas de paladio-níquel, se segregaba hacia la superficie cuando la muestra se irradió con un haz de electrones (figura 10).

Daños estructurales también se presentan en las muestras a causa de la absorción de la energía del haz incidente. Efectos como polimerización, recristalización o destrucción de la estructura cristalina, generación y movimiento de defectos en la red, creación de pares electrón-hueco, etc., se pueden originar. Los cambios en general son resultado de la combinación de las excitaciones electrónicas, el calentamiento y la acumulación de carga.

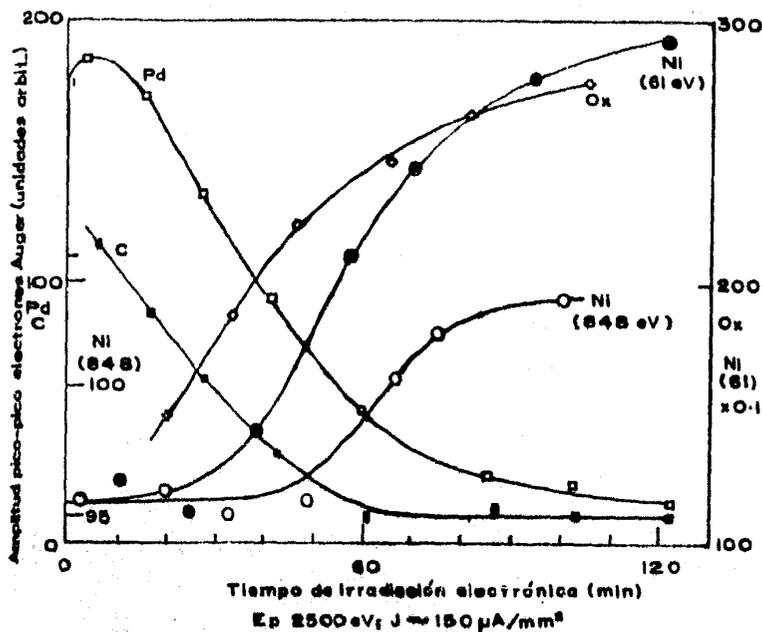


Figura 10

W. Lippert¹⁴ pudo observar cambios en el espesor de muestras de varios polímeros a causa de la irradiación con electrones. L. Reimer¹⁵ reporta la destrucción de cristales de parafina por la misma razón (figuras 11 y 12). Asimismo, recristalización de ejemplares de Ta contaminado con oxígeno, formando cristales de Ta_2O_5 , ha sido observada por C. J. Calbick¹⁶.

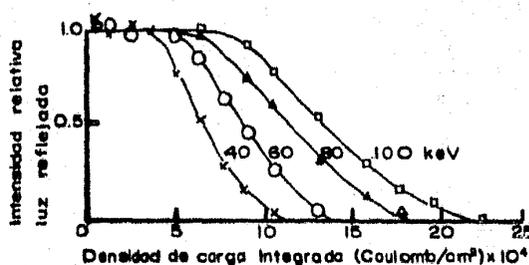
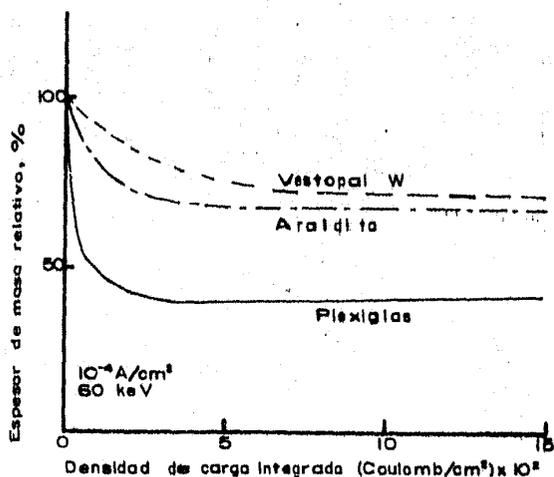


Figura 12 (Ref. 15)

Figura 11 (Ref. 14)

Un efecto más es la erosión de una parte de la muestra. J. Ahn et al.¹⁷, estudiaron el perfil de un espécimen de vidrio "soda-lime", que fue bombardeado con iones Xe^+ y un haz de electrones, de corriente 30 mA y energía de 3.0 keV. La figura 13 exhibe claramente el resultado.

R. E. Kirby y J. W. Dieball¹⁸, en sus investigaciones sobre los efectos de un haz de electrones sobre Si, pudieron observar que bajo irradiación con electrones, exposición a CO, y calentamiento, y sólo con la combinación de estos tres factores, se producían excavaciones en la superficie del Si.

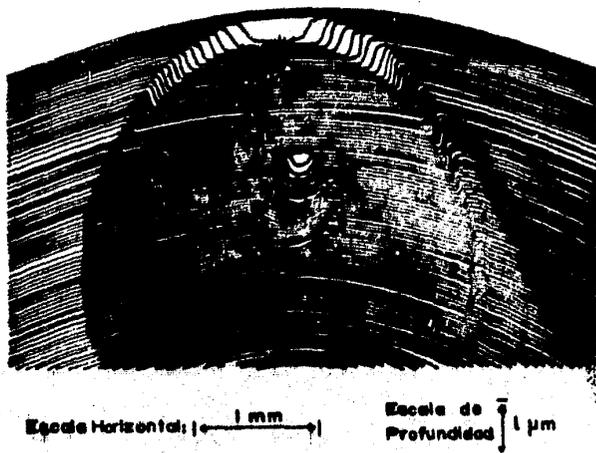


Figura 13

Todos estos ejemplos, - que son sólo unos cuantos de todas las alteraciones que los haces electrónicos pueden causar, dan una idea de la necesidad de un estudio profundo de los daños, para proporcionar un criterio - que permita hacer correcciones en las técnicas de análisis que requieren de la interacción de un haz de electrones con películas delgadas.

2.2. Penetración de electrones en sólidos.

Uno de los aspectos de la interacción radiación-materia que van a interesar más en el presente trabajo, es precisamente la penetración que un haz electrónico tiene dentro de un sólido cuando incide en él.

De acuerdo a la llamada teoría de Thomson-Whiddington¹⁹, la mitad de la energía de los electrones es absorbida en el último cuarto de su trayectoria dentro del blanco. Por tanto, es natural esperar que en esa región se produzca una gran cantidad de daño. Es ésta la razón por la cual un conocimiento adecuado de la penetración de los electrones en el material bajo estudio es necesario.

El proceso de penetración de electrones con cierta energía en el in-

terior de los sólidos ha sido investigado desde el primer trabajo de Lenard en 1895. La primera expresión teórica para el frenado de electrones en muestras sólidas fue desarrollada por H. A. Bethe en el marco de la teoría cuántica clásica. A partir de entonces, numerosos trabajos, tanto teóricos como experimentales referentes a la penetración de los electrones y producción de electrones secundarios, proceso muy importante también, han tenido lugar.

Una suposición obvia es que el alcance del haz electrónico depende de la energía inicial del haz, así como de la densidad del material irradiado. La penetración de los electrones debe ser mayor si su energía es mayor, y menor cuando la densidad es grande. Por tanto, se espera para el alcance, que aquí se definirá como la profundidad dentro del material en el cual la fracción de electrones transmitidos ha decrecido hasta el 1%, una expresión de la forma:

$$R = CE_0^n \quad (2.1)$$

En esta ecuación, E_0 es la energía de los electrones incidentes, n es un número mayor que 1, y $C \propto \rho^{-\alpha}$, ρ es la densidad.

Una expresión empírica obtenida por H. J. Fitting²⁰ es la siguiente:

$$R = 900\rho^{-0.8} E_0^{1.3} \quad E_0 < 10 \text{ keV} \quad (2.2)$$

$$R = 450\rho^{-0.9} E_0^{1.7} \quad E_0 > 10 \text{ keV} \quad (2.3)$$

En las ecuaciones (2.2) y (2.3), R está en \AA , ρ en g/cm^3 y E_0 en keV.

Es plausible que en la región de transición se puedan establecer relaciones con distintas C y n , lo que también puede ocurrir para energías próximas a 1 MeV, debido a la aparición de efectos relativistas. Estas ecuaciones también pueden ser utilizadas para la medición de espesores de películas, con una precisión mejor al 20%.

La fracción de electrones transmitidos como función de la profundidad se expresa del siguiente modo:

$$\eta = \exp\left\{-4.605 \left(\frac{x}{R(E_0, Z)}\right)^p (E_0, Z)\right\} \quad (2.4)$$

Aquí, x es la profundidad, y p es el llamado *parámetro de transmisión*, el cual

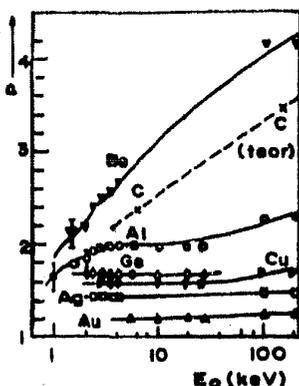


Figura 14

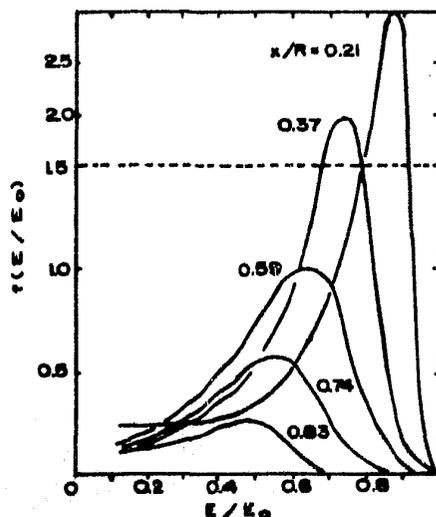


Figura 15

también depende de la energía y del material, en la forma que puede advertirse en la figura 14.

Así pues, con la fracción de transmisión se puede calcular la profundidad promedio a la que se introducen los electrones, y que está dada por

$$\bar{x} = \int_0^{\infty} x \left(-\frac{\partial \eta}{\partial x} \right) dx = \frac{\Gamma(1/p + 1)}{\alpha^{1/p}} \quad (2.5)$$

donde $\alpha = -4.605 R^{-p}$, y Γ es la función gamma.

La pérdida de energía de los electrones transmitidos se incrementa cuando la relación profundidad-alcance es mayor. Esto puede verse en la figura 15²¹, donde las distribuciones de energía para los electrones se van corriendo hacia valores más bajos cuando x/R aumenta.

La profundidad de absorción más probable también puede expresarse en función del parámetro de transmisión, y el resultado es²²:

$$x_m = (p - 1)^{1/p} (4.605 p)^{-1/p} R \quad (2.6)$$

El número total de electrones secundarios en función de la energía - para diversos metales se observa en la figura 16. Para materiales más pesados,

como el oro, la producción es menor que para materiales ligeros. La energía media para un electrón secundario producido por electrones incidentes de energía E_0 se ve en la figura 17, y en este caso la energía es mayor para materiales más pesados.

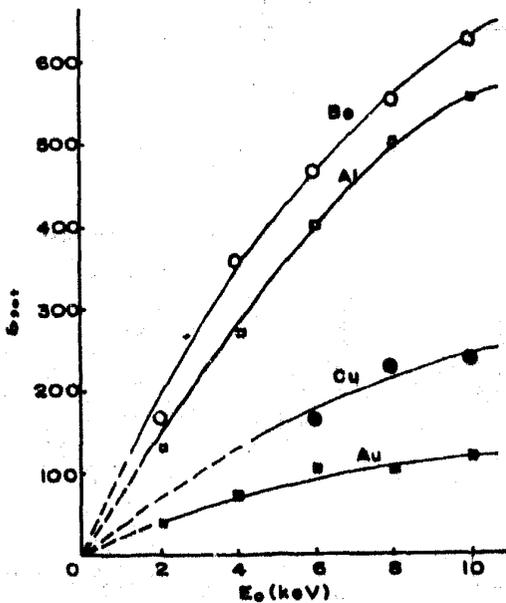


Figura 16

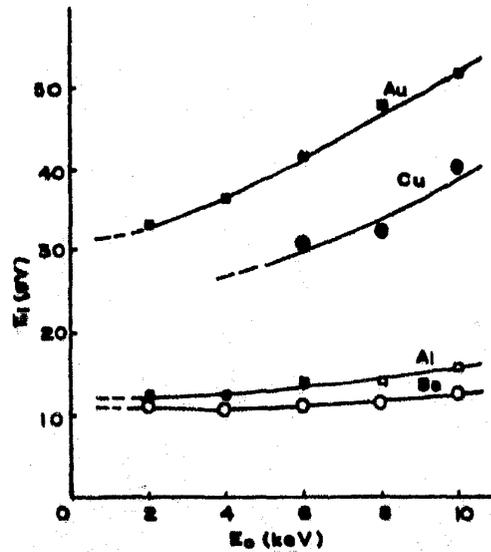


Figura 17

Los resultados teóricos referentes a todas estas magnitudes en general no se expresan en forma tan simple como los empíricos. Esto no significa que los resultados no sean buenos. Más aún, hay teorías que ajustan muy bien los datos experimentales. Un ejemplo de ellas es la de K. Kanaya y S. Ono²³, en la que utilizan funciones de potencia de formas exponencial y de potencias, con radio atómico apantallado para la dispersión. Un modelo de penetración por difusión de los electrones debido a colisiones múltiples se combina con una modificación de la ley de Thomson-Whiddington, con la sección eficaz de dispersión de la ley de Lenard, da una gran coincidencia con el experimento, aunque las expresiones son en algunos casos verdaderamente impresionantes por su complejidad.

Por ejemplo, la ecuación para el alcance *máximo* de penetración* se

(*). Debido al error experimental, se puede pensar que el alcance definido más arriba coincide con este alcance máximo.

puede escribir como:

$$R = \frac{(n-1)E_0^{1+1/n}(1+\epsilon E_0)^{1+1/n}}{NZ\pi 2\Gamma^2(1/n)a^{2-2/n}E_R^{1+1/n}a_H^{1/n}} \left\| \left((1+2\epsilon E_0)^2 \sin^2 \left\{ \frac{1}{n} \left[\frac{\pi}{2} - \tan^{-1} \left| \frac{aE_1(1+2\epsilon E_0)}{4a_H E_0 E_R (1+\epsilon E_0)} \right| \right] \right\} \right) \right\| \quad (2.7)$$

En esta ecuación, N es el número de átomos por unidad de volumen, Z es el número atómico, E_0 es la energía de los electrones incidentes, $\epsilon = e/2m_0c^2$, Γ es la función gamma, a_H el primer radio de Bohr del hidrógeno, E_1 es la energía de ionización promedio, n indica el grado de dispersión, E_R es la llamada Energía de Rydberg, y $a = 0.77a_H Z^{-1/6}$ (Å). El valor de n se calcula de la ecuación:

$$n = 1 + 2 \exp(-\xi + 2 \times 10^{-\xi}) \quad (2.8)$$

donde $\xi = \log(\epsilon_1/2)$, $\epsilon_1 = a/b$, con $b = 2e^2/E$.

La fracción de electrones transmitidos en función de la profundidad (más bien de la profundidad reducida $y = x/R$), es según esta teoría:

$$\eta = \exp\{-\gamma y / (1 - y)\} \quad (2.9)$$

donde el parámetro γ está definido por:

$$\gamma = \Omega(n-1)(Z+1) / \{n(n+1)2^{1/n}\} \quad (2.10)$$

aquí, Ω es la sección eficaz total, que toma en cuenta electrones que coliden hasta tres veces.

La coincidencia de esta teoría con los experimentos puede confirmarse en la figura 18, donde se muestra la fracción de electrones transmitidos como función de la profundidad reducida, y en la figura 19, donde se grafica el alcance contra la energía.

Aunque ambos resultados, el empírico y el teórico, dan una buena coincidencia, es evidente que la simplicidad del primero lo hace preferible cuando se desea algún cálculo práctico, no obstante que el teórico ayuda a un mejor entendimiento de lo que sucede en este tipo de interacción.

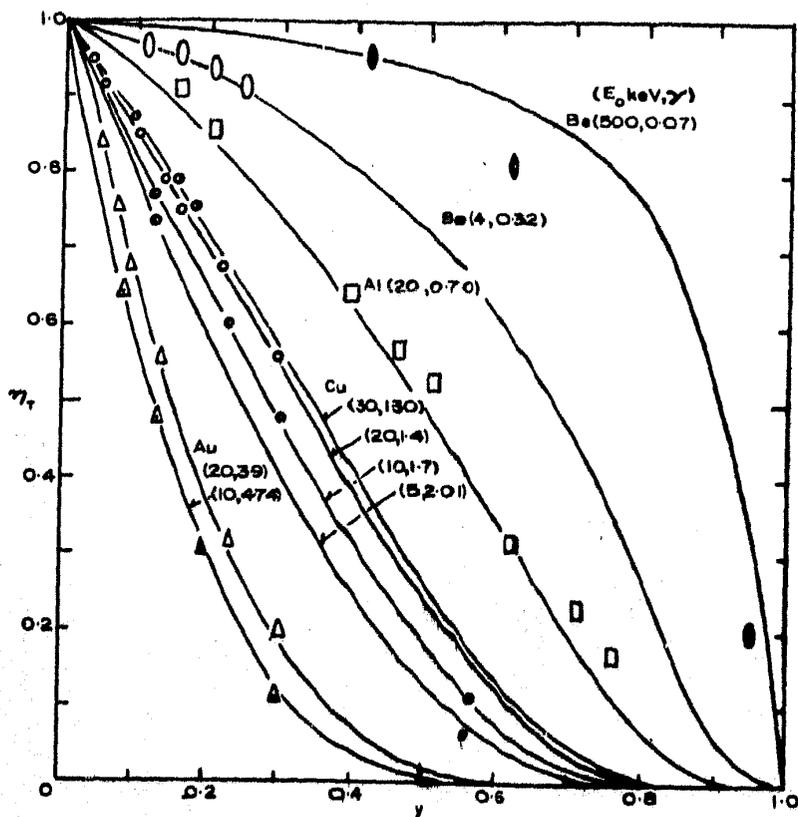


Figura 18

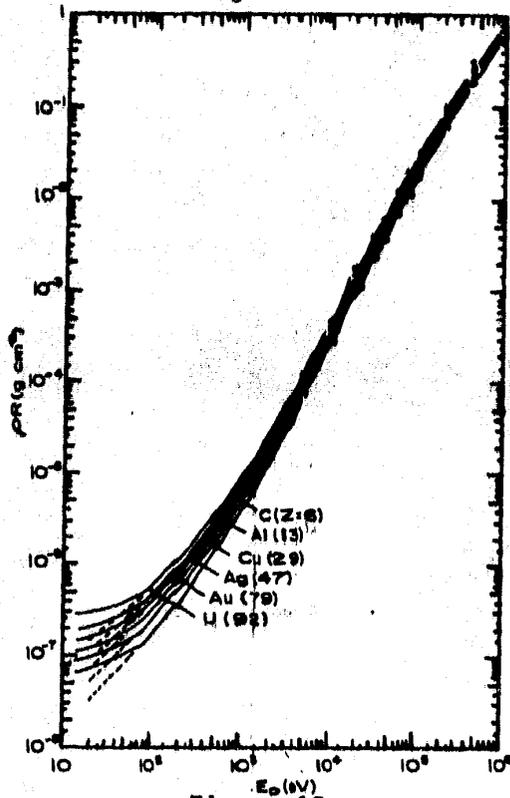


Figura 19

3

RETRODISPERSION DE RUTHERFORD (RBS)

3.1. Principios.

El nombre de esta técnica de análisis de materiales proviene de las investigaciones realizadas por el físico Ernest Rutherford a principios de este siglo, y con las cuales llegó a establecer su modelo atómico. Por las características del método también se le conoce como retrodispersión de iones.

Básicamente, el principio consiste en colocar un blanco frente a un haz monoenergético de iones de hidrógeno, helio o cualquier otro elemento ligero. Los iones retrodispersados provenientes del blanco como resultado de la interacción son detectados y analizados.

Para los iones que son dispersados por la superficie de la muestra, se tendrá la siguiente expresión de la energía:

$$E = K E_0 \quad (3.1)$$

donde E_0 es la energía de incidencia del ion y K es el llamado *factor cinemático de dispersión*. Este factor proporciona información acerca de la masa del blanco. Para una colisión elástica, el factor puede calcularse si se considera la situación mostrada en la figura 1. En ella, una partícula de masa m_1 y velocidad v_1 , colide elásticamente con otra de masa m_2 que se halla en reposo. Las ecuaciones siguientes se tendrán por conservación de energía y momento, en el sistema de laboratorio:

$$m_1 v_1 = m_1 v_1' \cos \theta + m_2 v_2' \cos \phi \quad (3.2)$$

$$0 = m_1 v_1' \sin \theta + m_2 v_2' \sin \phi \quad (3.3)$$

$$\frac{m_1 v_1^2}{2} = \frac{m_1 v_1'^2}{2} + \frac{m_2 v_2'^2}{2} \quad (3.4)$$

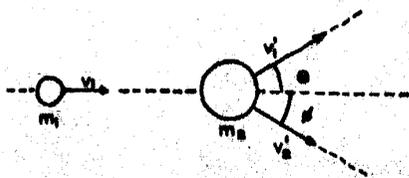


Figura 1

Al elevar al cuadrado las ecuaciones (3.2) y (3.3) y sumarlas, con las energías $E_0 = m_1 v_1^2 / 2$, $E = m_1 v_1'^2 / 2$, $E' = m_2 v_2'^2 / 2$, y eliminando el ángulo ϕ con las ecuaciones (3.2) y (3.3), resulta:

$$E' = \frac{m_1}{m_2} E_0 + \frac{m_1}{m_2} E - 2 \frac{m_1}{m_2} \sqrt{E E_0} \cos \theta \quad (3.5)$$

DE la ecuación (3.4), $E' = E_0 - E$, y al sustituir en la ecuación (3.5)

$$E \left(1 + \frac{m_1}{m_2} \right) - E_0 \left(1 - \frac{m_1}{m_2} \right) = 2 \frac{m_1}{m_2} \sqrt{E E_0} \cos \theta \quad (3.6)$$

Si se eleva al cuadrado la ecuación (3.6) y se resuelve la ecuación de segundo grado en $K = E/E_0$, el resultado es:

$$K = \left(\frac{m_1 \cos \theta + \sqrt{m_2^2 - m_1^2 \sin^2 \theta}}{m_1 + m_2} \right)^2 \quad (3.7)$$

De la ecuación (3.7) se deduce que para átomos pesados los iones pierden poca energía, mientras que los átomos ligeros absorben mucho de la energía incidente. Del mismo modo, para iones más pesados la pérdida es mayor, y lo mismo ocurre para ángulos mayores. En la figura 2 se aprecia esta situación. Por ello, las mediciones se llevan a cabo en ángulos de 150° y mayores.

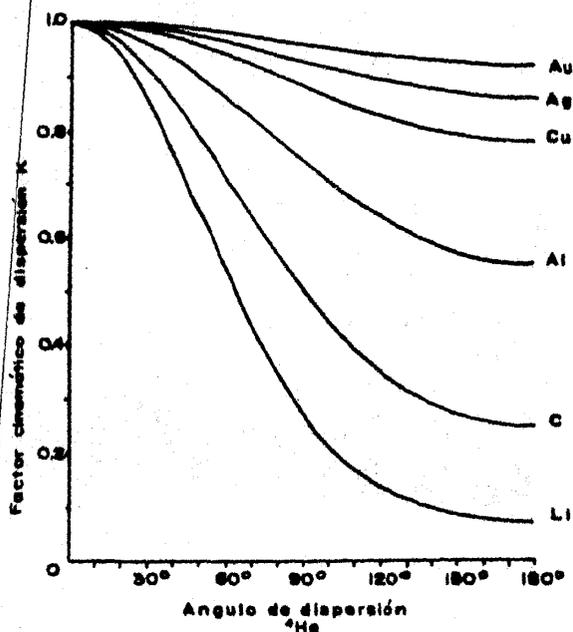


Figura 2

Estos hechos permiten distinguir elementos, y aún isótopos hasta de una masa atómica de cerca de 40 (como ^{35}Cl y ^{37}Cl), si se eligen los parámetros y se tienen las condiciones experimentales adecuadas. Sin embargo, para elementos mucho más pesados, dos de entre ellos sólo pueden ser distinguidos si su diferencia en masas es del orden de 10 unidades de masa atómica.

La sección eficaz diferencial para dispersión, $d\sigma/d\Omega$, en una dirección dada dentro de un ángulo sólido $d\Omega$, se define para un átomo del blanco como:

$$\left(\frac{d\sigma}{d\Omega} \right) d\Omega = \frac{\text{número de partículas dispersadas en el ángulo sólido } d\Omega}{\text{número de partículas incidentes por unidad de área}} \quad (3.8)$$

Para el sistema de laboratorio, la sección eficaz diferencial se puede escribir, de acuerdo al análisis del apéndice:

$$\frac{d\sigma}{d\Omega} = \left(\frac{Z_1 Z_2 e^2}{2E_0 \sin^2 \theta} \right)^2 \frac{(\cos \theta + \{1 - (m_1 \sin \theta / m_2)^2\}^{1/2})^2}{(1 - \{m_1 \sin \theta / m_2\}^2)^{1/2}} \quad (3.9)$$

donde Z_1 y Z_2 son los números atómicos del proyectil y el blanco, respectivamente, e es la carga del electrón, y E_0 es la energía del proyectil antes de la dispersión. La ecuación (3.9) toma en cuenta el retroceso del blanco, pero si $m_2 \gg m_1$, entonces el retroceso es insignificante, y la ecuación (3.9) se puede aproximar por:

$$\frac{d\sigma}{d\Omega} = \left(\frac{Z_1 Z_2 e^2}{E_0} \right)^2 \frac{1}{\sin^4 \theta / 2} \quad (3.9a)$$

También se puede definir una sección eficaz promedio σ , como

$$\sigma = \frac{1}{\Omega} \int \frac{d\sigma}{d\Omega} d\Omega \quad (3.10)$$

donde Ω es el ángulo sólido que subtende el detector.

A causa de la pérdida de energía de los iones en el material del blanco, la energía de los proyectiles dispersados en el interior será menor. La diferencia de energía ΔE representa la cantidad de energía perdida por las partículas del haz cuando entran y salen del blanco. Existe una relación directa entre el espesor total del blanco y la diferencia de energía ΔE . Puede observarse la figura 3 para obtener esta conexión, en el caso de que todos los ángulos involucrados sean coplanares. De ella se deducen las expresiones:

$$\theta = 180^\circ - \theta_1 - \theta_2 \quad (3.11)$$

$$E = E_0 - \frac{t}{\cos \theta_1} \frac{dE}{dx} \Big|_{E_0} \quad (3.12)$$

$$E = KE - \frac{t}{\cos \theta_2} \frac{dE}{dx} \Big|_{KE} \quad (3.13)$$

En estas expresiones, t es el espesor del blanco, y dE/dx es la pérdida de energía de la partícula.

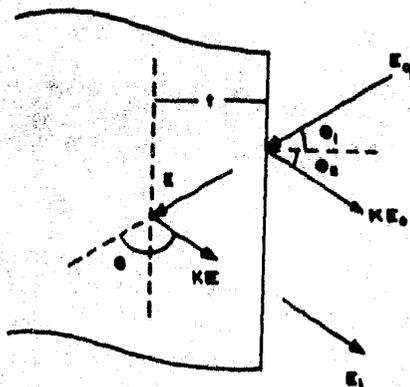


Figura 3

Así pues, la diferencia de energía es:

$$\Delta E = KE_0 - E$$

relación que puede escribirse como

$$\Delta E = \{S\} t \quad (3.15)$$

donde $\{S\}$, el factor de pérdida de energía de retrodispersión, está definido en la forma:

$$\{S\} \equiv \frac{K}{|\cos\theta_1|} \left. \frac{dE}{dx} \right|_{E_0} + \frac{1}{|\cos\theta_2|} \left. \frac{dE}{dx} \right|_{KE} \quad (3.16)$$

Este resultado es una aproximación para espesores muy pequeños. Para apreciar esta aproximación se puede ver la figura 4, donde una dependencia con la energía de dE/dx se muestra en una forma esquemática. Los valores de dE/dx en E_0 y KE_0 se indican con círculos, mientras que los valores reales durante las trayectorias de entrada y salida se muestran con trazos más gruesos.

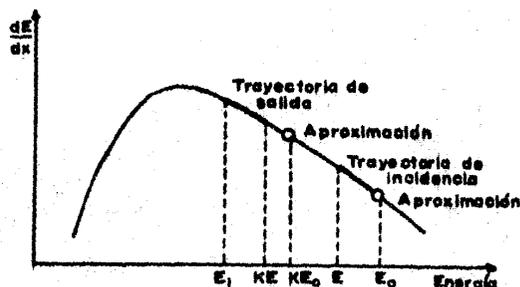


Figura 4

Para incidencia normal del haz, $\theta_1=0$, $\theta_2=180^\circ - \theta$, y la ecuación (3.16) se transforma en:

$$\{S_0\} = K \left. \frac{dE}{dx} \right|_{E_0} + \frac{1}{|\cos\theta|} \left. \frac{dE}{dx} \right|_{KE_0} \quad (3.17)$$

Una aproximación más efectiva puede lograrse si se evalúa dE/dx a una energía de incidencia promedio \bar{E} y una energía de salida promedio \bar{E}_0 sobre las trayectorias respectivas en la figura 3. Así, se define el factor de retrodispersión promedio $\{\bar{S}\}$ como

$$\{\bar{S}\} = \frac{K}{|\cos\theta_1|} \left. \frac{dE}{dx} \right|_{\bar{E}} + \frac{1}{|\cos\theta_2|} \left. \frac{dE}{dx} \right|_{\bar{E}_0} \quad (3.18)$$

Con el uso de esta aproximación,

$$\bar{E} = (E_0 + E)/2 \quad \bar{E}_0 = (E + KE_0)/2 \quad (3.19)$$

Otras formas de expresar la profundidad, además de la t , que la da en unidades de longitud, son:

ρt (g/cm^2) = masa por unidad de área

Nt (átomos/ cm^2) = número de átomos por unidad de área.

Aquí, ρ y N son las densidades volumétricas de masa y de átomos, respectivamente. Se encuentran relacionadas a través del número de Avogadro, N_0 , y el peso mole-

cular del blanco, M , en la forma:

$$N = N_0 \rho / M \quad (3.20)$$

Con ésto, la pérdida de energía se puede expresar como $dE/\rho dx$, o también como $dE/N dx$.

La sección eficaz de frenado por átomo ϵ se define como:

$$\epsilon \equiv \frac{1}{N} \frac{dE}{dx} \quad (3.21)$$

La definición anterior permite escribir ecuaciones paralelas a las (3.17) y (3.18), pero con el factor de sección eficaz de frenado $\{\epsilon\}$ en vez de $\{S\}$, para incidencia normal, $\theta_1=0$:

$$\{\epsilon_0\} = K \epsilon(E_0) + \frac{1}{|\cos\theta|} \epsilon(KE_0) \quad (3.22)$$

para la aproximación de energía superficial, y

$$\{\bar{\epsilon}\} = K \epsilon(\bar{E}) + \frac{1}{|\cos\theta|} \epsilon(\bar{E}_0) \quad (3.23)$$

en el caso de la aproximación de energía media, con \bar{E} y \bar{E}_0 según las ecuaciones (3.19).

Si el blanco de que se trata es una muestra compuesta, es posible aplicar la *regla de Bragg*²⁴, que consiste en la aditividad de las secciones eficaces de frenado de los componentes. Esta regla se aplica en la escala atómica o molecular en la siguiente manera:

$$\epsilon^{A_m B_n} = m \epsilon^A + n \epsilon^B \quad (3.24)$$

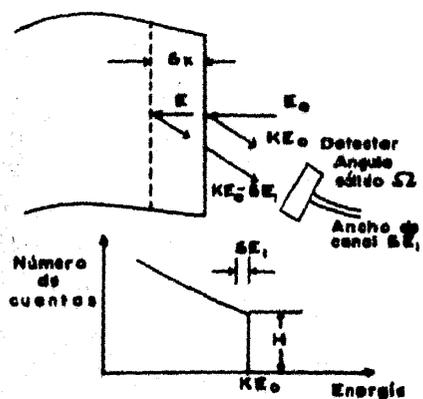
ecuación en la que $A_m B_n$ es la forma molecular de un compuesto formado por m átomos de A y n átomos de B , siendo m y n enteros. Funciona también para una mezcla, y entonces m y n representan las concentraciones atómicas fraccionarias de los elementos A y B , respectivamente.

3.2. Análisis de un espectro.

Como se mencionó en la sección anterior, la información por RBS se obtiene a partir de la energía de los iones retrodispersados. Pero la forma -

de estudiar dicha energía consiste en contar el número de partículas que son retrodispersadas con energías que están dentro de intervalos que cubren a su vez todo el intervalo de energías esperadas como resultado de esa retrodispersión. Por razones que se entenderán posteriormente, a los pequeños intervalos de energía en adelante se les denominará canales.

La forma y la altura del espectro encierran información cuantitativa del blanco. Existen diversas aproximaciones para obtener dicha información y - por ello se comenzará con la más simple.



Supóngase que el blanco es una muestra gruesa (figura 5). Se tendrá en consideración sólo la región cercana a la superficie. Todas las cantidades señaladas en la figura se han definido previamente, con excepción de δE_1 , el cual es el ancho del canal de energía del sistema de detección, δx es el grosor de una capa, y H es la altura del espectro.

Figura 5

La relación entre δE_1 y δx se obtiene de las ecuaciones (3.14), (3.15) y (3.17), que dan como resultado:

$$\delta E_1 = KE_0 - E_1 \quad (3.25)$$

$$\delta E_1 = \{S\}\delta x = \{\epsilon\}N\delta x \quad (3.26)$$

La altura del espectro, que es el número de cuentas (partículas) por canal, depende del número total de iones incidentes, Q , el ángulo sólido del detector, Ω , la sección eficaz promedio σ de la ecuación (3.10), evaluada en E_0 y el número total de átomos por unidad de área, $N\delta x$, que da la diferencia de energía correspondiente al ancho del canal, δE_1 . Así,

$$H = Q\sigma\Omega N\delta x \quad (3.27)$$

y utilizando la ecuación (3.26) resulta:

$$H = Q\sigma\Omega N\delta E_1 / \{S\} \quad (3.28)$$

o también

$$H = Q\sigma\Omega\delta E_1/\{\epsilon\} \quad (3.29)$$

Para el análisis a una profundidad mayor, el problema no es tan sencillo como antes. No obstante, puede verse la figura 6 para obtener un resultado útil. Un procedimiento parecido al anterior lleva a la ecuación:

$$H(E_1) = Q\sigma(E)\Omega N\delta(KE)/\{S(E)\} \quad (3.30)$$

o bien

$$H(E_1) = Q\sigma(E)\Omega\delta(KE)/\{\epsilon(E)\} \quad (3.31)$$

Existen algunas diferencias importantes entre las ecuaciones (3.30) y (3.31), y las ecuaciones (3.28) y (3.29). En primer lugar, δx , que está en el interior de la muestra, genera un ancho de energía $\delta(KE)$ dentro del blanco, que se vuelve δE_1 fuera de él. Como segundo punto, la sección eficaz diferencial se ha de evaluar a una energía E a la profundidad x , justo antes de la dispersión. Finalmente, $\{S(E)\}$ y $\{\epsilon(E)\}$ se evalúan en una energía local E , en vez de E_0 en las ecuaciones (3.17) y (3.22). Así:

$$\{S(E)\} = K \left. \frac{dE}{dx} \right|_E + \frac{1}{|\cos\theta|} \left. \frac{dE}{dx} \right|_{KE} \quad (3.32)$$

$$\{\epsilon(E)\} = K\epsilon(E) + \frac{1}{|\cos\theta|} \epsilon(KE) \quad (3.33)$$

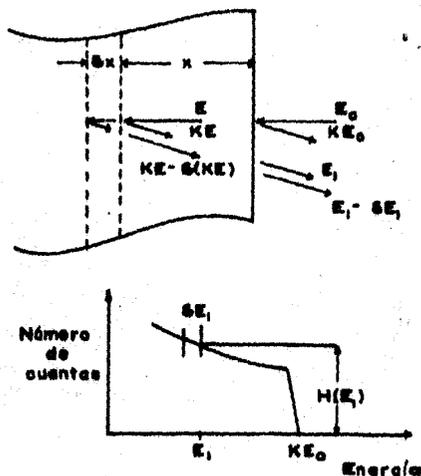


Figura 6

Debe advertirse la diferencia entre $\{S(E)\}$ y $\{\bar{S}\}$. $\{\bar{S}\}$ se utiliza para determinar la profundidad a la que ocurre la dispersión.

El término $\delta(KE)$ no se puede medir, pero se relaciona con δE_1 por medio de la expresión

$$\delta(KE) = \frac{\epsilon(KE)}{\epsilon(E_1)} \delta E_1 \quad (3.34)$$

De este modo, la ecuación (3.31) cambia a

$$H(E_1) = Q\sigma(E)\Omega \frac{\delta E_1}{\epsilon(E)} \frac{\epsilon(KE)}{\epsilon(E_1)} \quad (3.35)$$

Además, E debe hallarse de E_0 y E_1 en cálculos separados, antes de poder aplicar la ecuación (3.35).

Cuando el blanco es una película delgada, se encuentra una relación directa entre el área del espectro y el espesor de la película.

Considérese el espectro como el de la figura 7. Se dirá que la película es delgada si $E_0 \gg \delta E$, y la pérdida de energía no cambia en forma apreciable al variar la energía de E_0 a E y de KE a E_1 . La aproximación superficial puede usarse para la película delgada, dando como resultado:

$$\Delta E = \{S\}t = \{\epsilon\}Nt \quad (3.36)$$

y además

$$H = Q\sigma\Omega\delta E_1 / \{\epsilon\} \quad (3.37)$$

El área del espectro de energías se puede calcular tomando la suma de las cuentas para todos los canales. Para un espectro rectangular:

$$A = H \frac{\Delta E}{\delta E_1} \quad (3.38)$$

con esto

$$A = Q\sigma\Omega Nt \quad (3.39)$$

Entonces, el área del espectro es directamente proporcional al espesor de la película. Esta relación se mantiene para películas sumamente delgadas, pese a que en este caso el espectro es más bien gaussiano que rectangular, debido a resolución y fluctuaciones de energía.

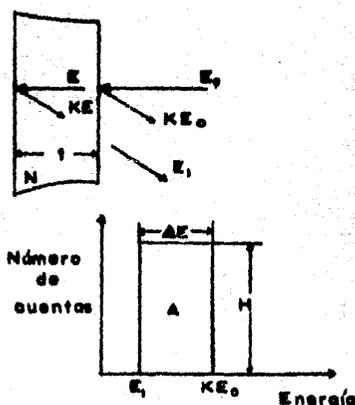


Figura 7

A continuación se examinará la relación entre las alturas de los espectros de dos películas delgadas superpuestas, o de una sola película sobre un sustrato más grueso. La figura 8 muestra un sistema de este tipo. La altura de las señales de las especies A y B, H_A y H_B , se toman en las energías que corresponden a la dispersión en la interfase. La razón entre dichas alturas es:

$$\frac{H_A}{H_B} = \frac{\sigma_A}{\sigma_B} \frac{\{E\}_B^B}{\{E\}_A^A} \frac{\delta(K_A E)}{\delta(K_B E)} \quad (3.40)$$

El término $\delta(K_A E)/\delta(K_B E)$ para algunos sistemas, como el oro-plata, tiene un valor próximo a 1. Es necesario conocerlo para tomar en cuenta la diferencia entre la energía por canal y el correspondiente ancho de energía dentro de la muestra, en la interfase, para una capa δx . Entonces, para sistemas del tipo Au-Ag,

$$\frac{H_A}{H_B} = \frac{\sigma_A}{\sigma_B} \frac{\{E\}_B^B}{\{E\}_A^A} \quad (3.41)$$

Una forma de evaluar la cantidad $\delta(K_A E)/\delta(K_B E)$ es referirla a la razón de las secciones eficaces de frenado, en la forma:

$$\frac{\delta(K_A E)}{\delta(K_B E)} = \frac{\epsilon^A(K_A E)}{\epsilon^A(K_B E)} \frac{\epsilon^A(E_{1B})}{\epsilon^A(E_{1A})} \quad (3.42)$$

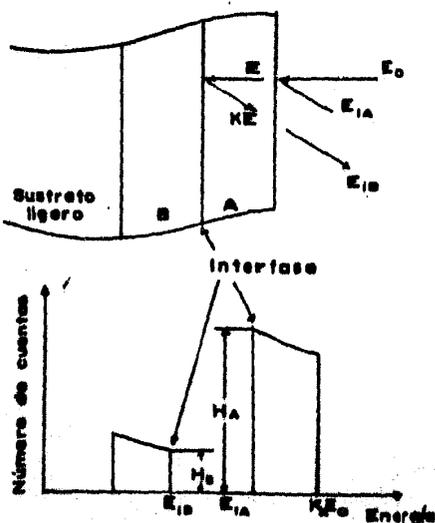


Figura 8

ϵ^A se emplea porque la pérdida de energía ocurre en el componente A. Además, E_{1A} y E_{1B} se refieren a las energías detectadas de partículas que fueron retrodispersadas en la interfase.

La utilidad de la medición de alturas relativas es que se hace innecesario conocer Q y Ω .

Cuando las películas delgadas se han mezclado o han formado compuestos, se puede obtener una ecuación para las alturas relativas de un espectro de RBS.

Supóngase que la película está compuesta por los elementos A y B, en una especie de composición molecular $A_m B_n$, con m y n enteros. También se puede pensar en una mezcla de composición idéntica, y en este caso m y n son fracciones tales que $m + n = 1$. La figura 9 da una guía para el análisis del problema. Se usará el subíndice A o B para indicar que la dispersión es por A o por B, y el superíndice $A_n B_m$ para señalar que el medio de frenado es el compuesto o mez-

cla. Si se presume que la película es lo suficientemente delgada para usar la aproximación superficial, resultan las ecuaciones:

$$\Delta E_A = \{S\}_A^{AmBn} t = \{\epsilon\}_A^{AmBn} N^{AmBn} t \quad (3.43)$$

$$\Delta E_B = \{S\}_B^{AmBn} t = \{\epsilon\}_B^{AmBn} N^{AmBn} t \quad (3.44)$$

Aquí, N^{AmBn} es la densidad molecular del compuesto, o la densidad atómica de la mezcla. Asimismo:

$$\{S\}_A^{AmBn} = K_A \left. \frac{dE}{dx} \right|_{E_0} + \frac{1}{|\cos\theta|} \left. \frac{dE}{dx} \right|_{K_A E} \quad (3.45)$$

La expresión equivalente se tiene para $\{S\}_B^{AmBn}$, si se cambia K_A por K_B en la ecuación (3.45). En forma análoga,

$$\{\epsilon\}_A^{AmBn} = K_A \epsilon_A^{AmBn}(E_0) + \frac{1}{|\cos\theta|} \epsilon_A^{AmBn}(K_A E_0) \quad (3.46)$$

Sabiendo la composición de las películas, y midiendo ΔE_A ó ΔE_B , se puede calcular su espesor.

Para las alturas del espectro, H_A ó H_B , se pueden obtener expresiones similares a las ecuaciones (3.28) y (3.29):

$$H_A = Q\sigma_A \Omega N_A \delta E_1 / \{S\}_A^{AmBn} \quad (3.47)$$

$$H_B = Q\sigma_B \Omega N_B \delta E_1 / \{S\}_B^{AmBn} \quad (3.48)$$

Al dividir ambas ecuaciones:

$$\frac{H_A}{H_B} = \frac{\sigma_A}{\sigma_B} \frac{N_A}{N_B} \frac{\{S\}_A^{AmBn}}{\{S\}_B^{AmBn}} = \frac{\sigma_A}{\sigma_B} \frac{m}{n} \frac{\{S\}_A^{AmBn}}{\{S\}_B^{AmBn}} \quad (3.49)$$

Esta ecuación ofrece la posibilidad de calcular concentraciones o la estequiometría de la película. Por otro lado, es insensible a los errores sistemáticos en los valores de pérdida de energía utilizados.

Si se da el caso de que el componente A es más ligero que el componente B en una superposición de películas, pueden aparecer dificultades. La figura 10 da ejemplos de ello. En (a), el componente A absorbe la energía de las partículas que llegan a B, y esto provoca un desplazamiento de $K E_0$ hacia energías menores, aunque las partículas dispersadas por B pueden tener energías superior-

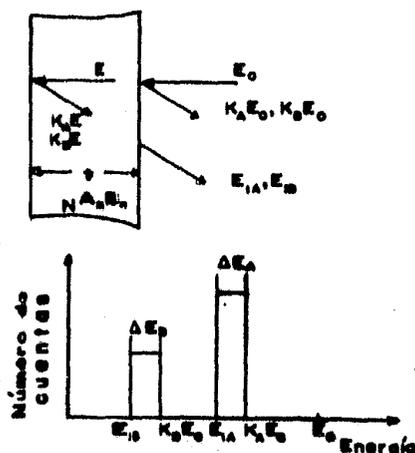


Figura 9

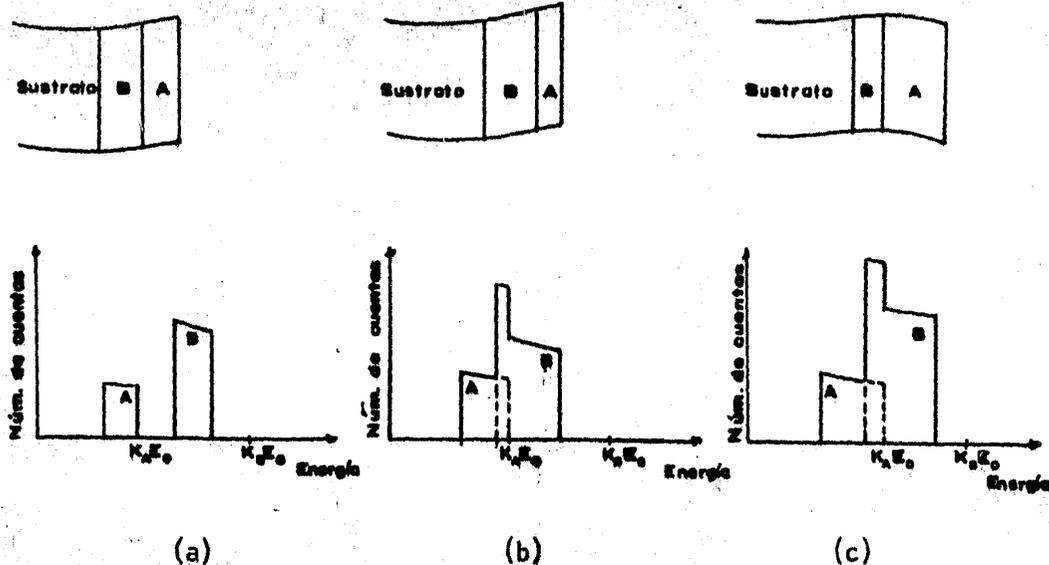


Figura 10

res a las retrodispersadas por A. Pero si el espesor de B aumenta, puede suceder que haya iones con la misma energía, tanto dispersados por B como por A. Como consecuencia, habrá una superposición de los espectros, según se observa en (b). Lo mismo puede ocurrir si la película A es más gruesa que la B, caso mostrado en (c). Soluciones a estos problemas se obtienen con el uso de diferentes iones y energías para irradiar la muestra.

3.3. Fluctuaciones de energía.

Cuando el haz de iones utilizado para RBS atraviesa una cierta capa - del material bajo estudio, es lógico pensar que aun cuando todos ellos llevaran exactamente la misma energía (desde luego, en la práctica ésto no es posible de realizar), no todos estarán sometidos a interacciones idénticas con el material, lo cual va a provocar que la energía con la cual emergen del blanco después de la dispersión esté sujeta a variaciones o fluctuaciones (en inglés, *Energy Straggling*).

Estas fluctuaciones de energía van a restringir la resolución del método para determinar masas y profundidades. Hay algunas teorías encaminadas a delinear este fenómeno, pero por desgracia las mediciones válidas que las corroboran son escasas.

La más simple de estas teorías es la desarrollada por Niels Bohr^{24, 25}

la cual establece el resultado:

$$\Omega_B^2 = 4\pi Z_1^2 Z_2^2 e^4 N \Delta R \quad (3.50)$$

En esta ecuación, Ω_B es la fluctuación de energía de Bohr, la cual es la desviación normal del ensanchamiento de la energía, que se relaciona con el ancho total a la mitad del máximo (FWHM, por sus siglas en inglés), por

$$\Omega_B = \text{FWHM}/2.355 \quad (3.51)$$

Z_1 y Z_2 son los números atómicos del proyectil y el blanco, N es la densidad atómica y ΔR es el espesor del blanco.

Modificaciones a la teoría de Bohr arrojan como consecuencia^{26, 27}:

$$\Omega_M^2 = f(Z_1, Z_2, E) \Omega_B^2 \quad (3.52)$$

Los límites asintóticos para esta fórmula son $f = 1$, lo que da la teoría de Bohr, para energías altas, y $f < 1$ para bajas energías.

La función $f(Z_1, Z_2, E)$ también ha sido calculada por otros métodos²⁸ y el resultado que aparece da fluctuaciones bastante menores que la teoría de Bohr. Los resultados pueden apreciarse en la figura 11.

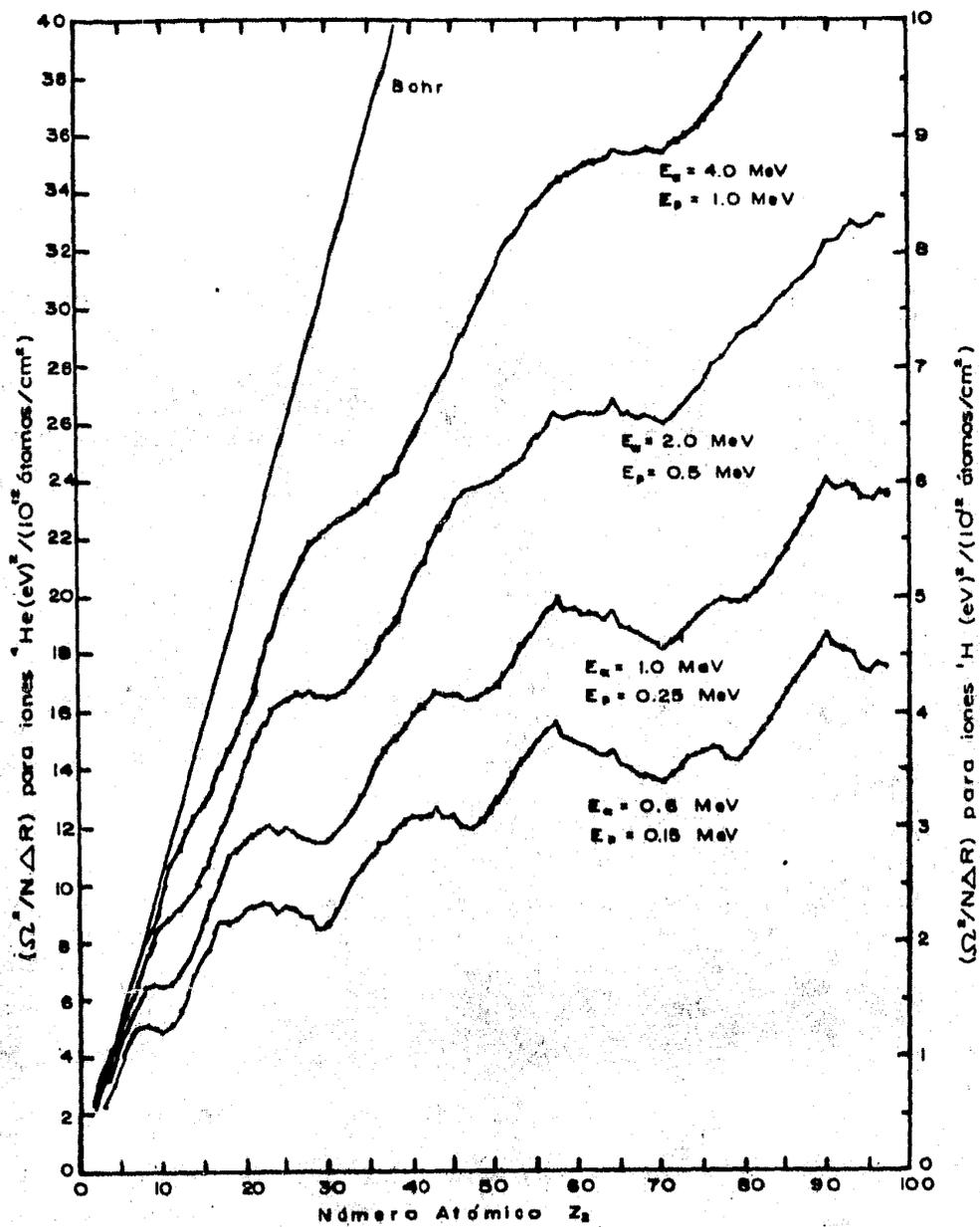
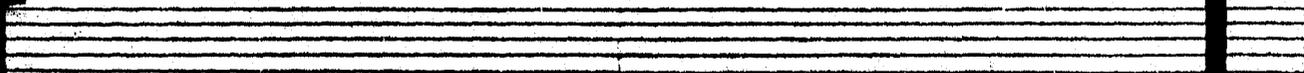
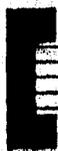


Figura 11

4

PRODUCCION DEL HAZ ELECTRONICO



Un requisito indispensable para el estudio del daño producido por la incidencia de electrones en películas delgadas es, obviamente, la producción de un haz con las características deseadas.

Para cubrir este requisito es necesario tomar en cuenta dos puntos importantes, que son, por un lado, la emisión de electrones por algún material, y por otra la óptica del haz electrónico. La complejidad de ambos campos impide tratarlos aquí en una forma muy profunda, pero estudios más completos se pueden hallar en la bibliografía^{30,31,32,33}.

4.1. Emisión de electrones.

La emisión de electrones se puede definir como la expulsión de estas partículas por cuerpos líquidos o sólidos, y no en forma espontánea, sino por la acción de cierto agente físico externo. Así, puede clasificarse la emisión electrónica según el tipo de agente que la provoque:

- 1.- Elevación de la temperatura del cuerpo;
- 2.- Bombardeo del cuerpo por medio de iones, electrones, etc.;
- 3.- Radiación electromagnética de longitud de onda suficientemente corta incidente sobre el cuerpo;
- 4.- Aplicación de un campo eléctrico positivo grande cerca del cuerpo.

Estos tipos de emisión se les conoce, respectivamente, como *termiónica*, *secundaria*, *fotoeléctrica* y *por efecto de campo*. En este caso el interés se centrará en la emisión termiónica, debido a que es el método empleado en la producción del haz. Sin embargo, es posible encontrar datos relativos a los otros tipos de emisión en las referencias.

Dentro de un metal, hay electrones que se encuentran ligados a él débilmente. A éstos se les denomina *electrones libres*, y a pesar de que su distribución de velocidades adecuada es la de Fermi-Dirac, a temperaturas altas siguen aproximadamente la distribución de Maxwell-Boltzmann, aunque las velocidades reales de los electrones a 3000 K son cerca de 1000 veces superiores a las predichas por esta última teoría.

Las fuerzas electrostáticas causadas por los átomos del material impiden que la mayoría de los electrones libres lo abandonen. Estas fuerzas tienen su origen no sólo en las cargas positivas restantes, sino en los reajustes de la carga negativa. Para que un electrón salga del material es preciso que supere la barrera de potencial que le presenta la superficie, con una energía cinética mínima. El trabajo por unidad de carga necesario para que este efecto se realice es conocido como *función trabajo*.

Una aproximación para entender teóricamente la forma en que la superficie liga los electrones al material se puede hacer por medio de una comparación entre un material finito y uno infinito. Puede probarse³⁴ que la acción de una celda del material sobre los electrones decae como r^{-5} , es decir, es de corto alcance.

Si se hace la suposición extra de que la distribución de la carga eléctrica no se distorsiona en la superficie (figura 1) el resultado sería que la función trabajo es igual a la energía de Fermi, lo cual en la realidad es incorrecto. Esto ocurre porque la carga en la superficie no sigue la misma distribución que en el interior.

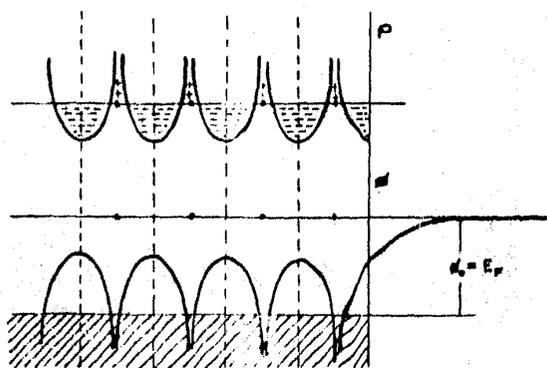


Figura 1

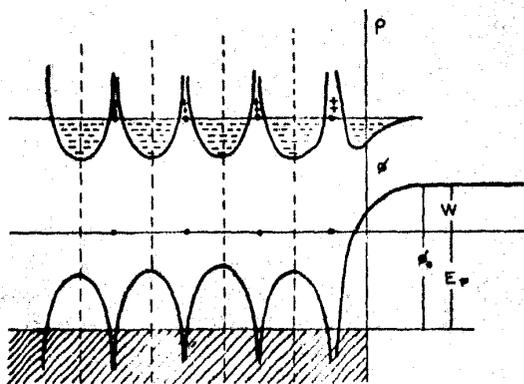


Figura 2

En esta forma, al considerar una superficie eléctricamente neutra vista desde lejos (en una escala atómica), en la parte próxima a la superficie aparecen campos eléctricos intensos, contra los que debe ejercerse un trabajo dado por $W = \int_e E \cdot dL$ para que el electrón abandone la superficie (figura 2). Esto reduce en un valor más real de la función trabajo.

Por lo expuesto anteriormente, es de esperar que la emisión electrónica de un material dependa de su temperatura y de su función trabajo. Así pues, Richardson³⁵ y Dushman³⁶ encontraron teóricamente que la densidad de corriente emitida, J , varía con la temperatura en la forma:

$$J = (120.4 \text{ A/cm}^2) T^2 \exp(-b_0/T) \quad (4.1)$$

donde $b_0 = 11600 \phi_0$, ϕ_0 es la función trabajo. En la mayoría de los metales reales, el factor 120.4 debe cambiarse por 60.

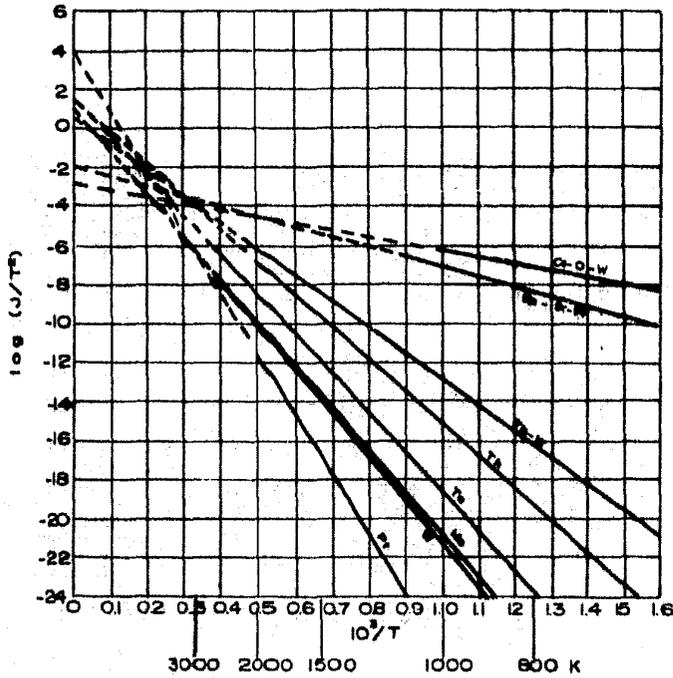


Figura 3

La variación con el término T^2 es pequeña, y por tanto difícil de verificar, no así el término exponencial, al que se debe la más fuerte dependencia de la emisión con la temperatura. La figura 3 muestra una gráfica, para algunos metales, de $\log J/T^2$ contra $1/T$, lo cual da una línea recta.

Si se toma en cuenta que la mayor parte de la potencia con que se calienta el emisor se disipa como radiación en el intervalo de temperaturas en que se obtiene la emisión, puede dibujarse una gráfica de la corriente emitida contra la potencia de calentamiento. Esta gráfica es casi una recta, pero para efectos prácticos se hace una ligera distorsión en las coordenadas, con lo cual se obtiene exactamente una recta. La figura 4 muestra este tipo de gráficas para tres materiales.

De acuerdo a la ecuación (4.1), sería de esperar que el mejor metal emisor sea el que tiene la función trabajo más pequeña. Sin embargo, no es éste el caso, pues el cesio, el cual presenta la menor función trabajo, se funde a 300 K, prácticamente la temperatura ambiente. Por otra parte, el tungsteno, con

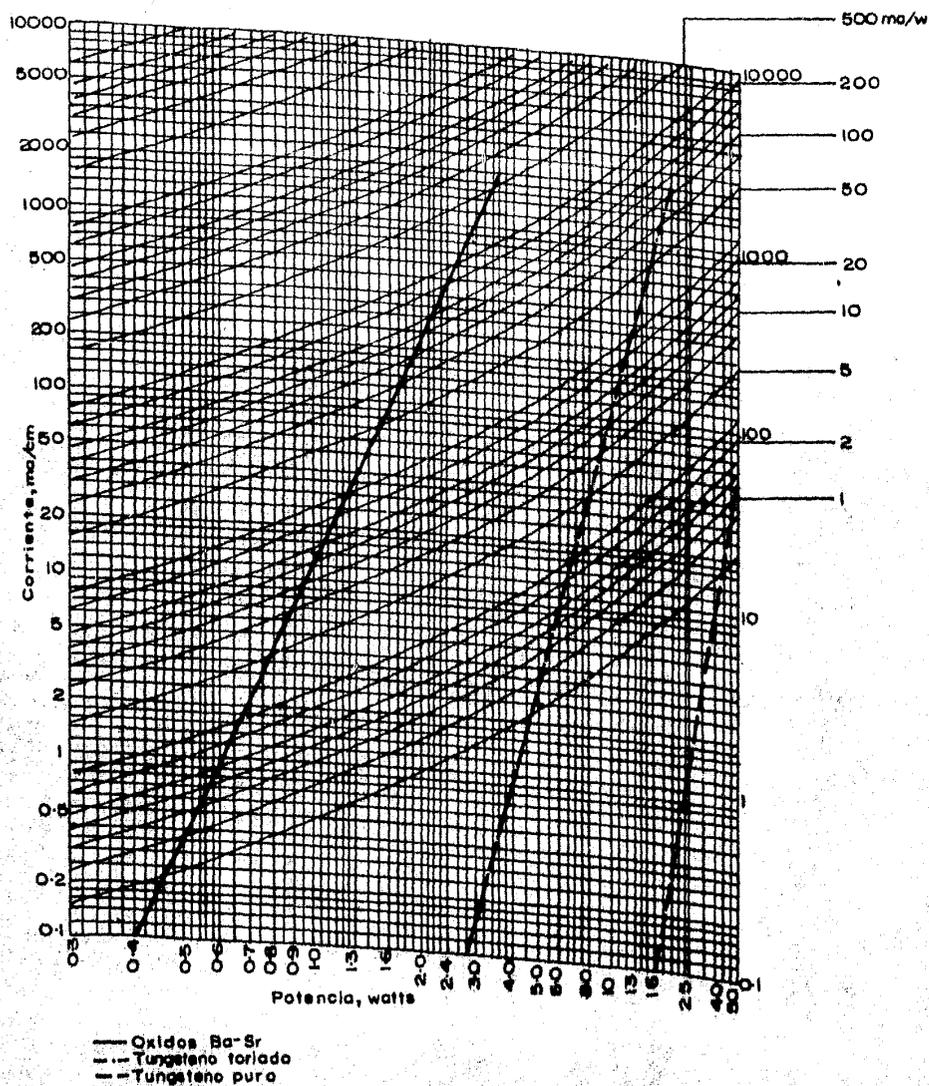


Figura 4

un punto de fusión de 3655 K, tiene una función trabajo relativamente alta.

No obstante, se pueden hacer ciertas combinaciones tanto químicas como físicas que permiten la elevación del punto de fusión de los emisores con función trabajo pequeña. De este modo, una monocapa de torio sobre tungsteno hace que el torio pueda ser operado arriba de su punto de fusión. Asimismo, pequeñas capas de metales alcalino-térreos en otros sustratos dan la oportunidad de aprovechar la baja función trabajo de estos metales.

Como consecuencia de lo anterior, aparecen tres tipos fundamentales - de fuentes de emisión prácticas:

- 1.- Metales puros;
- 2.- Emisores con películas metálicas;
- 3.- Emisores con cubiertas de óxidos.

Enseguida se explicarán por separado las características de cada tipo de emisor.

4.1.1. Metales puros.

Hasta donde es posible determinar experimentalmente, los metales puros siguen para la emisión de electrones la ecuación de Richardson-Dushman. Como se explicó más arriba, los emisores ideales deberfan tener una función trabajo pequeña y un punto de fusión alto. Como no es posible encontrar en la naturaleza un metal con esas propiedades, se utilizan dentro del tipo de metales puros aquéllos que presentan un punto de fusión alto. Así pues, los metales puros más utilizados son el renio, el tungsteno, el molibdeno y el tantalio. De ellos, por mucho el tungsteno es el más importante. La tabla 1 muestra algunas propiedades importantes de estos elementos.

Tabla 1. Propiedades de elementos emisores.

Propiedad	Mo	Ta	W	Re
Número atómico	42	73	74	75
Peso atómico	95.95	180.95	183.92	186.31
Densidad (g/cm ³)	10.2	16.6	19.3	21.0
Punto de fusión (°C)	2630	3000	3410	3180
Punto de ebullición (°C)	4800	5300	5930	5630
Presión de vapor a 2000°C (torr)	3×10^{-5}	1×10^{-8}	3×10^{-9}	3×10^{-8}
2500°C	1×10^{-2}	3×10^{-5}	4×10^{-6}	5×10^{-5}
3000°C	--	--	1×10^{-3}	8×10^{-3}
Resistividad a 20°C ($\mu\Omega/cm$)	5.26	12.4	5.58	19.3
Función trabajo termoiónica (eV)	4.20	4.10	4.55	4.8

4.1.1.1. Tungsteno.

Entre todos los metales, el tungsteno es el que posee el punto de fusión más alto. Sin embargo, su función trabajo es más bien alta. Otro inconveniente es que es difícil de manejar, pues es frágil. Sólo con el descubrimiento hacia 1908, de que después de trabajarlo un largo tiempo se vuelve dúctil, fue práctica su utilización.

Debido a su baja emisión, el tungsteno se utiliza solamente cuando otros emisores no pueden ser empleados. Por ejemplo, en bulbos con potenciales superiores a 4 kV, otros tipos de emisores no pueden resistir el bombardeo iónico producido por estos potenciales, y por ello se usan cátodos de tungsteno. Las características de emisión para el tungsteno pueden observarse en la figura 5, para un alambre de 1 cm de longitud.

Cuando el tungsteno se eleva a temperaturas altas, varios fenómenos pueden ocurrir. El primero de ellos es la recristalización, lo cual hace que este metal se vuelva muy frágil. Otro es la combinación con diversos gases residuales, como nitrógeno, oxígeno, dióxido de carbono, hidrógeno, vapor de agua e hidrocarburos, lo que lleva a una enorme reducción de sus propiedades emisoras.

4.1.1.2. Tantalio.

Debido a que el tantalio es más dúctil y maleable que el tungsteno, se usó en filamentos antes que este último pudiera ser trabajado adecuadamente. Su punto de fusión, 3000°C, es mucho menor que el del tungsteno, pero su función trabajo también es menor, y eso lo hace muy apropiado para temperaturas de operación entre 1700 y 2200°C, intervalo en el cual la emisión es unas 10 veces superior a la del tungsteno, según puede apreciarse en la figura 3.

Lo mismo que en el caso del tungsteno, el calentamiento del tantalio produce recristalización, y como consecuencia el material se hace sumamente frágil. Por otra parte, el tantalio es en extremo sensible a los gases residuales, con los cuales, al formarse compuestos, se obtiene una emisión mucho menor.

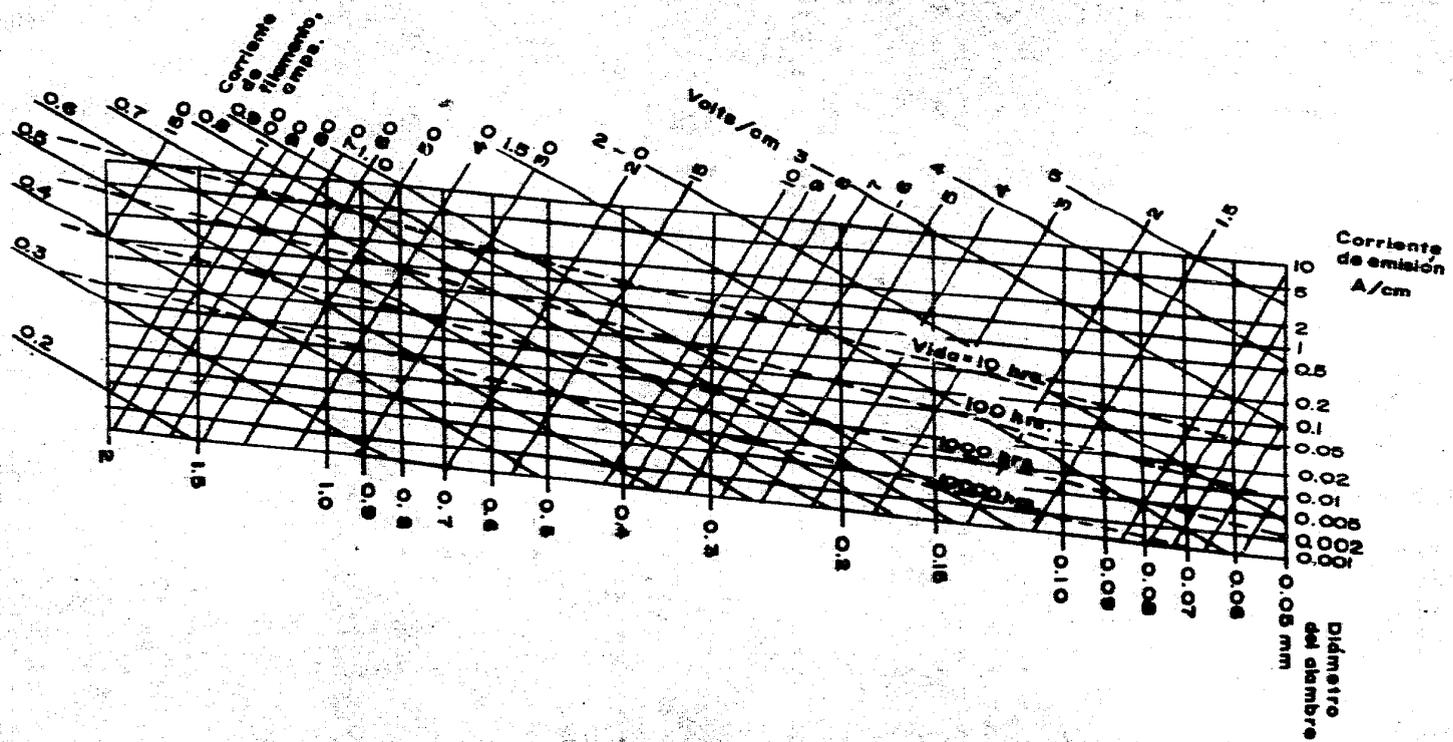


Figura 5

4.1.1.3. Molibdeno.

El bajo punto de fusión del molibdeno, comparado con el del tungsteno, tantalio y renio, impide su amplia utilización como emisor, aunque su función - trabajo no sea tan alta como la de tungsteno y renio. No obstante, es mucho más dúctil que el tungsteno, lo que permite construir emisores de una gran variedad de formas.

4.1.1.4. Renio.

El renio tiene un punto de fusión que sólo es superado por el tungsteno y el carbón, pero su función trabajo es aún superior a la del primero. A pesar de ello, el renio recocido es sumamente dúctil, y puede ser sometido a muchos procesos. Su uso se extiende ampliamente como filamento en espectrómetros de masa y medidores iónicos de vacío.

4.1.2. Emisores con películas metálicas.

En 1914, Langmuir³⁷ descubrió que la presencia de óxido de torio (ThO_2) en los filamentos de tungsteno, que se añadía para reducir su recristalización, aumenta considerablemente su emisión electrónica, bajo ciertas condiciones. Investigaciones posteriores mostraron que el fenómeno se debe a la reducción del óxido, y la subsecuente difusión del torio hacia la superficie del filamento, lo que produce un reacomodo de la carga, y con esto una disminución de la función trabajo.

La cantidad de torio que debe estar presente en el emisor de tungsteno debe ser de alrededor del 1.5%, pues una cantidad mayor endurece demasiado al tungsteno para que pueda ser trabajado, y una proporción inferior no permite una adecuada emisión.

El proceso para obtener un emisor de tungsteno toriado es algo embrollado. Dicho método comprende varias etapas:

1.- Al calentar el emisor a una temperatura de unos 2800 K por uno o dos minutos, se logra reducir la mayor parte del óxido, y el torio puro que se segrega

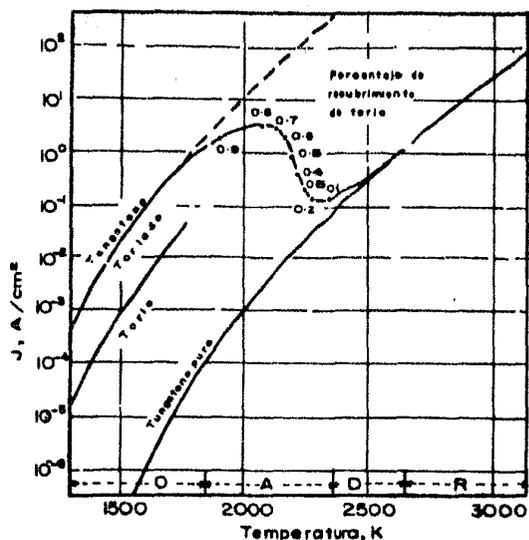


Figura 6. O-operación, A-activación, D-difusión, R-reducción.

hacia la superficie se evapora, por lo que inmediatamente después de este paso la emisión es de tungsteno puro.

2.- La *activación* del filamento se efectúa elevando su temperatura entre 2100 y 2300 K, con lo que el torio se difunde, por fronteras de grano, hacia la superficie.

3.- El emisor puede operarse cerca de los 1900 K, pues a esta temperatura el torio se sigue difundiendo, y además no se evapora demasiado. Por esta razón, la superficie del tungsteno queda cubierta con torio en un 85%. La figura 6 exhibe la emisión del tungsteno toriado en función de la temperatura.

Un punto que es interesante -

recaltar es que la temperatura de operación del tungsteno toriado, 1900 K, es - muy próxima a la del punto de fusión del torio, y aunado ésto con la función trabajo resultante de 2.6 eV para una superficie cubierta al 100%, se puede entender claramente la ventaja que este emisor tiene sobre el tungsteno puro. Por - otro lado, se ha encontrado que la función trabajo depende linealmente de la - fracción de la superficie cubierta con torio, en la forma $\phi_0 = 4.51 - 1.9\theta$ (en volts), donde θ es la referida fracción.

La carburización del tungsteno hace decrecer la evaporación del torio de su superficie. A 2200 K, la cantidad evaporada del tungsteno es cerca de 6 veces la evaporada en carburo de tungsteno (W_2C). Este compuesto se forma al calentar el tungsteno a 1600 K en una atmósfera de algún hidrocarburo como naftaleno o acetileno. Como la conductividad eléctrica del W_2C es aproximadamente el 6% - de la del tungsteno, ésta es una buena forma de evaluar la carburización. Pero la carburización total del tungsteno no es lo más adecuado, puesto que el W_2C es aún más frágil que el tungsteno puro cristalizado. Por tanto, lo más que puede alcanzarse es una conductividad del W_2C igual al 80% de la del tungsteno.

El torio es un elemento muy activo químicamente, y oxígeno y vapor de agua atacan fuertemente la película que se forma sobre el emisor. Además, el bombardeo iónico debido a la presencia de gases residuales va erosionando la superficie. Por tanto, condiciones de vacío óptimas son indispensables para la operación de este tipo de filamentos.

Otros elementos, como el tantalio y el molibdeno, pueden ser utilizados como base, ya que las temperaturas de activación y operación no son demasiado altas. También es posible la utilización de otros elementos para la formación de las películas. Ejemplo de ello son el bario, el cesio y el lantano. En particular, si a un filamento de tungsteno oxidado se le superpone una capa de cesio, la emisión es apreciablemente superior a la del tungsteno toriado (figura 3). Sin embargo, estos metales no son muy utilizados porque la difusión y evaporación son mucho más rápidas que en el caso del torio y eso las hace muy inestables.

4.1.3. Emisores con cubiertas de óxidos.

Más eficientes aún que el tungsteno toriado son los emisores recubiertos de ciertos óxidos. El descubrimiento de este hecho ocurrió en el año 1904, y fue realizado por A. Wehnelt³⁸, cuando observó que filamentos de platino recubiertos con óxidos de metales alcalino térreos como calcio, estroncio y bario, eran sumamente efectivos en la producción de electrones.

El metal base utilizado originalmente era el platino, o platino iridizado, pero el muy alto costo de este elemento obligó a la búsqueda de otros sustratos. Lo más utilizado es el níquel, aleaciones de níquel con platino, con silicio y cromo, o con cobalto, hierro y titanio, esta última aleación conocida como Konel. En cuanto a los óxidos, los usados generalmente son los de bario y estroncio.

La emisión de este tipo de filamentos la realizan los metales reducidos. El óxido sólo sirve como una reserva del metal. No obstante, la base metálica interviene según sea su actividad química con el oxígeno, pues el titanio, por ejemplo, es más activo que el níquel, lo que hace que los emisores de Konel

sean mejores que los de nicromel.

Los emisores recubiertos de óxidos requieren de un proceso de activación. Este proceso consiste en la ruptura de los compuestos que se aplican al emisor para formar la cubierta. Por otra parte, el método utilizado para sobreponerla en el sustrato puede llevar a dos tipos de recubrimientos: el combinado y el no-combinado. El primero forma compuestos con el sustrato, siendo de un color oscuro; y el segundo únicamente está fijo en forma mecánica a la base y es de color blanco.

El método para aplicar las cubiertas no combinadas consiste en sumergir el sustrato en una solución de algún compuesto del metal alcalino-térreo, - que puede ser un carbonato, nitrato o hidróxido, en agua destilada, y después se seca en un horno con una atmósfera de CO_2 . Las sales deben estar en forma de polvo muy fino. La solución puede contener sales de bario y estroncio, o bien puede haber dos soluciones, una con cada metal, y alternar las aplicaciones.

El tipo de emisor combinado puede prepararse en forma análoga, excepto que en vez de agua destilada se emplea cera, parafina o resina, que se aplican al filamento, el cual es calentado para evaporar el solvente. A continuación el emisor se calienta a unos 1500 K por una hora o dos, y con ello aparecen compuestos de un color azul oscuro o negro. Si este calentamiento final no se efectúa, el emisor es del tipo no-combinado, cuyas características de emisión no son inferiores al combinado, pero éste tiene la ventaja de estar incorporado al sustrato y no adherido mecánicamente como el otro. Por las características de este procedimiento de preparación, se le conoce como *método de la vela*.

Emisores más eficientes pueden lograrse con la evaporación de bario y estroncio en tungsteno, el cual se mantiene al rojo, lo que da lugar a la oxidación de aquéllos.

Al igual que los emisores con películas metálicas, los emisores con cubiertas de óxidos requieren en general de un proceso de activación. Este proceso debe efectuarse en vacío. Primero, el emisor es calentado a 1500 K por unos minutos, lo cual hace que los carbonatos, nitratos o hidróxidos se conviertan en óxidos. A continuación se aplica un potencial de cerca de 100 volts a un elec-

trodo próximo, mientras el filamento se mantiene a 1000 K. Durante este tiempo hay electrólisis del emisor y bombardeo iónico por los gases residuales y la emisión crece hasta un valor final, momento en que el filamento está listo para operación.

En la figura 3 se observa la mayor eficiencia y menor función trabajo de este tipo de emisores. La función trabajo de los óxidos de metales alcalino-térreos se tabula a continuación.

Tabla 2. Función trabajo de los óxidos de metales alcalino térreos.

Oxido	Función trabajo (eV)
BaO	1.1
SrO	1.4
CaO	1.9
BaO + SrO	1.0

Los emisores con cubiertas de óxidos son los más delicados. Son extremadamente sensibles a la contaminación con oxígeno. Si la presión llega a 10^{-4} torr, la emisión se reduce en varios órdenes de magnitud, mientras que en 10^{-3} torr queda completamente inhibida. Asimismo, el bombardeo con iones de energías superiores a 1 keV destruye totalmente la cubierta.

4.2. Óptica electrónica.

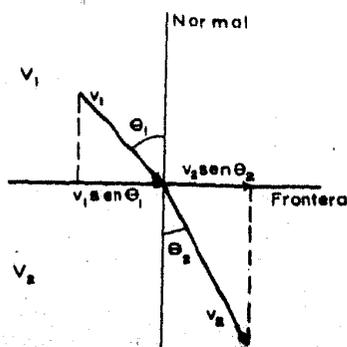
El estudio del comportamiento de los electrones (en particular, haces de ellos), bajo la influencia de campos eléctricos o magnéticos se conoce como *Óptica Electrónica*. Este nombre proviene de la gran similitud existente entre rayos luminosos y haces de electrones (o de cualquier partícula cargada, en general). Los electrones se mueven dentro de un campo en el mismo modo que los rayos luminosos en un medio con índice de refracción que varía continuamente.

Las propiedades de las lentes en la óptica geométrica se pueden derivar por medio de la ley de Snell:

$$n_1 \text{sen} \theta_1 = n_2 \text{sen} \theta_2 \quad (4.2)$$

expresión en la que n_1 y n_2 son los índices de refracción de dos medios adya-

centes, y θ_1 y θ_2 son los ángulos de incidencia y refracción del rayo, respectivamente, medidos desde la normal a la interfase.



Si ahora se estudia la figura 7, puede obtenerse una analogía con electrones. En ella, - un electrón pasa de una región con potencial V_1 a otra con un potencial V_2 . Al ir de la primera zona a la segunda, la componente de la velocidad que es normal a la interfase aumenta si el potencial crece, o viceversa; pero la componente tangencial se conserva. Por esta razón, se obtiene:

$$v_1 \text{ sen } \theta_1 = v_2 \text{ sen } \theta_2 \quad (4.3)$$

Figura 7

Con la ecuación (4.3) puede apreciarse que la cantidad equivalente al índice de refracción en la óptica geométrica es la velocidad del electrón. También es posible concluir lo mismo de la comparación entre el principio de Fermat y el de mínima acción. El primero establece que la trayectoria de un rayo de luz es tal que el tiempo para ir de un punto de su trayectoria a otro es mínimo, comparado con otras trayectorias. Es decir:

$$T = \int \frac{ds}{v} = \frac{1}{c} \int n ds = mfn. \quad (4.4)$$

Análogamente, el principio de mínima acción dice precisamente que la acción, - definida como la integral del momento con la distancia, es mínima:

$$S = \int p ds = \int mv ds = mfn. \quad (4.5)$$

Nuevamente, la analogía entre la velocidad del electrón y el índice de refracción salta a la vista. Esta semejanza permite utilizar todo el desarrollo de la óptica geométrica en la óptica de los electrones. Sin embargo, es importante hacer notar algunos obstáculos fuertes dentro de esta aplicación.

Primero, es sabido que en la óptica geométrica hay un número discreto de refracciones por el paso a diversos medios con distintos índices. En la óptica de electrones, en cambio, las refracciones son continuas porque así son las variaciones del índice.

Como segundo punto, debe mencionarse que en la óptica geométrica las lentes delgadas son operadas en aire, por lo que la luz parte y termina en medios con el mismo índice, y por esta razón sólo se requiere un parámetro, la distancia focal, para dar sus propiedades. Los potenciales final e inicial, y por ello el índice de refracción, distintos, son la situación más común en la óptica electrónica. Así surge la necesidad de conocer dos parámetros, en vez de uno solo.

Hay que añadir, por último, que en la óptica de electrones las lentes son generalmente gruesas. Esto hace incorrecto tomar las distancias focales a partir del centro de la lente, y de este modo deben definirse los planos principales, lo cual introduce aún otro parámetro. Cuando los potenciales inicial y final no son iguales, se requieren cuatro parámetros en total para la descripción completa de la lente. A estos parámetros se les conoce como *puntos cardinales*.

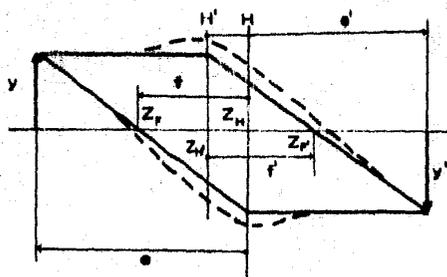


Figura 8

Tómense Z_H y $Z_{H'}$ como las coordenadas de los puntos de intersección de las asíntotas de entrada y salida de los rayos que entran paralelos al eje, por la derecha y la izquierda, respectivamente (figura 8). Además, sean Z_F y $Z_{F'}$ los puntos de intersección de los mismos rayos con el eje de la lente. Se definen, entonces las distancias:

$$f \equiv Z_F - Z_H \quad (4.6)$$

$$f' \equiv Z_{F'} - Z_{H'} \quad (4.7)$$

Las coordenadas Z_H y $Z_{H'}$ son las de los planos principales, Z_F y $Z_{F'}$ las de los planos focales, y f y f' son las distancias focales.

Cuando el espacio en el que se localizan tanto el objeto como la imagen se hallan libres de campo, es posible encontrar la distancia de la imagen e' y la *amplificación lateral* M' en función de f y f' con las ecuaciones:

$$M' = y/y' \quad (4.8)$$

$$f/(e - f) = (e' - f')/f' = -y'/y \quad (4.9)$$

En estas ecuaciones, y es el tamaño del objeto y y' el de la imagen.

Por otro lado, el *poder* K de una lente se define como:

$$K = \pm 1/(ff') \quad (4.10)$$

El signo positivo se toma cuando $f, f' > 0$, y el negativo si $f, f' < 0$.

Dadas las energías cinéticas T y T' de los electrones antes y después de la lente, se encuentra la relación:

$$\frac{f'}{f} = \left(\frac{T'(1 + T'/2T_0)}{T(1 + T/2T_0)} \right)^{1/2} \quad (4.11)$$

con $T_0 = m_0 c^2$, la energía en reposo del electrón. Para el caso no relativista, $T, T' \ll T_0$, se tiene:

$$\frac{f'}{f} = \left(\frac{T'}{T} \right)^{1/2} \quad (4.12)$$

De este resultado se desprende que cuando las regiones anterior y posterior de la lente están libres de campo, las distancias focales son iguales, y sólo son diferentes cuando el objeto está dentro del campo. A las lentes con esta última propiedad se les llama de *inmersión*. En el otro caso (objeto fuera del campo), las lentes son *sencillas* o *einzel*.

Desde luego, el análisis hecho aquí es una simplificación bastante grande. Una solución exacta del comportamiento de los electrones (o partículas cargadas), bajo la acción de una lente electrostática requiere de la solución de la ecuación de Laplace para encontrar los campos, y a partir de ellos las trayectorias de los electrones.

Dadas las características de las lentes, la resolución de la ecuación de Laplace no es en absoluto fácil. No obstante, se han desarrollado muchas técnicas para poder obtener las soluciones. Descripciones detalladas pueden encontrarse en la bibliografía^{32, 33}. Es posible, sin embargo, mostrar algunos de los resultados.

En la figura 9 se exponen las equipotenciales de una lente de dos cilindros con diámetros distintos. Asimismo, en la figura 10 se observan las equi

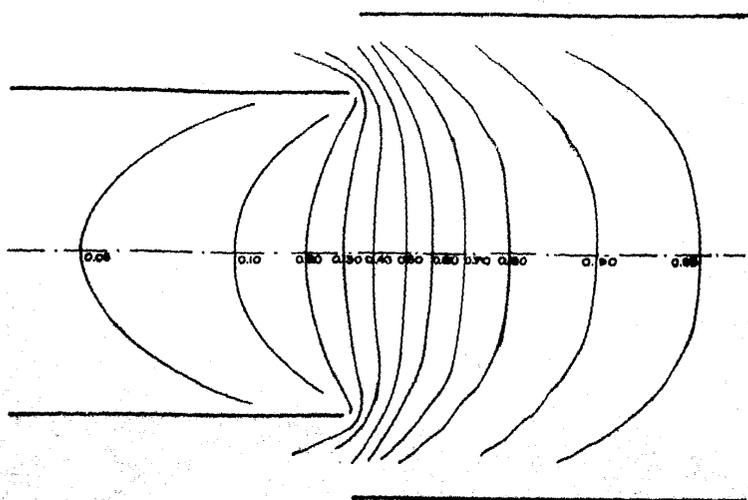


Figura 9

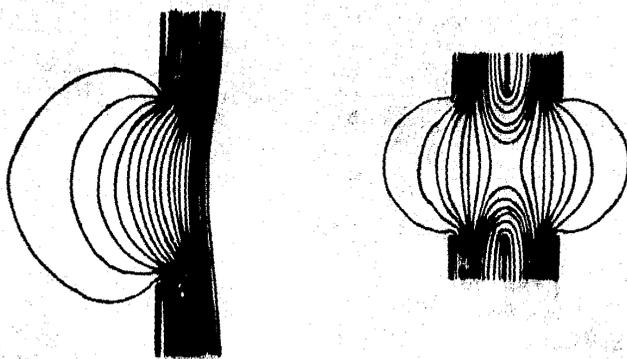


Figura 10

potenciales de una lente de apertura simple y de una lente einzel.

Una vez que se tiene el resultado para el campo, es preciso calcular las trayectorias de las partículas, y esto vuelve a complicar el tratamiento. Para éste problema también se han perfeccionado diversos métodos, y una conclusión importante de ellos es que la acción de un segmento de una lente es convergente si la segunda derivada del potencial a lo largo del eje es positiva, y divergente si la segunda derivada es negativa.

Las propiedades de una lente se evalúan normalmente en una forma experimental. Así pues, la figura 11 exhibe resultados para la lente de la figu-

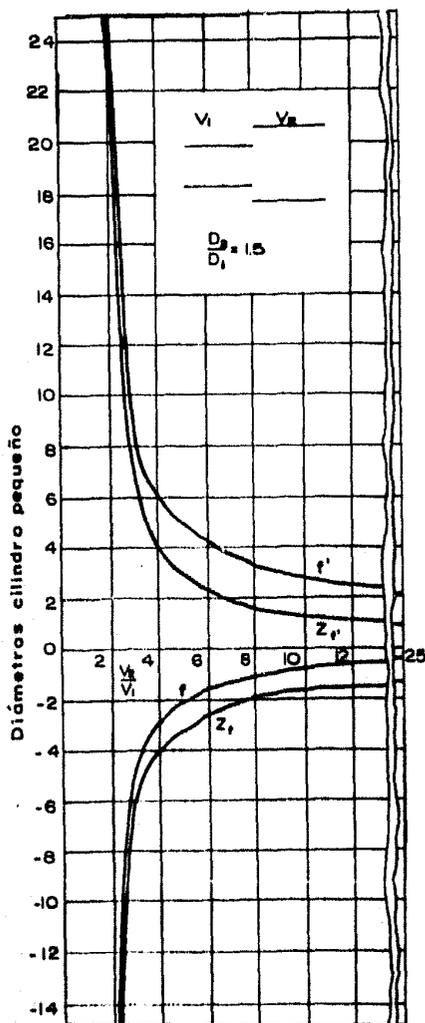


Figura 11

ra 9 (distancias focales). Como la figura 11 no dice mucho directamente acerca del comportamiento de la lente, se tratan de presentar las características de ella de manera que los rasgos resultantes sean evidentes. Con ésto en mente, se han desarrollado los *diagramas P-Q*, que dan explícitamente la relación entre la distancia del objeto, la de la imagen, la amplificación y la razón de voltajes. El diagrama P-Q para la lente de la figura 9 se muestra en la figura 12.

Como último punto, cabe decir que una dificultad (que no siempre se toma como tal, e. g., los analizadores de energías de electrones), que comparten la óptica geométrica y la electrónica son las aberraciones. Todo lo que puede decirse de aberraciones en la óptica geométrica es aplicable a la óptica de electrones.

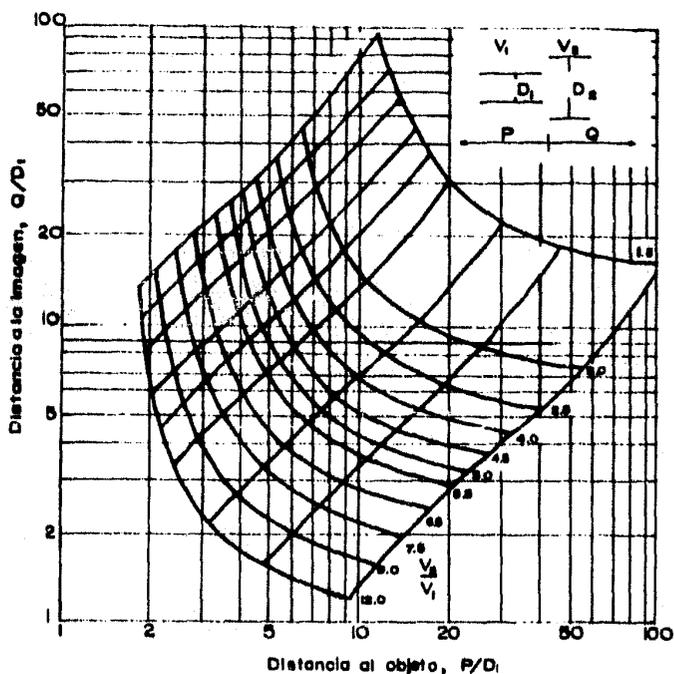


Figura 12

4.3. Construcción del cañón de electrones.

El cañón de electrones es el dispositivo que permite producir un haz de estas partículas. Este haz, por las necesidades del trabajo, tenía que cumplir ciertas condiciones, que consisten en tener una densidad de corriente mínima, al igual que una energía determinada. Lo primero puede lograrse reduciendo el área del haz, o elevando su corriente. Como es lógico, si ambas cosas se unen, el resultado es óptimo en cuanto a la densidad.

La forma de reducir el diámetro de un haz es por medio de la óptica de electrones, mientras que la elevación de la corriente precisa tanto de la óptica como de la utilización del mejor emisor posible.

Con esto en mente, el primer intento por obtener un haz de electrones aceptable (con una densidad de por lo menos $10 \mu A/cm^2$, muy baja, pero que podría ser útil), se hizo con empleo de un cañón de electrones para cinescopio de televisión. La figura 13 muestra un diagrama de este tipo de cañón, para televisión de blanco y negro.

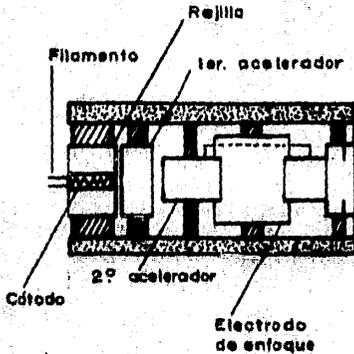


Figura 13

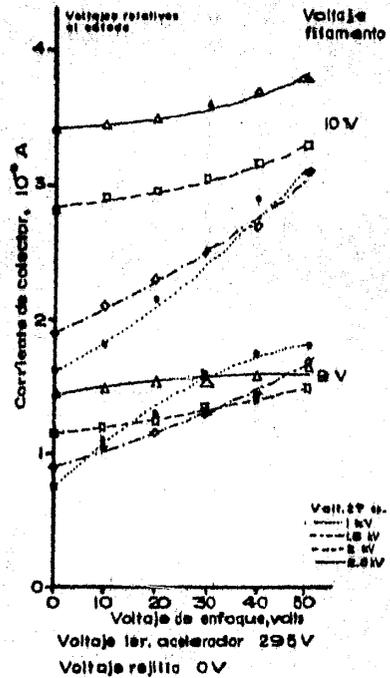


Figura 14

El cátodo es de níquel con cubierta de óxido, y como no se puede conservar permanentemente en vacío, la cubierta se contamina rápidamente. Por otro lado, la disposición de los elementos del cañón hace imposible la renovación de la cubierta.

Se hizo un estudio detallado de las propiedades de este cañón, con el fin de poder obtener de él el mejor rendimiento. Se encontró que en general el haz que emerge del cañón es bastante colimado (diámetro del orden de 3 mm), pero la corriente era sumamente baja (del orden de 25 nA en el mejor de los casos). La figura 14 muestra resultados representativos del comportamiento del cañón, en los que se han variado algunos de los parámetros. Como puede observarse, la densidad de corriente es del orden de $0.08 \mu\text{A}/\text{cm}^2$, en extremo baja para ser empleada.

Un cañón de electrones como el usado tiene un voltaje de operación para el filamento de 6.3 V (600 mA de corriente a través de él). Pero como las corrientes detectadas eran demasiado bajas, se optó por elevar este voltaje. Esto redundó en una drástica reducción de la vida del filamento.

Otra circunstancia que reduce enormemente la eficiencia del cañón es que el calentamiento del cátodo es indirecto. Por tanto, se siguió la sugerencia³⁹ de sustituir el cátodo por un filamento emisor. Los resultados, no obstante, no fueron mejores.

Un intento más que se llevó a cabo fue la utilización de una lente *einzel* para reducir el tamaño, objetivo logrado, pero lo mejor que se consiguió fue un diámetro de 1,2 mm, lo que da una densidad cercana a $0.5 \mu\text{A}/\text{cm}^2$, si se toma en consideración que las corrientes y las condiciones de operación del cañón eran muy semejantes a las que se tenían sin la presencia de la lente. Esta densidad de corriente es pequeña aún comparada con los requerimientos mínimos.

De los resultados anteriores se desprende que la solución más directa era la construcción de un cañón. Debido a que se necesitaba sólo una densidad mínima, el diseño fue el más simple posible. Este diseño no permite regular muy bien el tamaño del haz, por lo que la opción fue tener la mayor emisión de elec

trones que se pudiera alcanzar.

Con toda esta información, se procedió a construir el cañón, cuyo diagrama se muestra en la figura 15. Los materiales empleados son hierro y aluminio, con aislantes de cerámica. El siguiente paso fue la selección del emisor. Los materiales disponibles no eran muy variados: tungsteno y nicromel con cubierta de óxido. La composición del nicromel es 78.5 Ni, 20 Cr, 1.5 Si.

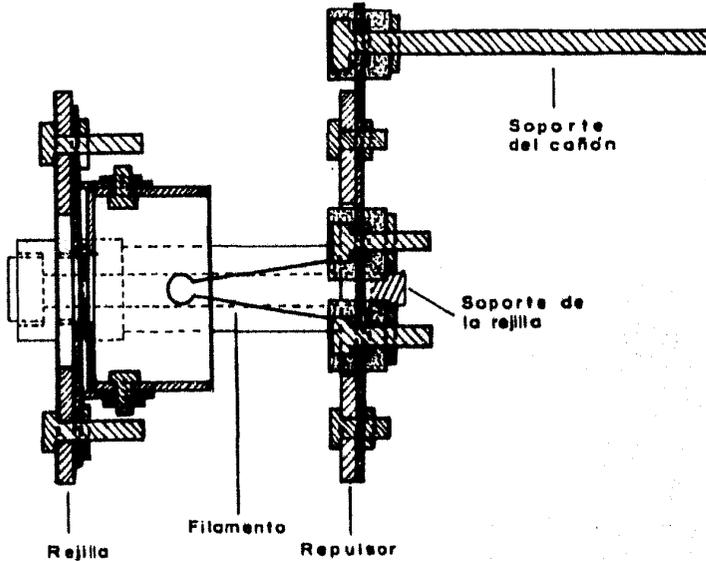


Figura 15

La preparación de los filamentos de nicromel fue con el método de la vela, con una solución de nitratos de bario y estroncio en parafina. El nicromel venía en forma de listón, y el tungsteno como alambre. Así pues, se efectuó una comparación práctica de las cualidades emisoras de ambos tipos de filamentos. El dispositivo usado para ello se muestra en la figura 16, y los resultados en las figuras 17, 18 y 19.

Por medio de la figura 19 se puede concluir que, si se aplican altas potencias, el mejor emisor es el tungsteno. Sin embargo, hay varias dificultades para su uso. Su resistencia es menor que la del nicromel, por lo que para aplicarle una potencia más alta es indispensable aumentar la corriente enormemente, y las fuentes de poder disponibles no permitían esto. Por otra parte, el costo del nicromel es mucho menor al del tungsteno, y sus temperaturas de opera

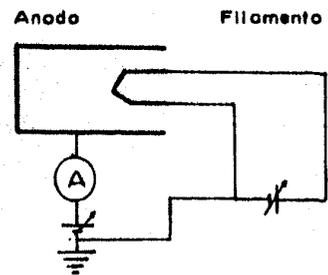


Figura 16

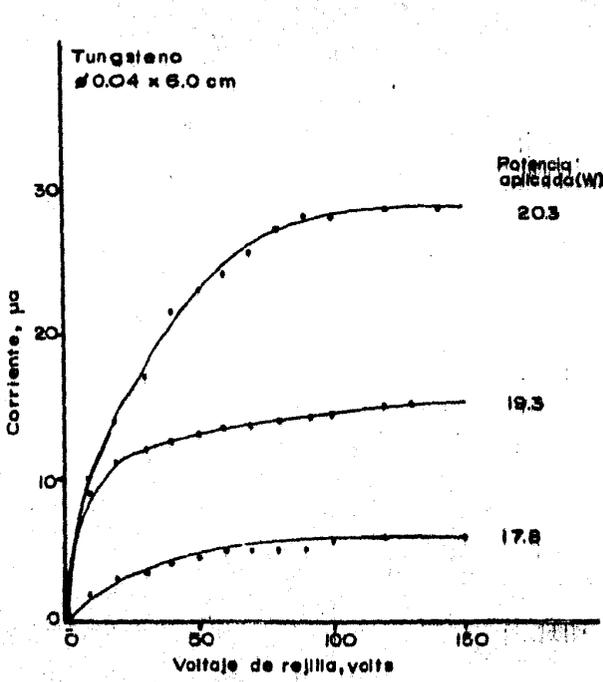


Figura 17

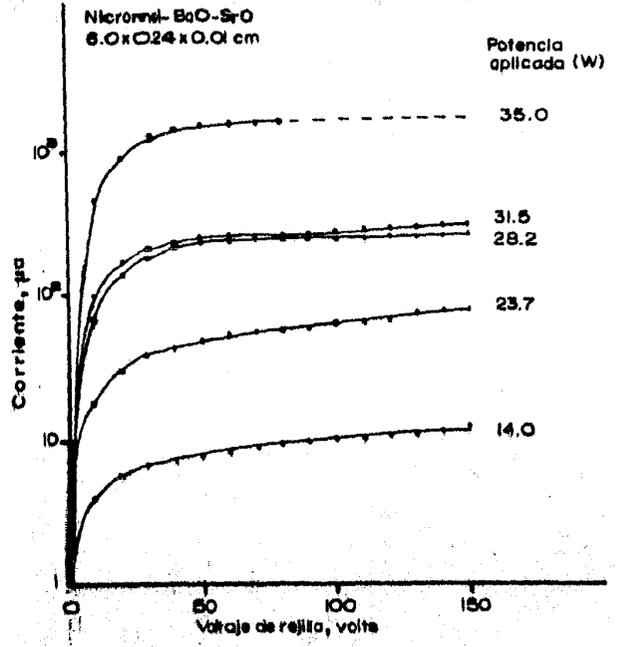


Figura 18

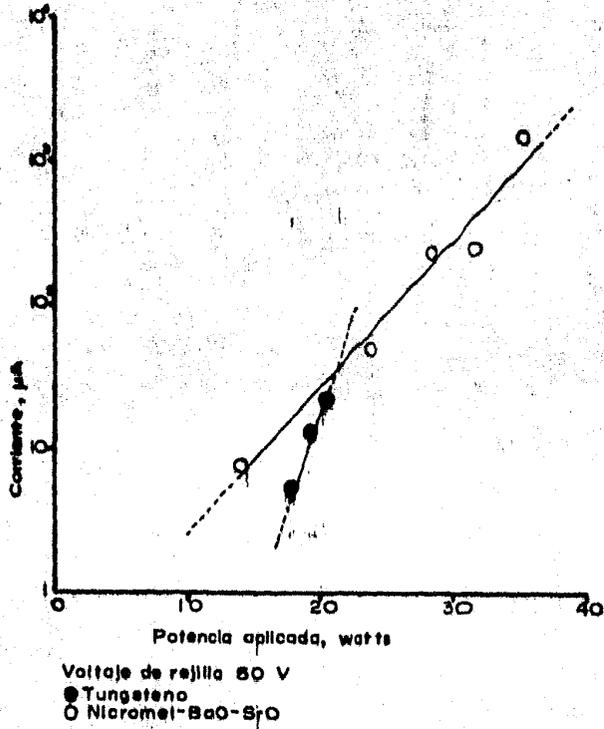


Figura 19

ción son muy inferiores. Aunque es necesario renovar la cubierta de óxidos cada vez que se expone al ambiente, el nicromel es muy maleable, lo que permite dar al filamento casi cualquier forma. Todas estas características hicieron preferible la utilización de los filamentos de nicromel para el cañón.

Finalmente, una vez construido el cañón y seleccionado el emisor, había que buscar los mejores voltajes de operación, es decir, con cuáles se logra una corriente más alta, dado que se deseaba una energía del haz de 3 keV. Los resultados de estas pruebas están mostrados en las figuras 21 y 22. El dispositivo para realizar estas pruebas está representado por la figura 20. La distancia cañón blanco era de 3 cm. El haz obtenido es de aproximadamente 10 mm de diámetro, lo que da una densidad máxima de $8 \mu\text{A}/\text{cm}^2$.

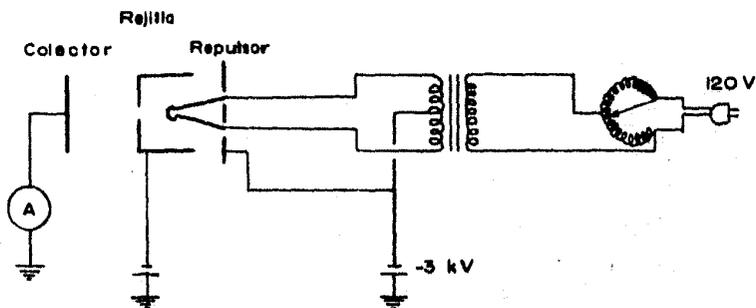


Figura 20

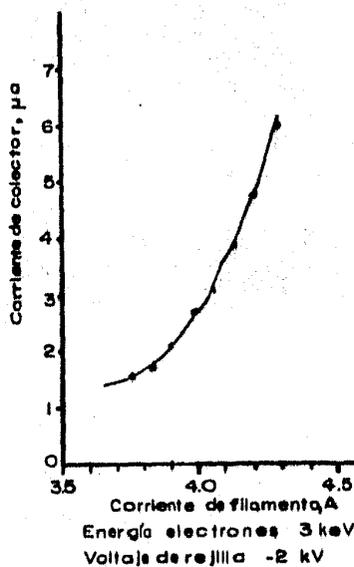


Figura 21

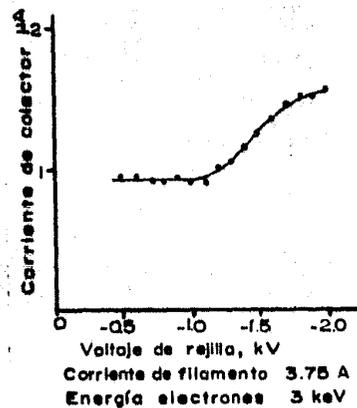


Figura 22

Un parámetro más que debía manejarse era la forma del filamento. Después de muchas pruebas, se dedujo que la conformación más eficiente es la mostrada en el diagrama de la figura 15. Esta forma, por otro lado, ayudó a evitar un problema fuerte que se presentó: la aparición de descargas entre el filamento y la rejilla.

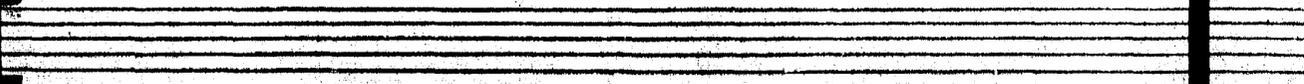
A pesar de que los resultados de la figura 21 muestran una densidad de corriente menor a la requerida, si fue posible, en resultados no reportados aquí, alcanzar densidades del orden de $25 \mu\text{A}/\text{cm}^2$.

Todas las pruebas de los cañones se llevaron a efecto en una cámara de vacío. Este oscilaba entre 5×10^{-6} torr y 2×10^{-5} torr. El vacío se logró con una bomba difusora con trampa de nitrógeno líquido, y su bomba mecánica de apoyo. Las corrientes se midieron con un electrómetro.

Como puede verse, el cañón construido sí podía dar un haz con las condiciones mínimas. Esto, pues, permitió su utilización para el desarrollo del trabajo.

5

DESARROLLO EXPERIMENTAL



5.1. Preparación de las muestras.

Como se dijo en la Introducción, el sistema de películas delgadas por estudiar es el oro-plata. Las películas serían superpuestas, oro sobre plata, y ésta sobre SiO_2 . Para preparar las muestras de este sistema se empleó un método de evaporación, consistente en la vaporización de los metales de interés por medio del calentamiento a través de filamentos de metales refractarios, y su depósito en sustratos gruesos. Más detalles sobre éste y otros métodos de preparación de películas delgadas se pueden encontrar en la bibliografía^{40,41,42}.

El espesor de las películas debía tomarse en base a la penetración que los electrones de 3 keV tienen sobre el metal superior. Por razones del análisis por RBS, el metal externo fue el oro. Entonces fue necesario considerar la penetración en este metal.

Se pensó en dar a las películas de oro un espesor de cerca de 500 Å, al tiempo que se daría a la plata uno de aproximadamente 1500 Å.

La forma de calcular qué tanto material debe evaporarse para obtener una película del espesor deseado se hace tomando la suposición de que la fuente evaporante es puntual. La figura 1 ayudará a visualizar la situación.

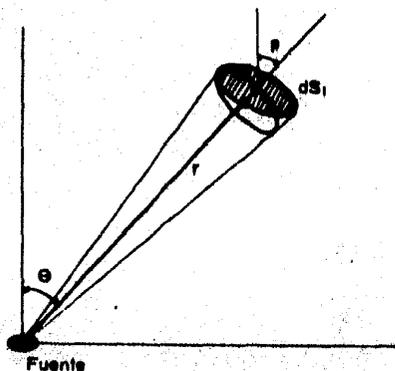


Figura 1

Sean m_1 la masa total evaporada, dm_2 la masa recibida por una superficie ds_2 , la cual resulta ser igual a la cantidad de material que pasa por el ángulo sólido $d\Omega$, que es el que subtien de ds_2 sobre la fuente. Entonces:

$$d\Omega = ds_2 \cos\beta / r^2 \quad (5.1)$$

y por tanto

$$dm_2 = cm_1 d\Omega = \frac{cm_1}{r^2} \cos\beta ds_2 \quad (5.2)$$

Aquí, c es una constante que es posible calcular al integrar sobre toda la superficie receptora.

Si se piensa que dicha superficie es una esfera centrada en la fuente, se tiene $\beta=0$ y $ds_2 = 2\pi r^2 \sin\theta d\theta$. Integrando:

$$\int dm_2 = \int_0^\pi cm_1 2\pi \sin\theta d\theta \quad (5.3)$$

o lo que es lo mismo

$$m_2 = cm_1 4\pi \quad (5.4)$$

y si $m_2 = m_1$, resulta $c = 1/4\pi$, y la ecuación (5.2) se vuelve

$$dm_2 = (m_1 \cos\beta ds_2) / 4\pi r^2 \quad (5.5)$$

Supóngase que el espesor de la película es t , y la densidad del material es ρ , por lo cual $dm_2 = \rho t ds_2$. Así:

$$t = (m_1 \cos\beta) / 4\pi \rho r^2 \quad (5.6)$$

Esta ecuación permite, pues, el cálculo de la masa necesaria para obtener un espesor dado.

Como es evidente de la ecuación (5.6), se requiere un conocimiento de las características geométricas del sistema de evaporación para poder realizar la evaluación de m_1 dado el espesor. Para el actual trabajo se tenía una disposición que se entiende mejor con la figura 2.

Los filamentos calefactores tenían forma de canastilla. En el caso del oro, el filamento era de molibdeno, mientras que para la plata era de tungsteno. Estos filamentos requieren de un proceso de limpieza previo, que consiste en un calentamiento en vacío.

La tabla 1 muestra los datos necesarios para el cálculo de las masas, con la configuración que se tenía.

Tabla 1. Parámetros para la evaporación de las películas.

Metal	ρ (g/cm ³)	t (cm)	r (cm)	$\cos \beta$	m (mg)
Au	19.3	5×10^{-6}	11.0	0.76	193
Ag	10.5	1.5×10^{-5}	10.5	0.79	276

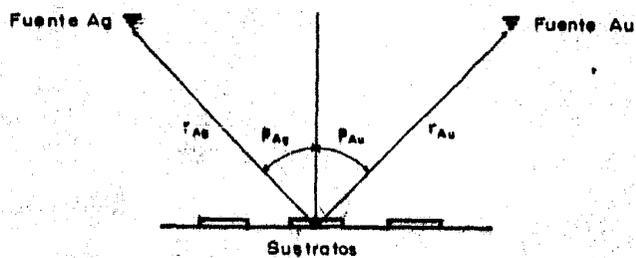
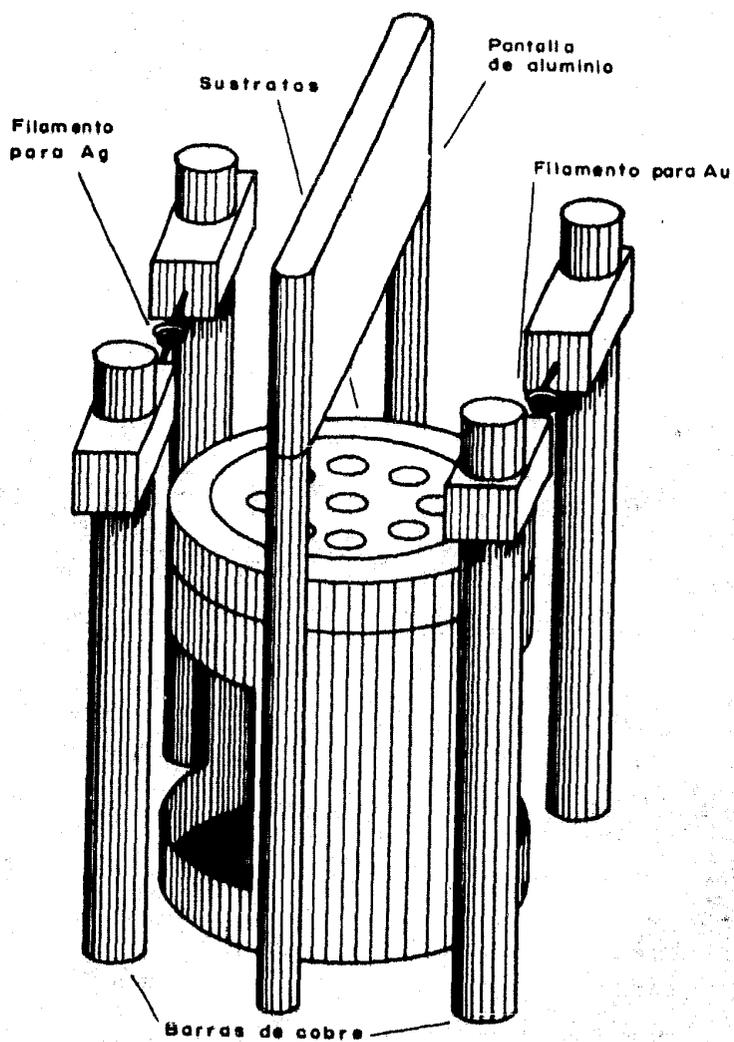


Figura 2

Con estos datos se procedió a pesar los metales, que estaban en forma de alambre, y se tuvieron masas de 200 mg y 300 mg para oro y plata, respectivamente, lo que daba una pequeña desviación con respecto a lo calculado. La pureza de los materiales era del 99.99%.

Los sustratos sobre los que se depositaron los metales eran de vidrio común, obtenidos a partir de portaobjetos de microscopio. Se cortaron en cuadros de aproximadamente 1 cm por lado. A estos sustratos, antes de introducirlos en la cámara de vacío se les sometió a un tratamiento de limpieza, con ultrasonido en un baño de acetona.

Es indispensable recalcar un punto muy importante. Los cálculos hechos más arriba para el espesor de las películas se hicieron con respecto a una muestra colocada en el centro del sistema. Como se prepararon varias muestras, era imposible colocarlas todas en el mismo punto. Por ello, como las distancias a las fuentes evaporantes variaban para cada muestra, no se esperaba que el espesor fuera el mismo para todas las películas. Sin embargo, sí podía tomarse el dato como un promedio.

El equipo con el cual se hizo vacío a la cámara de evaporación estaba formado de una bomba mecánica, que proporciona un vacío hasta 10^{-3} torr, y una bomba difusora con trampa de nitrógeno líquido, con el cual se llegó cerca de 1×10^{-5} torr. La medición de estos vacíos se hizo con un termopar, hasta 10^{-3} torr, y para presiones menores se empleó un cátodo frío.

Una vez que las películas fueron evaporadas, se guardaron en una caja de plástico, y se pusieron dentro de un refrigerador, para inhibir un tanto la interdifusión de los metales que pudiera aparecer a temperatura ambiente.

5.2. Dispositivo experimental.

Como ya se dijo en la parte relativa al método de análisis por RBS, es preciso hacer incidir un haz monoenergético de iones sobre la muestra, y después analizar las energías de los iones retrodispersados a un cierto ángulo, por medio de un detector de estado sólido de barrera superficial.

La forma en que se obtuvo el haz de iones, protones en este caso, fue por medio de un acelerador Van de Graaff (modelo ANS-700, de la High Voltage - Engineering Corp.). Las energías que se logran con él oscilan entre 100 y 700 - keV. Su modo de operación se explica a continuación.

En primer lugar, se precisa de una fuente de iones. Esta consiste en

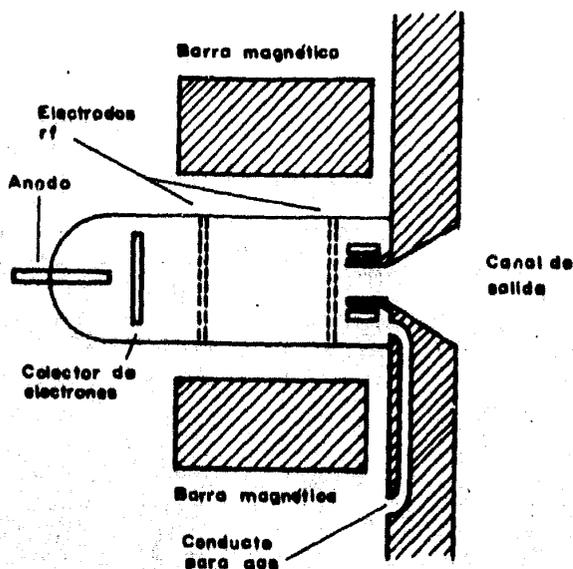


Figura 3

una botella de vidrio, que se llena con el gas que se va a ionizar (como es evidente, el hidrógeno se utiliza para obtener protones). El gas se ioniza a causa de la aplicación de una señal de radiofrecuencia, y al plasma que aparece se le empuja fuera de la botella con la aplicación de un potencial en el ánodo, y el campo magnético de las barras a un lado de la botella. La figura 3 es un esquema de la fuente.

Una banda aislante, que se carga mediante una fuente de alto voltaje y un peine de carga,

lleva en forma mecánica la carga hasta la terminal de alto voltaje. Una de las poleas que mueven la banda está a tierra, y la otra dentro de la terminal de alto voltaje. En dicha terminal las cargas son colectadas por medio de otro peine.

La carga eleva el potencial de la terminal, hasta el momento que se alcanza una condición estable entre todas las corrientes, la de la banda y la que va por el tubo acelerador, así como la de las resistencias de carga y la de corona (escapada de la terminal a través del gas aislante, que para este acelerador es hexafluoruro de azufre).

Hay descargas entre la terminal y el tanque, o descargas superficiales en la banda, la columna de sostén de la terminal o del tubo acelerador, si se llega a presentar un exceso de carga. En la figura 4 puede apreciarse un diagrama de un acelerador Van de Graaff.

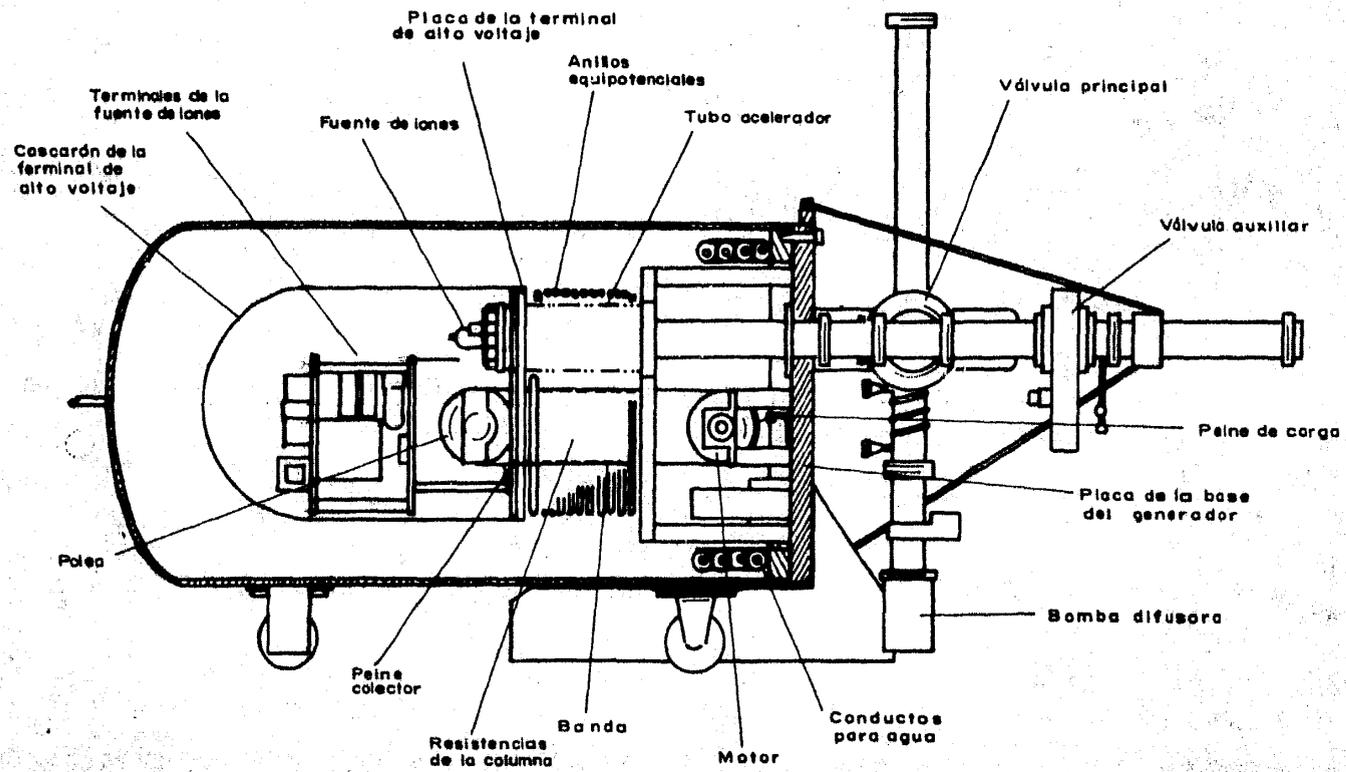


Figura 4

Por medio de un electroimán, cuyo campo se mantiene constante con una fuente de potencia regulada electrónicamente, y que está a la salida del tubo - acelerador, puede definirse la energía del haz. El electroimán da al haz una de flección de 22° para introducirlo en la cámara de dispersión.

La forma de calibrar el selector de energías es mediante resonancias magnéticas nucleares. al localizar resonancias de energías conocidas y midiendo el campo magnético (que a su vez se mide con resonancias en hidrógeno), es factible tener una relación entre la energía y el campo, del tipo:

$$E = K f^2 \quad (5.7)$$

en la que K es una constante que se evalúa con una energía conocida y un campo medido. Si se hace la gráfica E contra f, al medir f se calcula la energía.

Un circuito de retroalimentación para corregir posibles variaciones - en el potencial de la terminal del acelerador, consistente en unas rejillas colimadoras, sirve al mismo tiempo para dar una trayectoria definida al haz.

Cuando ya se tiene el haz con su energía determinada, pasa a una cámara de dispersión, la cual debe encontrarse en un vacío mejor que 2×10^{-5} torr, semejante al del tubo acelerador. En dicha cámara se encuentran las muestras, montadas sobre un portablancos calefactor, junto con el detector y el cañón de electrones.

El portablancos está conectado hacia el exterior de la cámara, con un integrador de corriente que sirve para medir la intensidad del haz. Los iones - retrodispersados por el blanco son recibidos por el detector, que es de barrera superficial, cuya resolución es del orden de 15 keV para protones. El ángulo de detección se escogió de 165° , para poder separar bien en masas los espectros de oro y de plata.

El pulso enviado por el detector es recogido, aumentado en intensidad y puesto en forma conveniente por un preamplificador. A continuación la señal - llega a un amplificador, y de éste pasa a un analizador de altura de pulsos (ana - lizador multicanal, con 1024 canales). Este canalizador da finalmente el espec-

tro de energía de los iones retrodispersados.

La información de los espectros puede guardarse en cintas perforadas y graficarse en papel para hacer un análisis detallado de ellos. La figura 5 resume esquemáticamente todo el proceso descrito aquí.

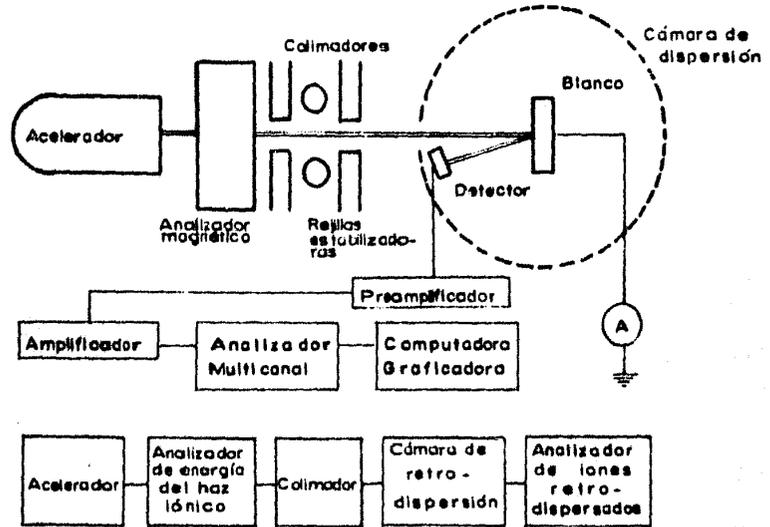


Figura 5

5.3. Procedimiento experimental.

Como ya se explicó previamente, el propósito era investigar si hay alguna alteración producida por la incidencia del haz de electrones sobre un sistema de películas delgadas, en este caso la superposición de oro sobre plata, y todo en un sustrato de SiO_2 . La selección de este sistema se debe principalmente a que dichos metales son completamente miscibles, y no forman ningún compuesto entre sí.

Por otro lado, se trató de imitar las condiciones que presenta un haz de electrones para un análisis de electrones Auger. A pesar de que con el cañón construido era prácticamente imposible igualar la densidad de corriente que se emplea en AES, la energía del haz (3 keV), sí podría lograrse.

Ahora bien, los efectos que se esperaban eran varios. El primero era la difusión. Para ver si el haz producía algún aumento en la temperatura anólo-

go a un calentamiento con un calefactor o un horno, por ejemplo, se analizarían dos muestras semejantes, pero sometidas a tratamientos diferentes. Una de ellas se irradiaría con un haz de determinada densidad, y la otra permanecería sin irradiación alguna, es decir, como patrón. A continuación, las muestras se calientan por un cierto tiempo. Los espectros de RBS se tomarían antes de irradiar después de irradiar y después de calentar, con el fin de tener comparaciones entre todos ellos.

El segundo fenómeno esperado fue la segregación de la plata hacia la superficie, efecto que ha sido observado. Una forma posible de detectar dicho efecto es a partir de una muestra que consista en una mezcla homogénea de los dos componentes. Este tipo de especímenes se logró tomando dos muestras de las películas superpuestas, y aplicarles un calentamiento. Luego se procedía a tomar los espectros antes y después de una irradiación.

Debido a que también se han encontrado alteraciones en la adherencia de ciertas películas sobre los sustratos a causa de una irradiación con electrones, se llevó a cabo una prueba de adherencia. Desafortunadamente no se cuenta con un método realmente reproducible para efectuar las mencionadas pruebas. Por ello, se recurrió a un frotamiento de las muestras por medio de una gasa. Esto daría al menos una idea de los posibles efectos sobre la adherencia de las películas.

Para intentar observar la difusión, se utilizaron dos muestras, a las que se les asignaron los números 1 y 2. Inicialmente se tomó un espectro de RBS para cada una de ellas, con protones de 700 keV. A continuación, se irradió con electrones a la muestra 2. La tabla 2 exhibe qué tanto fue irradiada.

Tabla 2. Irradiación de la muestra 2.

tiempo (min)	densidad ($\mu\text{A}/\text{cm}^2$)	dosís (coulombs/ cm^2)
10	5	3×10^{-3}
20	10	1.2×10^{-2}
15	15	1.35×10^{-2}
5	20	6×10^{-3}

La dosís total fue, por tanto, de 3.45×10^{-2} C/ cm^2 , con una energía de los electrones de 3 keV.

Se tomaron los espectros correspondientes (figuras 7 y 8) después de la irradiación, y enseguida se calentaron las muestras a una temperatura de 125°C durante 15 minutos. El calentamiento se realizó con un horno cuyos detalles de funcionamiento se pueden encontrar en la referencia 42. La temperatura se midió con un termopar de cromel-alumel encapsulado en cuarzo⁴². Después del calentamiento se obtuvieron los espectros de cada muestra.

Las muestras numeradas con 3 y 4 fueron las empleadas para tratar de detectar la segregación. En principio, se esperaba un espectro de estas muestras, antes de cualquier tratamiento, parecido a los de las muestras 1 y 2. Por ello, se procedió directamente a calentar estos especímenes (3 y 4). La temperatura a la que se hizo dicho calentamiento fue de 210°C , por un tiempo de 75 min. De nuevo, se sacaron los espectros de las muestras con protones de 700 keV (figuras 9 y 10).

El siguiente paso fue la irradiación con electrones. La muestra 3 recibió durante 15 min un haz de $18 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ (dosis de $1.62 \times 10^{-2} \text{ C}/\text{cm}^2$), y luego 15 min con $23 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ (dosis $2.07 \times 10^{-2} \text{ C}/\text{cm}^2$). La dosis total fue de $3.69 \times 10^{-2} \text{ C}/\text{cm}^2$. La muestra 4 recibió $15 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ por 30 min, es decir, una dosis de $2.7 \times 10^{-2} \text{ C}/\text{cm}^2$. Después de estas irradiaciones, los espectros respectivos fueron tomados (figuras 9 y 10).

Es importante hacer notar que, para tener estadísticas semejantes en cada espectro, éstos fueron tomados de manera que el máximo fuera siempre del orden de 10 000 cuentas.

Otro punto fundamental era tener una calibración de las energías. Esta calibración se hizo con espectros tomados a la muestra 4 con protones de 400 keV, 500 keV y 700 keV (dos de cada una de las dos últimas energías). Se escogió la muestra 4 para hacer la calibración porque, no obstante que se trata de un blanco compuesto, se tenía a mano y mostraba ser la más gruesa (figura 6).

Finalmente, se realizó la prueba de adherencia de todas las muestras, y además de otra muestra que no había sufrido de tratamiento alguno, con el fin de establecer una comparación.

Número de cuentas, u. arb.

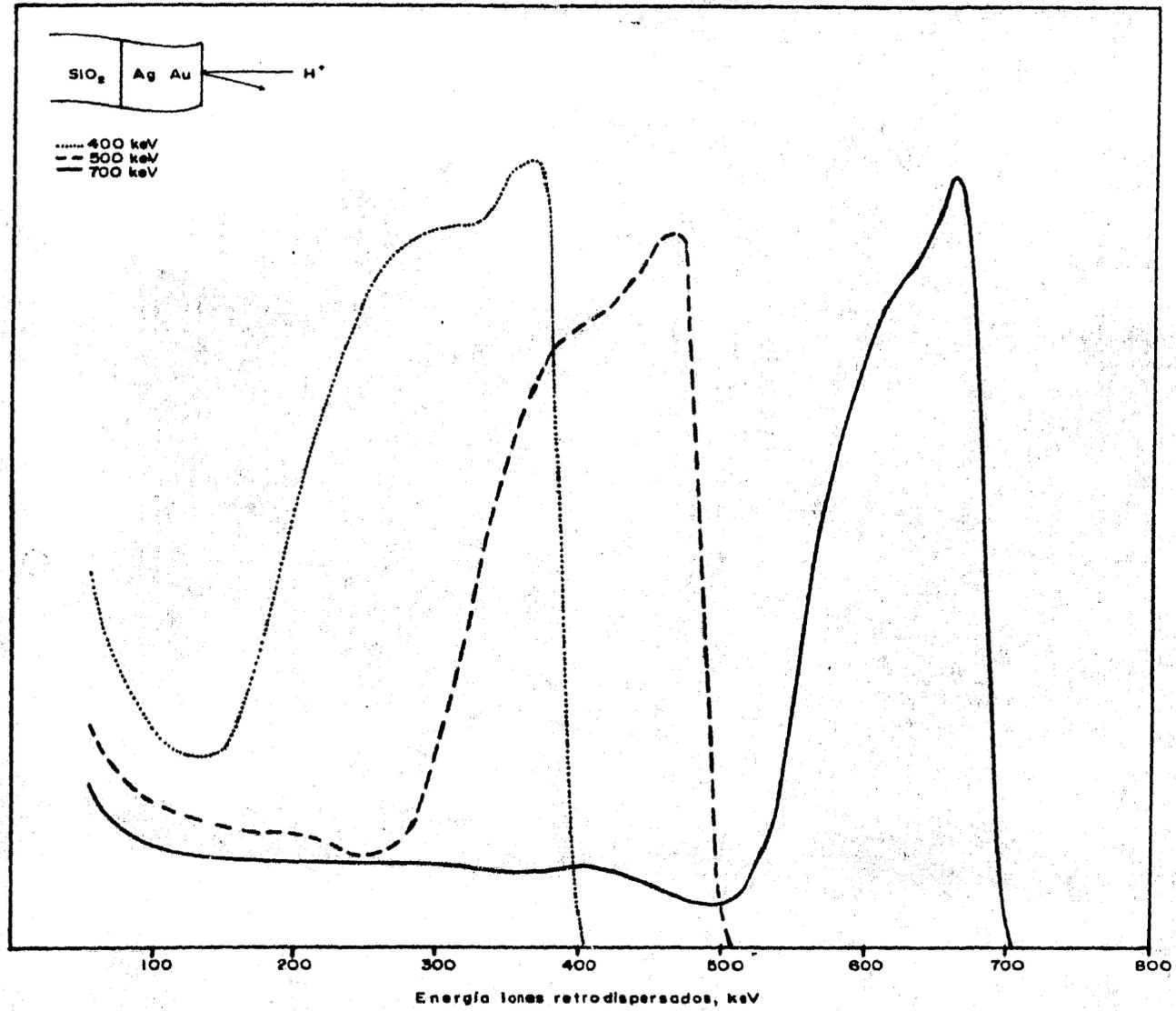


Figura 6

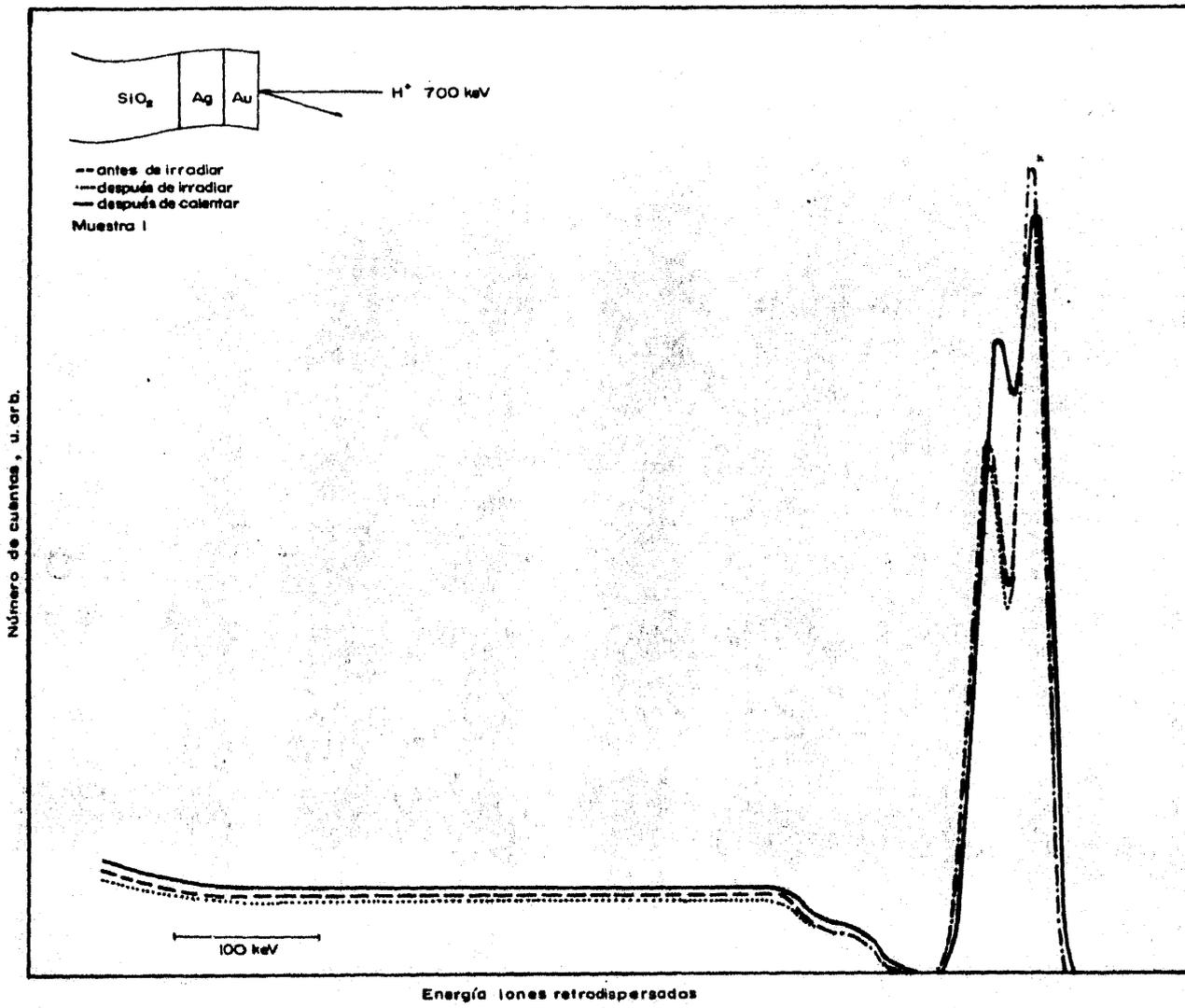


Figura 7

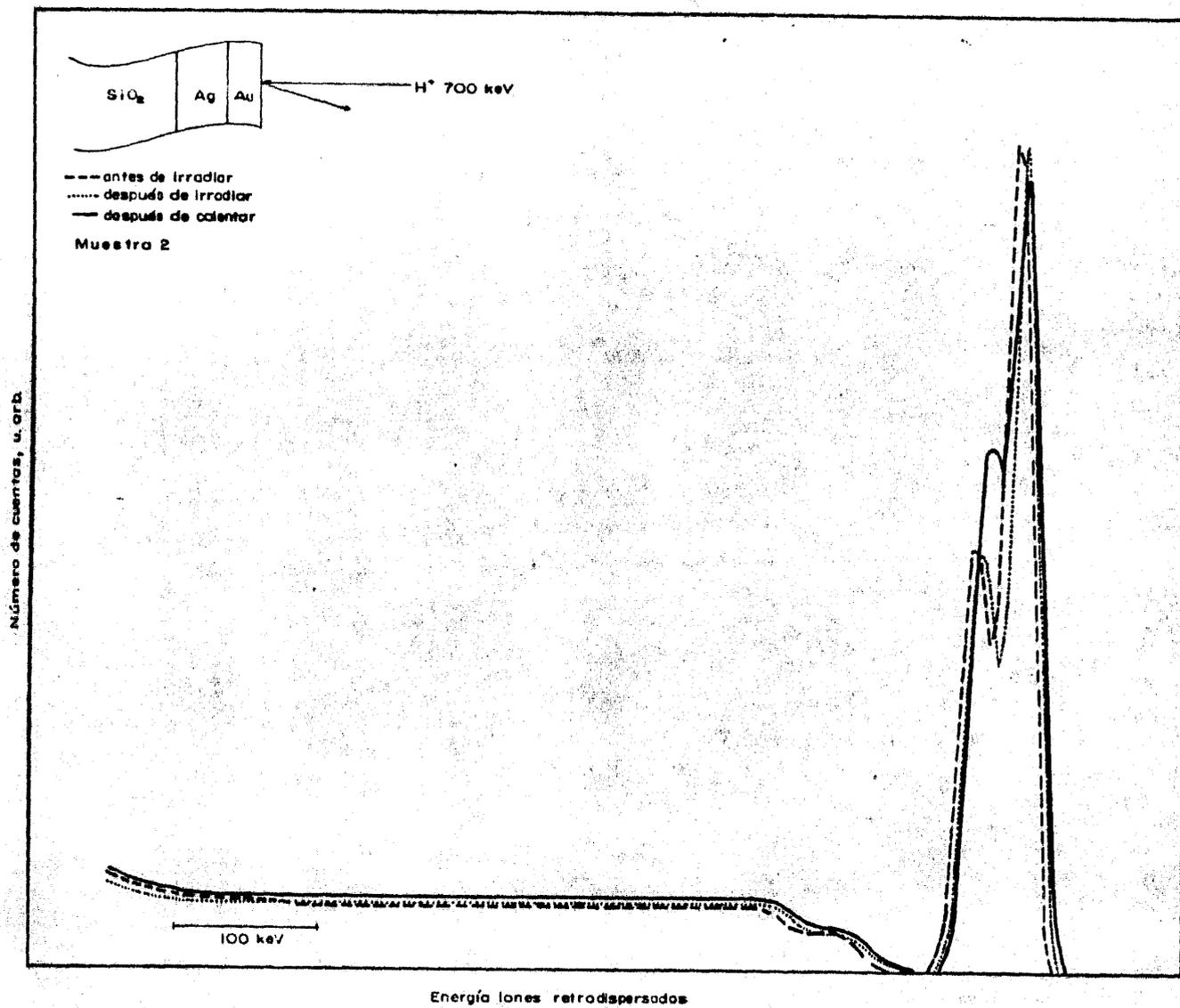


Figura 8

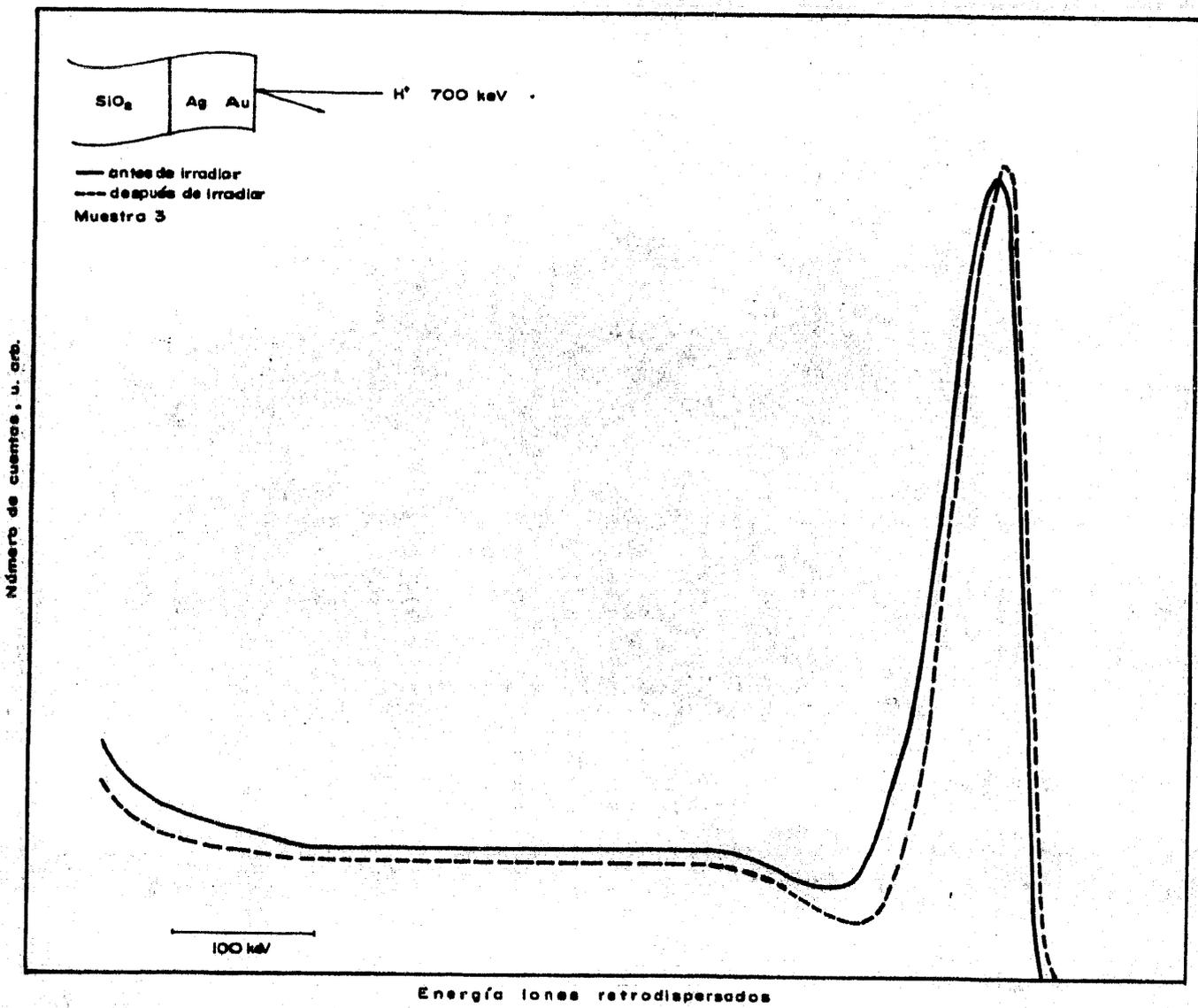


Figura 9

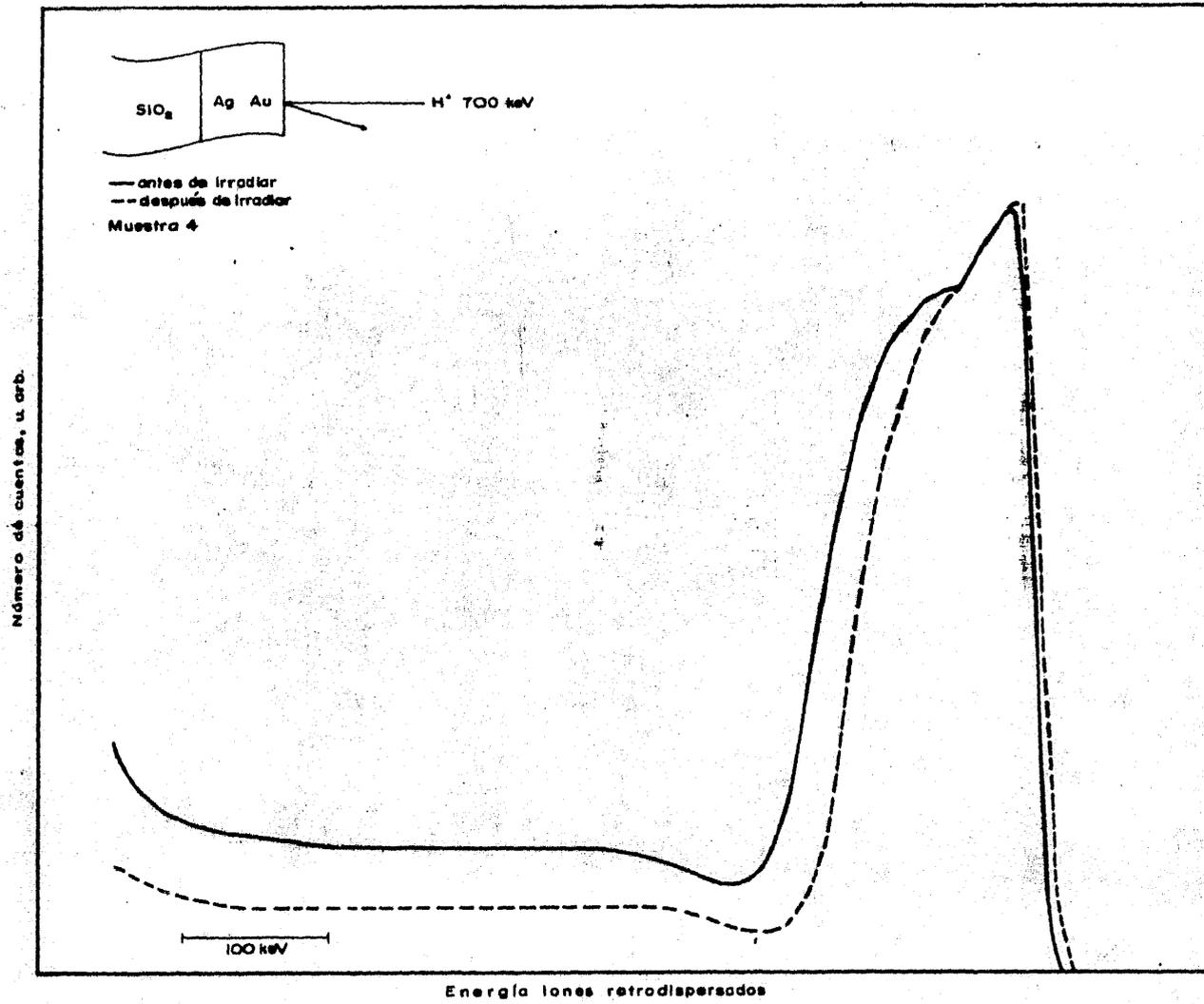


Figura 10

5.4. Resultados.

En primer lugar, se analizaron los espectros de calibración. La figura 6 muestra dichos espectros. En ella no aparecen dos de los cinco espectros tomados, uno para 500 keV y otro para 700 keV. La razón es que ésto da más claridad a la figura, pues son casi idénticos a los otros espectros. Los espectros se graficaron en papel milimétrico, todos a la misma escala, y sobre estas gráficas se hicieron las medidas.

La energía a la mitad del máximo se consideró como la $K_{\alpha}E_0$. Por tanto, el número de keV/mm se obtiene de la tabla 3.

Tabla 3. Calibración de energías.

E_0 (keV)	KE_0 (keV)	d (mm)	keV/mm
700	686.1	282.0	2.43
700	686.1	283.0	2.43
500	490.1	201.0	2.44
500	490.1	201.0	2.44
400	392.0	159.0	2.46

De estos datos se concluye que el promedio es 2.44 keV/mm, factor que se utiliza en los análisis del resto de los espectros.

A continuación, debe calcularse el ancho de resolución. Según W. K. - Chu²⁴, este ancho puede obtenerse de la diferencia en energías al 88% y el 12% del máximo de un espectro de una muestra gruesa. Para ello son útiles los espectros de la muestra 4, a 700 keV. La tabla 4 da estos resultados. Los espectros usados aparecen en las figuras 6 y 10.

Tabla 4. Ancho de resolución.

Espectro (figura)	$(FWHM)_{res}$ (mm)	$(FWHM)_{res}$ (keV)
1 (6)	7.5	18.3
2 (6)	7.0	17.1
3 (10)	8.0	19.5
4 (10)	7.5	18.3

de donde, calculando un promedio, resulta $(FWHM)_{res} = 18.3$ keV.

Ahora, puede evaluarse el espesor de las películas, para lo cual se sigue el método propuesto por J. Rickards⁴³. El primer paso es obtener la E de cada película, y enseguida, con el empleo de la ecuación (3.36), se puede calcular el espesor de ellas. La ΔE se toma como el ancho de los picos a la mitad del máximo. Cuando en el espectro este ancho no aparece por la superposición de los picos, la ΔE se obtiene al prolongar cada pico hacia abajo, pero de modo que la suma sea siempre igual al espectro obtenido experimentalmente. En la tabla 5 se exponen los resultados obtenidos.

Tabla 5. Espesores de las películas.

	ΔE (keV)		t (Å)	
	Au	Ag	Au	Ag
Muestra 1 (fig. 7)				
antes de irradiar muestra 2	20.7	34.8	716	1410
después de irradiar muestra 2	18.9	32.1	654	1300
Muestra 2 (fig. 8)				
antes de irradiar	18.7	30.4	647	1230
después de irradiar	20.7	29.0	716	1180

La siguiente etapa consiste en la determinación de las alturas relativas de los picos. Los datos que se obtienen aparecen en la tabla 6.

Tabla 6. Alturas relativas de los picos.

	H_{Au} / H_{Ag}
Muestra 1 (fig. 7)	
antes de irradiar muestra 2	1.52
después de irradiar muestra 2	1.60
después de calentar	1.21
Muestra 2 (fig. 8)	
antes de irradiar	2.00
después de irradiar	1.98
después de calentar	1.52

La figura 9 contiene los espectros de la muestra 3 antes y después de irradiar, y análogamente la figura 10, pero con los espectros de la muestra 4 (estas muestras fueron calentadas antes de tomar los espectros, como se dijo en la sección anterior).

5.5. Discusión.

Las muestras 1 y 2 no fueron sometidas al mismo tratamiento. La muestra 2 a diferencia de la 1, fue irradiada con electrones. De los datos que aparecen en las tablas 5 y 6, se puede concluir que no hubo daños. Esto se infiere porque los espesores calculados son iguales antes y después de la irradiación - dentro del error experimental determinado por la resolución del sistema. Lo mismo se puede decir de las alturas relativas de los picos en los mismos casos. En lo que se refiere a las alturas, el error se toma como la raíz cuadrada del número de cuentas. Para estos espectros, el error de la razón de alturas es del orden del 3%, por lo que estas relaciones de alturas se pueden considerar iguales.

Contrariamente a lo anterior, cuando las muestras han sido calentadas, sí se observa definitivamente un cambio en las alturas relativas de los picos, que queda fuera del error experimental. Este cambio se debe sin duda a la interdifusión de las películas, siendo más rápida la de plata en oro que a la inversa, conforme a los reportes de K. Meinel et al.⁴⁴. En forma análoga, se puede decir que la interdifusión de los metales ha sido nula o al menos indetectable, cuando se trata de la irradiación a que fue sometida la muestra 2 (figuras 7 y 8).

El otro efecto que se había intentado observar, la segregación de la plata hacia la superficie, tampoco se encontró. Las muestras 3 y 4 fueron las que se usaron para esta investigación. Los espectros de ellas, mostrados en las figuras 9 y 10, muestran un corrimiento de energías, lo cual podría sugerir un efecto de la irradiación. Sin embargo, según se probó más tarde, el corrimiento se debió a problemas en el preamplificador. Asimismo, en la figura 10 parece haber una diferencia en las anchuras de los espectros antes y después de la irradiación. Esta diferencia es menor que el ancho de resolución, razón por la cual no se puede llegar a ninguna conclusión. Por otro lado, el corrimiento de los espectros por la electrónica habría impedido detectar un probable efecto de adsorción o desorción de impurezas en la superficie, aunque el sistema no es capaz de proporcionar esa información.

La ausencia, o por lo menos no detección, de los procesos de difusión y segregación en las películas a causa de la irradiación, puede parecer muy

obvia a la luz de los siguientes hechos.

El primero, es el calentamiento producido por el haz. Se puede emplear la ecuación aproximada que dan K. Röhl et al.¹²:

$$\Delta T = \frac{pr_o/\alpha_o}{1 + 0.67(\alpha_m/\alpha_o)(h/r_o)} \quad (5.8)$$

donde p es la potencia del haz, r_o es su diámetro, α_o la conductividad térmica del sustrato, α_m la del metal que forma la película, y h el espesor de ésta.

Si se toma como conductividad térmica de la película un promedio de las conductividades del oro y la plata, y los espesores calculados anteriormente, se encuentra que el incremento de temperatura en la muestra es del orden de 3 K a lo sumo*. Este aumento es desde luego muy bajo para activar cualquier proceso de difusión o segregación en este sistema en el corto tiempo de la investigación. Además, es pequeñísimo comparado con los incrementos de temperatura que reportan S. Hofmann y A. Zalar⁴⁵, en el mismo sistema oro-plata, que con densidades del orden de $500 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ aumentan, según sus cálculos, hasta en 700°C la temperatura. Ellos sí observan cambios notables, aunque sólo localmente.

Por otra parte, el alcance de los electrones de 3 keV en oro (que es el material irradiado directamente), es del orden de 350 \AA cuando se calcula con la ecuación (2.2). Como el espesor de las películas de oro es superior a los 500 \AA , es lógico suponer que los electrones del haz no lleguen a la interfase oro-plata. No es sorprendente, por tanto, que no se haya detectado daño por el frenamiento de los electrones en la interfase, simplemente porque éste no ocurrió.

Podría sugerirse, como consecuencia del párrafo anterior, la evaporación de películas de un espesor semejante al alcance de los electrones, para observar efectos por frenamiento en la interfase. Sin embargo, hay una dificultad, que es la carencia de uniformidad en las películas de oro de este espesor evaporadas sobre plata. A. W. Czanderna y R. Summermatter⁴⁶ encontraron que aún para

(*) En realidad este cálculo es una aproximación en extremo burda, ya que Röhl y coautores consideran el área del haz mucho menor que el área de la muestra para obtener la ecuación (5.8).

películas de 400 Å, el oro no ha cubierto totalmente a la plata.

En el punto relativo al frenamiento en la interfase, en este trabajo hay una posible contradicción con los reportes de M. H. Farías et al.⁴⁷. Ellos estudiaron la difusión de potasio en películas de oro sobre KCl. El potasio se obtenía por la disociación del compuesto a causa de la irradiación con electrones. Encontraron que el potasio se difundía más al aumentar el espesor de las películas de oro, efecto que atribuyeron a electrones secundarios. La difusión no era de origen térmico, ya que Farías y colaboradores calcularon incrementos de 10 K, muy análogos a los del presente trabajo. Por otra parte, puede pensar se que, con los resultados de Farías et al., la difusión de la plata en el oro sería más fácil en este caso. La razón está en que la energía de activación de la difusión de plata en oro está entre 0.34 y 0.50 eV, en películas policristalinas, de acuerdo a lo que reportan S. K. Sen et al.⁴⁸ y J. D. Pan y R. W. Balluffi⁴⁹. Esta energía es menor que la de disociación del KCl, 7.1 eV, y mucho menor aún que la suma de esta energía y la de activación de la difusión del potasio en el oro. Por tanto, Farías y coautores manejaban energías mucho mayores que las necesarias para la difusión de plata en oro, lo que aumenta la probabilidad de observarla en este trabajo, cosa que no sucedió.

Las pruebas de adherencia no pudieron llevar a conclusiones definitivas. Las muestras 1 y 2 fueron comparadas con otra que no había sufrido ningún tratamiento. Los resultados dejaron ver que la muestra 2 presentaba una adherencia análoga a la muestra de comparación, mientras que la muestra 1 tenía una adherencia inferior a ella. Como la muestra 2 había sido sometida a la radiación no es posible concluir que haya habido alteraciones de esta propiedad. Por otro lado, el calentamiento de las muestras 3 y 4 las dañó considerablemente (eí debido al calefactor), lo que redujo en forma muy apreciable la adherencia al sustrato. Cabe señalar que la zona donde incidió el haz de protones para RBS tenía una mayor adherencia que el resto de la muestra.

Otro aspecto que puede tratarse aquí, y que queda un tanto fuera del objetivo de este trabajo, es la utilidad de la técnica RBS para determinar espesores. Al evaporar los metales para obtener las películas, se hicieron cálculos para que los espesores fueran 500 Å para el oro y 1500 Å para la plata. Al mo-

mento de evaporar, se tenían más exactamente 200 mg de oro y 300 mg de plata, - lo que daría espesores de 520 y 1600 Å, respectivamente. De los resultados obtenidos con RBS, los espesores son de 680 y 1300 Å, aproximadamente, para oro y plata, en ese orden. Por tanto, se observa una desviación entre ambos cálculos de un 40%, variación que pudiera contemplarse dentro del error debido a la colocación de los sustratos con respecto a los filamentos durante la evaporación. La dificultad en este caso está en que la resolución de profundidad es del orden de los espesores calculados (630 Å en la superficie, y hacia el interior es una resolución más mala, por las fluctuaciones de energía), y por tanto no puede hacerse una comparación tan directa de los dos cálculos.

5.6. Conclusiones.

A lo largo de este trabajo se ha visto que al llevar a cabo análisis de películas delgadas con ciertas técnicas, pueden surgir alteraciones que reduzcan la validez de los resultados que se alcancen con ese análisis. Es por ello que se propuso como objetivo de este estudio la investigación de los daños producidos por la incidencia de un haz de electrones sobre un sistema de películas metálicas, con una técnica que no involucra a estas partículas, como es la Retrodispersión de Rutherford.

Se encontró, a partir del análisis de dos muestras consistentes en películas superpuestas, que, dentro del error experimental, no hay procesos de interdifusión en esas películas como consecuencia de la irradiación con un haz de electrones de hasta $20 \mu\text{A}/\text{cm}^2$.

A este orden de densidades de corriente ($23 \mu\text{A}/\text{cm}^2$), se observó que - el haz no estimula, en una forma detectable por Rbs y en las condiciones que se tuvieron en el laboratorio, el proceso de segregación, pues posibles efectos advertidos en el análisis quedan oscurecidos por las incertidumbres existentes. Los resultados de las pruebas de adherencia son igualmente ambiguos debido a que no se encuentran correlaciones de efectos.

Asimismo, la buena concordancia que pudo haberse encontrado en los cálculos de los espesores fue disminuida a causa de la mala resolución del sistema

A pesar de ello, los cálculos son suficientes para dar idea de órdenes de magnitud.

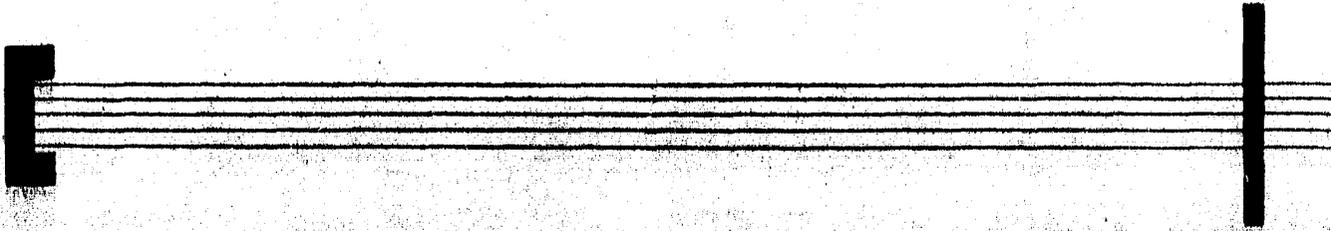
Con los resultados que se consiguieron en este experimento, se puede afirmar que al hacer análisis con haces de electrones de este orden de densidades de corriente, no habrá alteraciones en el espécimen, quedando esta afirmación sujeta a los errores experimentales de este trabajo.

Queda aún mucho trabajo por hacer en este tema, el daño por electrones, que es prácticamente inagotable. El propósito es realizar estudios más profundos, en los cuales las condiciones se vean mejoradas. Sería necesario tener un mejor dominio del método para preparar las muestras, en el cual se pudiera conocer mejor el espesor de las películas. Por otro lado, debe perfeccionarse la resolución del sistema de análisis, debido a que los 18 keV calculados como ancho de resolución no son muy buenos. Al mismo tiempo, los problemas que causó la electrónica (un corrimiento en los espectros de 10 keV), deben ser eliminados, porque imposibilita sacar cierto tipo de conclusiones. Por último, deben superarse, y con mucho, las densidades de corriente que se emplearon en este trabajo, para tener mayores intervalos de validez de los resultados.

Para finalizar, debe apuntarse que este trabajo ha servido como un ejemplo del poder y la utilidad que tienen técnicas de análisis como la retrodispersión de Rutherford, y para mostrar la apremiante necesidad que existe de conocer qué tanto afecta la radiación utilizada como herramienta, los mismos resultados que se obtuvieron con ella.

APENDICE

DESARROLLO DE UNA EXPRESION PARA LA SECCION DIFERENCIAL



Para demostrar la ecuación (3.9), se partirá de la figura A1.

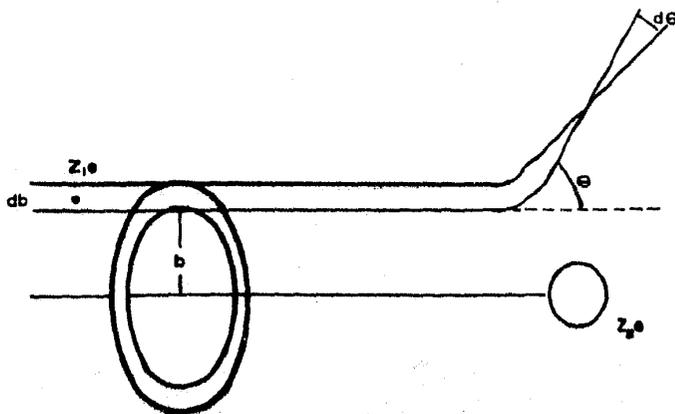


Figura A1

En ella, un haz de proyectiles con densidad espacial n se dirige hacia un centro dispersor. El número de partículas que pasan, antes de la dispersión, por el anillo diferencial de radio b , esta cantidad llamada el parámetro de impacto, debe conservarse después de la dispersión. Si v es la velocidad de los proyectiles, el número de partículas que pasan por el anillo es:

$$N = nv2\pi b db \quad (A1)$$

donde $2\pi b db$ es el área del anillo. El número de partículas que salen dispersadas es, si $d\Omega$ es el elemento de ángulo sólido determinado por el ángulo θ de dispersión:

$$N = nv\sigma(\theta) |d\Omega| \quad (A2)$$

Al igualar las dos expresiones:

$$2\pi b db = \sigma(\theta) |d\Omega| \quad (A3)$$

Por otra parte, al considerar simetría azimutal, se tiene que el elemento de ángulo sólido es $d\Omega = 2\pi \sin\theta d\theta$, y con esto:

$$b |db| = \sigma(\theta) \sin\theta |d\theta| \quad (A4)$$

con lo cual

$$\sigma(\theta) = \frac{b}{\sin\theta} \left| \frac{db}{d\theta} \right| \quad (A5)$$

Para obtener una relación entre b y θ , se emplea la ecuación:

$$\theta = \pi - \int_{r_m}^{\infty} \frac{2b}{r^2} \left(1 - \frac{z_1 z_2 e^2}{rE} - \frac{b^2}{r^2} \right)^{1/2} dr \quad (A5)$$

la cual se obtiene de la teoría clásica de las fuerzas centrales, y en la que se ha utilizado un potencial coulombiano. La r_m es la distancia de máximo acercamiento al centro dispersor, y que resulta ser, con E la energía del proyectil:

$$r_m = b \left[\frac{Z_1 Z_2 e^2}{2bE} + \left(1 + \left(\frac{Z_1 Z_2 e^2}{2bE} \right)^2 \right)^{1/2} \right] \quad (A7)$$

Al realizar la integración se obtiene:

$$\tan(\theta/2) = Z_1 Z_2 e^2 / 2bE \quad (A8)$$

expresión que, al sustituirla en la ec. (A5), da la sección eficaz diferencial

$$\sigma(\theta) = \left(\frac{Z_1 Z_2 e^2}{4E} \right)^2 \frac{1}{\sin^4 \theta/2} \quad (A9)$$

Como puede observarse, esta expresión es para un sistema en el cual el blanco siempre permanece fijo. Para tener una expresión en el sistema de laboratorio, puede tomarse la siguiente relación entre el ángulo de dispersión - en ambos sistemas²⁴:

$$\sin(\theta - \theta') = \frac{m_1}{m_2} \sin \theta' \quad (A10)$$

donde la prima indica el sistema de laboratorio.

La ecuación de conservación, (A4), aplicada a ambos sistemas implica

$$\left(\frac{d\sigma}{d\Omega} \right)' \sin \theta' d\theta' = \frac{d\theta}{d\Omega} \sin \theta d\theta \quad (A11)$$

De la ec. (A10) se tiene:

$$\frac{d\theta'}{d\theta} = 1 + \frac{x \cos \theta}{\cos(\theta - \theta')} = \frac{\sin \theta' \cos(\theta - \theta') + x \sin \theta' \cos \theta}{\sin \theta' \cos(\theta - \theta')} = \frac{\sin \theta}{\sin \theta' \cos(\theta - \theta')} \quad (A12)$$

en la que $x = m_1/m_2$, y así, con la ec. (A11):

$$\left(\frac{d\sigma}{d\Omega} \right)' = \left(\frac{\sin \theta}{\sin \theta'} \right) \frac{1}{\cos(\theta - \theta')} \quad (A13)$$

Si se aplica la ec. (A13) a la ec. (A9) resulta:

$$\left(\frac{d\sigma}{d\Omega} \right)' = \left(\frac{Z Z e^2}{2E_L} \right)^2 \left[\frac{(1+x) \sin \theta}{2 \sin \theta' \sin^2 \theta/2} \right]^2 \cos(\theta - \theta') \quad (A14)$$

donde E_L es la energía en el sistema de laboratorio, dada por:

$$E_L = E (1 + x) \quad (A15)$$

al suponer el blanco inicialmente en reposo.

De la ec. (A10) resulta $1 + x = (\text{sen}(\theta - \theta') + \text{sen}\theta')/\text{sen}\theta'$, y además

$$\text{sen}\theta/2 \text{sen}^2\theta/2 = \cot \theta/2 \quad (\text{A16})$$

y entonces, con el uso de la relación

$$\frac{\text{sen}\theta' + \text{sen}(\theta - \theta')}{\cos\theta' + \cos(\theta - \theta')} = \frac{2 \text{sen}\theta/2 \cos(2\theta - \theta')}{2 \cos\theta/2 \cos(2\theta - \theta')} = \tan\theta/2 \quad (\text{A17})$$

puede tenerse:

$$\frac{(1 + x)\text{sen}\theta}{2\text{sen}^2\theta/2} = \frac{\cos\theta' + \cos(\theta - \theta')}{\text{sen}\theta'} \quad (\text{A18})$$

por lo cual, cuando se sustituye en la ec. (A14) resulta:

$$\left(\frac{d\sigma}{d\Omega}\right)' = \left(\frac{Z_1 Z_2 e^2}{2E_1}\right)^2 \frac{(\cos\theta' + \cos(\theta - \theta'))^2}{\text{sen}^4\theta' \cos(\theta - \theta')} \quad (\text{A19})$$

Debido a que $\cos(\theta - \theta') = (1 - \text{sen}^2(\theta - \theta'))^{1/2} = (1 - x^2 \text{sen}^2\theta')^{1/2}$, se obtiene finalmente:

$$\left(\frac{d\sigma}{d\Omega}\right)' = \left(\frac{Z_1 Z_2 e^2}{2E_1}\right)^2 \frac{\{\cos\theta' + (1 - x^2 \text{sen}^2\theta')^{1/2}\}^2}{\text{sen}^4\theta' (1 - x^2 \text{sen}^2\theta')^{1/2}} \quad (\text{A20})$$

que no es sino la ecuación (3.9).

BIBLIOGRAFIA

- 1.- Physics Today, Vol. 33, No. 5 (1980).
 - 2.- Hermanne, Radiat. Eff. 19 (1973) 161.
 - 3.- M. P. Hooker y J. T. Grant, Surface Sci. 55 (1976) 741.
 - 4.- R. Franchy y D. Menzel, Phys. Rev. Lett. 43 (1979) 865.
 - 5.- M. L. Knotek y P. J. Feibelman, Phys. Rev. Lett. 40 (1978) 964.
 - 6.- A. Van Oostrom, Surface Sci. 89 (1979) 615.
 - 7.- G. C. Fryburg y R. A. Lad, Surface Sci. 48 (1975) 353.
 - 8.- H. G. Tompkins, Surface Sci. 62 (1977) 293.
 - 9.- J. P. Coad, H. E. Bishop, J. C. Riviere, Surface Sci. 21 (1970) 253.
 - 0.- F. Ohuchi, M. Ogino, P. H. Holloway, C. G. Pantano, Surf. Interf. Anal 2 (1980) 85.
-
- 1.- T. Sasaki, R.S. Williams, J.S. Wong, D. A. Shirley, J. Chem. Phys. 69(1978) 4374.
 - 2.- K. Roll, W. Losch, C. Achete, J. Appl. Phys. 50 (1979) 4422.
 - 3.- C. T. H. Stoddart, R. L. Moss, D. Pope, Surface Sci. 53 (1975) 241.
 - 4.- W. Lippert, Proc. European Regional Conf. Electron Microscopy, Delft, 1960 Vol. II (1961) p. 682 Dutch Soc. Electron Microscopy, Delft.
 - 5.- L. Reimer, Proc. European Regional Conf. Electron Microscopy, Delft, 1960 Vol. II (1961) p. 668 Dutch Soc. Electron Microscopy, Delft.
 - 6.- C. J. Calbick, Trans. 19th National Vacuum Symposium. Los Angeles, Cal. Am Vac. Soc. (1962) p. 81 (macmillan, Nueva York, 1962).
 - 7.- J. Ahn, C. R. Perleberg, D. L. Wilcox, J. W. Coburn, H. F. Winters, J. Appl. Phys. 46 (1975) 4581.
 - 8.- R. E. Kirby y J. W. Dieball, Surface Sci. 41 (1974) 467.
 - 9.- C. J. Calbick, Physics of Thin Films, eds. G. Haas, R. E. Thun (Academic - Press, Nueva York, 1964, p. 63).
 - 0.- H. J. Fitting, Phys. Stat. Sol. 26 (1974) 525.
 - 1.- H. J. Fitting, J. Phys. D8 (1975) 1480.
 - 2.- H. J. Fitting, H. Glaefeke, W. Wild, G. Neuman, J. Phys. D9 (1976) 2499.
 - 3.- K. Kanaya y S. Ono, J. Phys. D11 (1978) 1495.
 - 4.- W. K. Chu, J. W. Mayer, M. A. Nicolet, Backscattering Spectrometry (Academic Press, Nueva York, 1978).
 - 5.- N. Bohr, Mat. Fys. Medd. Dan. Vid. Selsk. 18 (1948) No. 8.
 - 6.- J. Lindhard, M. Scharff, Mat. Fys. Medd. Dan. Vid. Selsk. 27 (1953) No. 15.
 - 7.- E. Bonderup, P. Hvelplund, Phys. Rev. A4 (1971) 562.
 - 8.- W. K. Chu, Phys. Rev. A13 (1976) 2057.

- 29.- J. F. Ziegler, *New Uses of Ion Accelerators* (Plenum Press, Nueva York, 1975)
- 30.- E. Leon Chaffee, *Theory of Thermionic Vacuum Tubes* (McGraw-Hill Book Co. Nueva York, 1933).
- 31.- V. E. Cosslett, *Introduction to Electron Optics* (Oxford University Press, Oxford, 1946).
- 32.- Karl R. Spangenberg, *Vacuum Tubes* (McGraw-Hill Book Co., Nueva York, 1948).
- 33.- Albert Septier, ed. *Focusing of Charged Particles* (Academic Press, Nueva York, 1967).
- 34.- N.W. Ashcroft y N.D. Mermin, *Solid State Physics* (Holt, Rinehart and Winston, Nueva York, 1976).
- 35.- O. W. Richardson, *Phil. Mag.* 28 (1914) 633.
- 36.- S. Dushman, *Phys. Rev* 21 (1923) 623.
- 37.- Langmuir y Rogers, *Phys. Rev* 4 (1914) 544.
- 38.- A. Wehnelt, *Ann. d. Physik* 14 (1904) 425.
- 39.- Humberto Arriola, comunicación privada.
- 40.- Ludmila Eckertová, *Physics of Thin Films* (Plenum Press, Nueva York, 1977).
- 41.- L. Holland, *Vacuum Deposition of Thin Films* (John Wiley and Sons, Nueva York, 1956).
- 42.- Rubén Dorantes, Tesis Profesional, Universidad Nacional Autónoma de México, 1982.
- 43.- Jorge Rickards, *Nucl. Inst. and Meth.* 152 (1978) 585.
- 44.- K. Meinel, M. Klaua y H. Bethge, *Thin Solid Films* 35 (1976) 157.
- 45.- S. Hofmann y A. Zalar, *Thin Solid Films* 56 (1979) 337.
- 46.- A. W. Czanderna y R. Summermatter, *J. Vac. Sci. Technol.* 21 (1982) 853.
- 47.- M. H. Farías, J. L. Peña y F. Sánchez-Sinencio, *J. Vac. Sci. Technol.* 21 (1982) 853.
- 48.- S. K. Sen, P. M. Kluge-Weiss y C. L. Bauer, *Thin Solid Films* 82 (1981) 299.
- 49.- J. D. Pan y R. W. Baluffi, *Acta Metall.* 30 (1982) 861.
- 50.- J. W. Mayer, E. Rimini, eds., *Ion Beam Handbook for Material Analysis* (Academic Press, Nueva York, 1977).