

(1-60)

Martes 4 de Abril 10 Am.

Universidad Nacional Autónoma de México.
Facultad de Ciencias.

EFFECTOS EN LA DISPERSION DE
PROTONES POR LA TOPOGRAFIA DE MUESTRAS
SOLIDAS.

Tesis para obtener la Maestría
en Ciencias (Física)

Alberto Barragán Vidal.

1978.



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

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

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

INDICE .

Introducción.

1. Antecedentes y objetivos.
2. Teoría.
3. Dispositivo y condiciones experimentales
4. Experimentos
 - a) Muestras rugosas regulares
 - b) Muestras rugosas irregulares.
 - c) Análisis con ángulos rasantes.
5. Conclusiones y sugerencias.

I N T R O D U C C I O N

Cuando se hacen experimentos de dispersión de iones para el análisis de superficies, estas deben estar pulidas, pues la rugosidad introduce efectos poco conocidos. En este trabajo se presentan las principales diferencias encontradas entre los espectros de dispersión para muestras pulidas y rugosas. Estos resultados permitirán estudiar fenómenos tales como la corrosión y la erosión en superficies sólidas.

ANTECEDENTES Y OBJETIVOS.

De algunos años a la fecha, la técnica de análisis por haces de iones ha encontrado múltiples aplicaciones en las diversas ramas de la física; en ella se ha usado la experiencia y la técnica de la física nuclear, que es o ha sido en la mayoría de los casos, base del trabajo de físicos que emplean aceleradores. La técnica es posible utilizarla de diversas maneras en el análisis de la materia, en las distintas formas o usos que ésta pueda tener.

Consideraremos en este trabajo, en forma particular, la técnica de dispersión de Rutherford y su posible combinación con otras en el análisis de muestras sólidas, como la producción de Rayos X inducidos por protones, lo cual permite complementar la información cualitativa; Reacciones Nucleares para elementos ligeros, ya que por retrodispersión no es posible analizar muestras formadas por estos elementos; ESCA que permite hacer un análisis químico mediante espectroscopía de electrones y para complementar la información se cuenta con el apoyo tanto de la microscopía óptica como electrónica (SEM), que permiten conocer la topografía de las superficies de los especímenes por estudiar.

Tienen estas técnicas las ventajas de no ser destructivas, que es posible analizar (a muy pequeñas concentraciones del orden de unos pocos $\mu\text{gr}/\text{cm}^2$), en intervalos de tiempo cortos (de minutos).

La técnica de dispersión de iones, se ha empleado ampliamente como una herramienta para hacer análisis tanto cualitativo como cuantitativo de muestras sólidas preparadas, esto es, planas y pulidas.

Desde hace algunos años (aproximadamente quince), es sabido que muestras no preparadas, cuya superficie es rugosa, originan ciertos mecanismos en la dispersión de iones, los cuales introducen un cambio en el resultado respecto a los de muestras preparadas, que de acuerdo con trabajos reportados hasta ahora (no muchos)¹, no están bien establecidos, lo cual deja la duda al analizar muestras rugosas, si los resultados son únicamente propios de componentes de la muestra o si se debe a alguno o algunos de los efectos que ocasiona la rugosidad de la muestra.

La primera pregunta que se puede uno hacer al analizar una muestra rugosa es si el resultado es diferente del de una pulida, una vez que se sabe que esto ocurre, el siguiente paso es el de conocer el origen de esta diferencia, si para diferentes geometrías, energía de incidencia y tipo de ión, el elemento que constituye la muestra y las dimensiones de su rugosidad, producen otros cambios respecto al resultado, de una muestra llamada "pulida".

Será entonces el objeto de este trabajo dar respuesta a esta serie de preguntas o al menos a la mayoría de ellas, con el fin de tener un mejor entendimiento de lo que ocurre al dis

persar iones en superficies rugosas, para poder finalmente aplicarlo en el análisis de muestras reales.

El hecho de que la rugosidad se encuentra generalmente presente en superficies sólidas, debida a muchos factores, como son: presión, compresión, tensión superficial, y sobre todo a la temperatura, la cual con sus variaciones, ocasiona pequeños rompimientos en la superficie de los metales (produce el levantamiento de pequeñas cáscaras), propicia además que por estos sitios se introduzcan moléculas de oxígeno, iniciándose así el proceso de oxidación del metal. Hechos como los anteriores, hacen que la rugosidad se encuentre presente y al hablar de superficies "pulidas", realmente se estará hablando de una superficie con menor rugosidad respecto a otra.

Considerando la técnica de retrodispersión de iones de Rutherford como una herramienta que permite analizar en forma tanto cualitativa como cuantitativa muestras sólidas, además de su uso para medir alcances en superficies y a profundidad a algunos miles de Å; se pretende dejar establecidos primeramente, los diferentes efectos que producen muestras rugosas, empleando para ello, especímenes de rugosidad regular e irregular con diferente grado y tipo de rugosidad.

Se considerarán varias geometrías en el montaje experimental y no únicamente de retrodispersión, sino también de reflexión y a ángulos razantes. Se emplearán diferentes energías para los protones, que son los iones empleados, se considera que

estas condiciones experimentales permitirán conocer los diferentes efectos que produce una superficie rugosa, respecto a los de una muestra llamada "pulida".

Una vez conocidos los posibles efectos y mecanismos que los originan, ello permitirá analizar muestras reales. Entre las posibles aplicaciones que se consideran, se tienen: muestras metalúrgicas (contenido y homogeneidad), medición de porosidad (en carbón y metales), muestras minerales (contenido), análisis en superficies rugosas empleadas como trampas, en las que se atrapan sustancias residuales, superficies que han sufrido corrosión debido a oxidación.

Una vez bien establecida la técnica, será posible estudiar superficies dañadas y erosionadas, como ocurre en Reactores Termonucleares Controlados (CTR), Contenedores de Plasmas y Contenedores de Combustibles Nucleares, en los cuales la radiación causa una variedad de efectos como la erosión, (removimiento de capas superficiales de los elementos componentes), "blistering" (ampollamiento de la superficie), "flaking" (descascaramiento), porosidad, además de estos efectos se tiene la corrosión causada por oxidación, sólo para mencionar algunos de los posibles usos de la técnica de análisis.

Se considera para el futuro, como una continuación de este trabajo, un equipo formado de dos componentes; además del acelerador de protones, acoplado a la cámara de experimentación, una fuente para producir "sputtering", lo cual permitirá estu-

diar muestras que sufren estos efectos que parecen ocurrir en los tres sistemas mencionados anteriormente.

T E O R I A

Consideramos en este capítulo algunos aspectos que se presentan cuando interaccionan iones con superficies metálicas, aspectos de los cuales se hará una breve descripción.

Al llegar un ion incidente al sólido, puede ocurrir que sea retrodispersado de la superficie o que pierda energía en él. Este proceso de pérdida de energía usualmente se divide en dos partes: colisiones electrónicas y colisiones nucleares, estos procesos son importantes y dependen básicamente del potencial de interacción entre el ion incidente y los átomos blanco. Sin embargo, estos potenciales de interacción son difíciles de determinar experimentalmente y teóricamente no hay función ana-lítica que los describa completamente³.

En el primer proceso de los dos mencionados anteriormente, al interaccionar iones rápidos con electrones de la red, se produce excitación e ionización y entonces el proceso es casi ente-ramente inelástico. Como la densidad de electrones es grande, las colisiones son tan numerosas que el proceso se puede consi-derar como una pérdida continua de energía. Lo anterior se ha descrito teóricamente, tanto para la región de baja velocidad por Lindhard y Scharff⁽¹²⁾, como para la región de alta velocidad por Bethe-Bloch⁽¹³⁾.

La llamada pérdida 'Nuclear', es aquella que resulta de las colisiones entre el ion incidente y los átomos de la red. A

*Red? en materiales amorfo o policristalinos?
No hay orden en las referencias.*

altas energías, las colisiones se pueden describir adecuadamente por la dispersión de Rutherford; a energías medias por la dispersión de Coulomb apantallada, mientras que a bajas energías el potencial de interacción es mucho más complejo y difícil de determinar. De los varios intentos para describir la interacción a bajas energías, la más adecuada y aplicada ha sido la de Lindhard et al (1963), el cual usa potencial de Thomas-Fermi.

De los aspectos que se han mencionado, uno de ellos la retrodispersión que sufren los iones por átomos blanco se usa como un medio para el análisis de superficies. A continuación se presentan los conceptos básicos de la retrodispersión.

Análisis por Retrodispersión².

Consideraremos en esta parte del trabajo los conceptos básicos de la retrodispersión de iones y la aplicación de cada uno de ellos al analizar muestras sólidas, para posteriormente aplicarlos en la determinación de la topografía superficial de muestras y los efectos que ésta introduce respecto a los que se producen por una muestra cuya superficie es pulida.

Los tres conceptos básicos en el análisis por retrodispersión son: el Factor Cinemático, mediante el cual se hace el análisis de masas; la Sección de dispersión diferencial, que permite hacer un análisis cuantitativo y la pérdida de energía que permite calcular la profundidad de penetración de los iones.

¿Qué se considera aquí, alta energía?

Factor Cinemático de Retrodispersión.

Cuando un ion de masa m y energía E_0 sufre una colisión con un átomo blanco de masa M , se produce una transferencia de momento del proyectil al átomo blanco. De no producirse una reacción nuclear durante la colisión, las energías del proyectil dispersado y el ^{retroceso} recule de la partícula, se pueden calcular de las leyes de conservación.

El factor cinemático K , se define como la razón entre la energía del proyectil después y antes de la colisión: $K=(E_1/E_0)$, este factor depende del ángulo de dispersión θ en el sistema de laboratorio y las masas involucradas en el proceso de colisión, con lo cual K tiene la forma

$$K = \frac{E_1}{E_0} = \left\{ \frac{m \cos \theta + (M^2 - m^2 \sin^2 \theta)^{1/2}}{m+M} \right\}^2 \quad (1)$$

Cuando se mide E_1/E_0 , siendo conocidos m y θ , entonces (1) se puede resolver para M .

Sección de Dispersión Diferencial.

La Sección de dispersión σ , la cual no es más que la probabilidad de detección, en coordenadas de laboratorio se escribe como:

$$\frac{d\sigma}{d\Omega} = \frac{Z_1 Z_2 e^2}{2E \sin^2 \theta} \frac{(\cos \theta + \{1 - (\frac{m}{M} \sin \theta)^2\}^{1/2})^2}{\{1 - (\frac{m}{M} \sin \theta)^2\}^{1/2}} \quad (2)$$

con Z_1 y Z_2 , los números atómicos del proyectil y el blanco, E es la energía del proyectil antes de la dispersión y θ el ángulo de dispersión de laboratorio.

La sección de dispersión diferencial está directamente relacionada a la probabilidad de dispersión y entonces conecta la producción de retrodispersión al análisis cuantitativo.

La sección de dispersión diferencial promedio σ , tomada sobre un ángulo sólido finito Ω , subtendido por el detector, se define como:

$$\sigma = \frac{1}{\Omega} \int \left(\frac{d\sigma}{d\Omega} \right) d\Omega \quad (3)$$

Pérdida de Energía.

Cuando un ión penetra en un blanco, sufrirá pérdida de su energía a través de su trayectoria debido a los electrones de los átomos blanco, por ionización y excitación, perdiendo energía también por colisiones nucleares. Pero cuando se produce una colisión frontal cambia la dirección de su trayectoria hacia afuera i.e. es retrodispersado. En su camino de salida sigue perdiendo energía debido a los átomos hasta que el ión sale del blanco. Es la existencia de este fenómeno de pérdida de energía el que permite determinar la profundidad a la cual el proyectil penetró, mediante la medida de la pérdida de energía que ha sufrido.

La pérdida de energía del proyectil por unidad de longitud, depende de la energía de la partícula y también de las características del proyectil y el blanco. Esta información generalmente se obtiene experimentalmente.

La pérdida de energía normalmente se expresa como dE/dx en unidades de $eV/\text{\AA}$, $KeV/\text{\AA}$ ó $MeV/\mu m$. La profundidad se mide como masa por unidad de área ρdx , ó como número de átomos por unidad de área Ndx , con ρ y N densidad de masa y densidad atómica respectivamente, por lo cual la pérdida de energía a menudo se expresa como $dE/\rho dx$ ó dE/Ndx , al último término, usualmente se le llama sección de frenamiento ϵ y tiene las unidades de $eV\text{-cm}^2/\text{átomo}$, generalmente acortado a $eV\text{-cm}^2$.

Escala de Profundidad en el Análisis por Retrodispersión.

Consideraremos el análisis por retrodispersión de un blanco elemental bien pulido, de masa M y densidad atómica N . En la figura 1, se muestra esquemáticamente el espectro de energía y la notación.

La energía incidente del ion es E_0 y la partícula retrodispersada tiene una energía KE_0 cuando es retrodispersada de la superficie, cuando esto ocurre a una profundidad t , será detectada con una energía menor, debido a la pérdida de energía del proyectil en el blanco. Los ángulos de incidencia y dispersión son θ_1 , y θ_2 con respecto a la normal al blanco y el ángulo de dispersión es $\theta = 180^\circ - \theta_1 - \theta_2$. La energía del proyectil a la profundidad t exactamente antes de la dispersión es E y está relacionada a E_0 por.

$$E = E_0 - \int_0^{t/\cos\theta_1} \frac{dE}{dx} dx \quad (4)$$

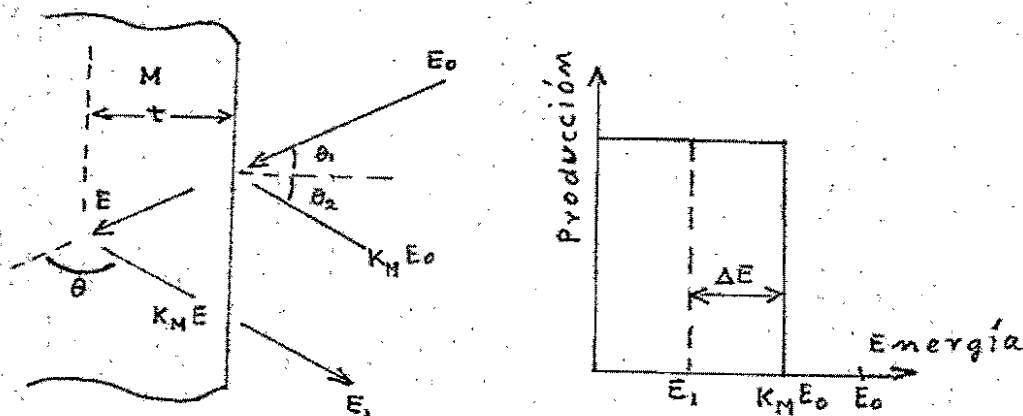


Fig. 1. Geometría, notación y espectro de energía esquemático, en el análisis por retrodispersión.

En (4) se muestra que la pérdida de energía dE/dx , depende de la energía del ión y entonces también depende de la trayectoria recorrida x .

Después de ser dispersada la partícula a una profundidad t , perderá energía en su trayectoria de salida, teniendo una energía E_1 , cuando sale del blanco

$$E_1 = KE - \int_0^{t/\cos\theta_2} \frac{dE}{dx} dx \quad (5)$$

La diferencia de energía ΔE , de cuando la partícula es

dispersada de la superficie y de cuando es dispersada a una profundidad t , se define del espectro de la fig. 1 como:

$$\Delta E = KE_0 - E_1 \quad (6)$$

Sustituyendo (4) en (5), la ecuación (6) queda de la forma

$$\Delta E = K \int_0^{t/\cos\theta_1} \frac{dE}{dx} dx + \int_0^{t/\cos\theta_2} \frac{dE}{dx} dx \quad (7)$$

El término izquierdo de (7), representa la pérdida de energía del ión incidente y el segundo término representa la pérdida de energía del ión en su camino de salida.

De (7) se puede calcular ΔE vs t , por lo cual midiendo ΔE , se puede medir directamente la profundidad.

En general, para pequeñas pérdidas de energía donde dE/dx no cambia mucho, hay una relación lineal entre la pérdida de energía y la profundidad que se puede expresar como:

$$\Delta E = \{S\} t \quad (8)$$

Al símbolo $\{S\}$, se le llama factor de pérdida de energía por retrodispersión y cambia lentamente como una función de E y t .

Aproximación Superficial.

Cuando una película es muy delgada, se puede suponer que dE/dx del proyectil no cambia en esta y se puede evaluar en E_0 en su camino de entrada y en KE_0 para el camino de salida, quedando (7) de la forma

$$\Delta E = \left(\frac{k}{\cos\theta_1} \frac{dE}{dx} \Big|_{E_0} + \frac{1}{\cos\theta_2} \frac{dE}{dx} \Big|_{KE_0} \right) t \quad (9)$$

En muchos de los experimentos de retrodispersión la incidencia es normal, con lo cual $\theta_1 = 0$ y $\theta_2 = \pi - \theta$ con lo que (9), en términos del factor de pérdida de energía $\{S\}$ queda

$$\{S\} = k \frac{dE}{dx} \Big|_{E_0} + \frac{1}{|\cos\theta|} \frac{dE}{dx} \Big|_{KE_0} \quad (10)$$

Un conjunto paralelo de ecuaciones para ϵ , en lugar de dE/dx se pueden obtener para un factor de la sección de frenamiento por retrodispersión en unidades de $eV\text{-cm}^2$.

$$\{\epsilon\} = K\epsilon(E_0) + \frac{1}{|\cos\theta|} \epsilon(KE_0) \quad (11)$$

Los errores que se introducen al usar la aproximación lineal se ilustran esquemáticamente en la figura 2.

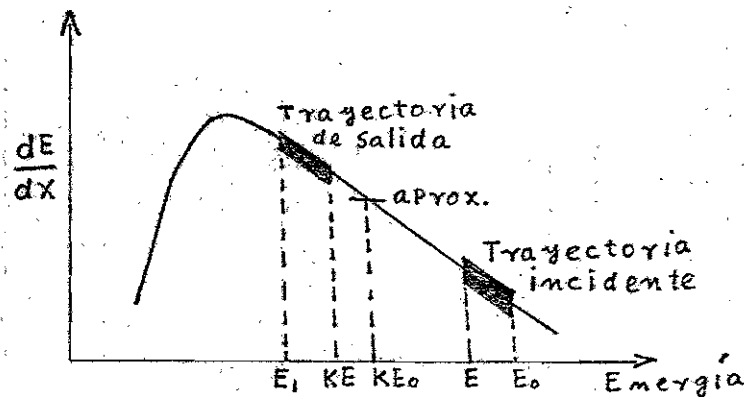


Fig. 2. Diagrama esquemático de dE/dx vs E y las regiones que se usan en el análisis por retrodispersión.

La figura 2 muestra la forma de una curva típica de dE/dx ó s vs. E . E_0 es la energía del ion incidente, cuando el ion penetra en el blanco la energía decrece a E . La aproximación superficial de las ecuaciones 9-11, supone que dE/dx se puede evaluar en E_0 y en KE_0 . Se puede ver que cuando el blanco es muy delgado $E \approx E_0$ y la aproximación es muy adecuada.

Aproximación Lineal.

Si se toman las trayectorias de entrada y salida como linealmente dependientes de la energía (las dos barras en la fig. 2), se tiene una aproximación lineal, con lo cual (7) se simplifica quedando:

$$\Delta B = \frac{kt}{\cos \theta_1} \left. \frac{dE}{dx} \right|_{E_{ent}} + \frac{t}{\cos \theta_2} \left. \right|_{E_{sal}}$$

donde los subíndices \bar{E}_{ent} y \bar{E}_{sal} significan que dE/dx se evalúa para una energía promedio entrante y saliente, respectivamente.

La barra sobre E indica que se ha usado la aproximación lineal, esto es:

$$\begin{aligned}\bar{E}_{ent} &= \frac{1}{2}(E_0 + E) \\ \bar{E}_{sal} &= \frac{1}{2}(E_1 + KE)\end{aligned}\quad (12)$$

El valor de E en (12) es desconocido, pero se puede obtener por iteración, la cual comienza en la aproximación superficial:

$$\bar{E}_{ent} \sim E_0 - \Delta E/4 \quad \text{y} \quad \bar{E}_{sal} \sim E_1 + \Delta E/4 \quad (12a)$$

Esta aproximación generalmente es válida para $\theta_1 \sim \theta_2$ y $K \sim 1$. Aún para casos que se desvían de estas condiciones, la aproximación lineal usada en (12a) es mucho mejor que la aproximación superficial.

Altura de un Espectro de Energía.

Por el hecho de que la forma y la altura de un espectro de energía de retrodispersión proporciona información cualitativa y cuantitativa consideraremos los siguientes casos:

Aproximación Superficial para la Altura de un Espectro.

Al retrodispersar iones de un blanco grueso, enfocaremos nuestra atención sobre la región cerca de la superficie del blanco. En la figura 3 se presenta un diagrama esquemático para la geometría de dispersión, la notación y el espectro de energía. La notación se definió en la figura 1, faltando por definir δE_1 , δx y H .

δE_1 , es la energía por ancho de canal del sistema de detección y δx es el espesor de una capa, que está relacionada a δE_1 por (9) y (10)

$$\delta E_1 = KE_0 - E_1 \quad (13)$$

$$\delta E_1 = \{S\} \delta x = \{e\} N \delta x$$

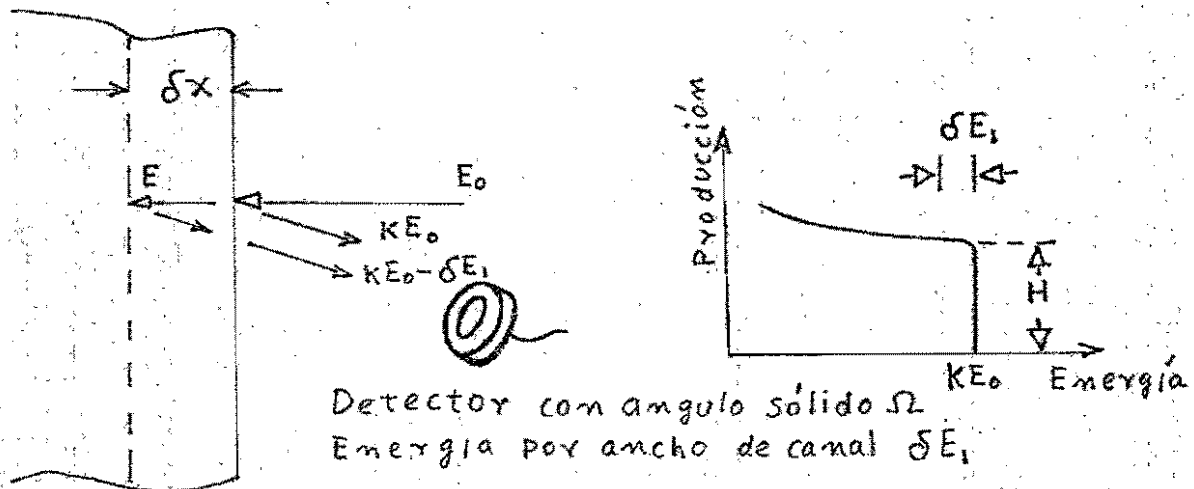


Fig.3. Altura del espectro en la parte que corresponde a la superficie.

La altura del espectro (H), es el número de cuentas por canal y depende del número total de proyectiles (Q), incidentes en el blanco, el ángulo sólido de detección Ω , de la sección de dispersión diferencial promedio (3) evaluada en E_0 y del número total de átomos blanco por unidad de área $N\delta x$; lo cual da la diferencia en energía correspondiente a la energía por ancho del canal δE detectada, con lo que H se expresa como:

$$H = Q\sigma\Omega N\delta x \quad (14)$$

Producción de Retrodispersión de un Blanco Grueso.

La forma y altura del espectro de retrodispersión cuando ésta se efectúa a una cierta profundidad, se complica un poco más que cuando es en la superficie. En la figura 4 se indica la notación y el espectro de energía en forma esquemática de una forma similar al caso de aproximación superficial, tenemos:

$$H(E_1) = Q\sigma(E)\Omega N \cdot \frac{\delta(KE)}{\{S(E)\}} \quad 6 \quad (15)$$

$$H(E_1) = Q\sigma(E)\Omega \cdot \frac{\delta(KE)}{\{\varepsilon(E)\}}$$

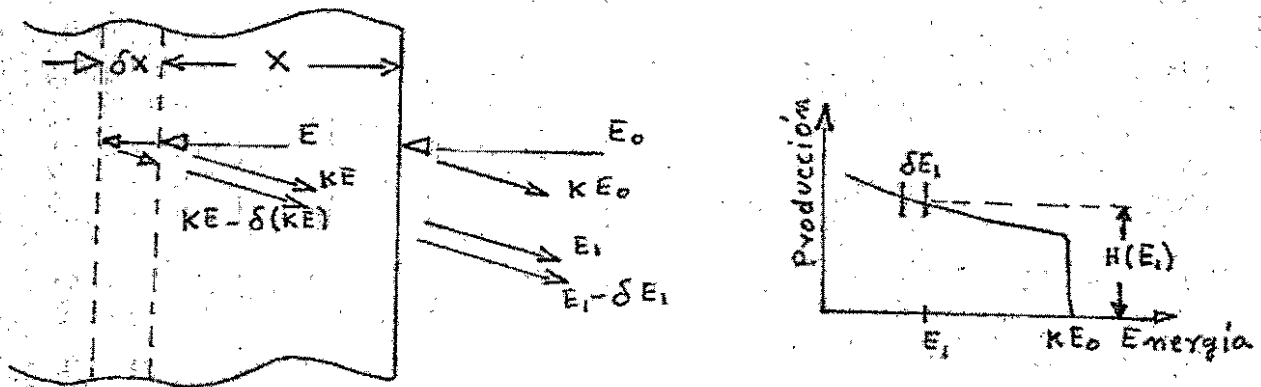


Fig. 4. Producción por retrodispersión de un blanco grueso.

Producción de Retrodispersión de un Blanco Delgado.

Una película se considera que es delgada cuando $E_0 \gg \Delta E$ y la pérdida de energía no cambia significativamente cuando la energía cambia de E_0 a E y de KE a E_1 . En la figura 5 se presenta el espectro de energía de una película delgada.

La aproximación superficial se puede usar para el caso de una película delgada donde:

$$\Delta E = \{S\}t = |e|Nt \quad \text{y} \quad H = Q\sigma\Omega\delta E_1 / \{e\} \quad (16)$$

El área A del espectro de energía se puede calcular mediante la suma de las cuentas de cada canal, para todos los canales que comprenden el espectro; para un espectro de forma rectangular, tenemos:

$$A = H \left(\frac{E}{\Delta E_0} \right) \quad \text{con lo que} \quad A = Q\sigma\Omega Nt \quad (17)$$

(17) indica que el área del espectro es directamente proporcional al grosor de la película, lo cual también es cierto para películas extremadamente delgadas, para las cuales el espectro de energía es una gaussiana.

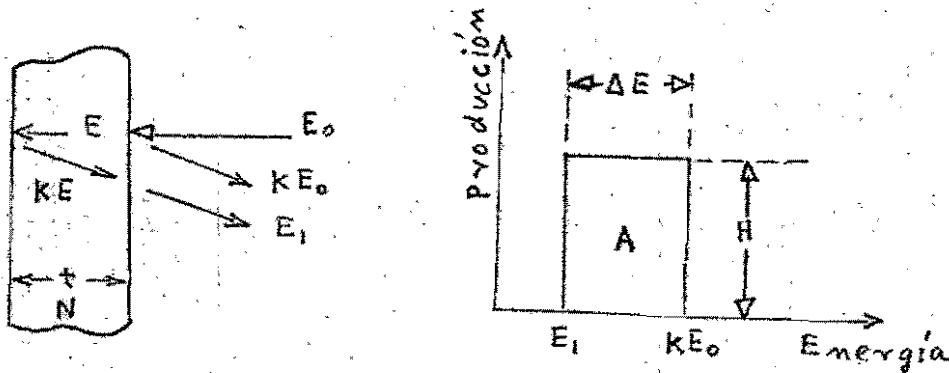


Fig.5. Análisis por retrodispersión de una película delgada.

DISPOSITIVOS Y CONDICIONES EXPERIMENTALES

En este capítulo se trata lo correspondiente a equipo y condiciones experimentales en forma general.

Los elementos básicos para la realización de los experimentos, fueron:

Un acelerador de iones, un selector magnético para resolver la energía del haz, una cámara de blancos que permita montar la muestra y el detector en varias disposiciones geométricas, tanto para el ángulo de incidencia como el de dispersión, una rejilla supresora de emisión secundaria, un detector de barrera superficial con fuente de voltaje para su polarización, un sistema de vacío; la electrónica incluye un preamplificador con su fuente de alimentación, un amplificador, un analizador multicanal de altura de pulsos, un [?]ratemeter y dos escaladores, uno asociado con el multicanal y el otro a un integrador de corriente.

La figura 1 muestra esquemáticamente el montaje experimental.

Entre las condiciones experimentales, un hecho importante es poder trabajar con un buen vacío (10^{-7} torr), para evitar que gases residuales, como aire y diversos contaminantes, ocasionen pérdidas de energía y desviación de las trayectorias de los iones antes de que estos alcancen el blanco, lo cual finalmente conduce a error en las mediciones.

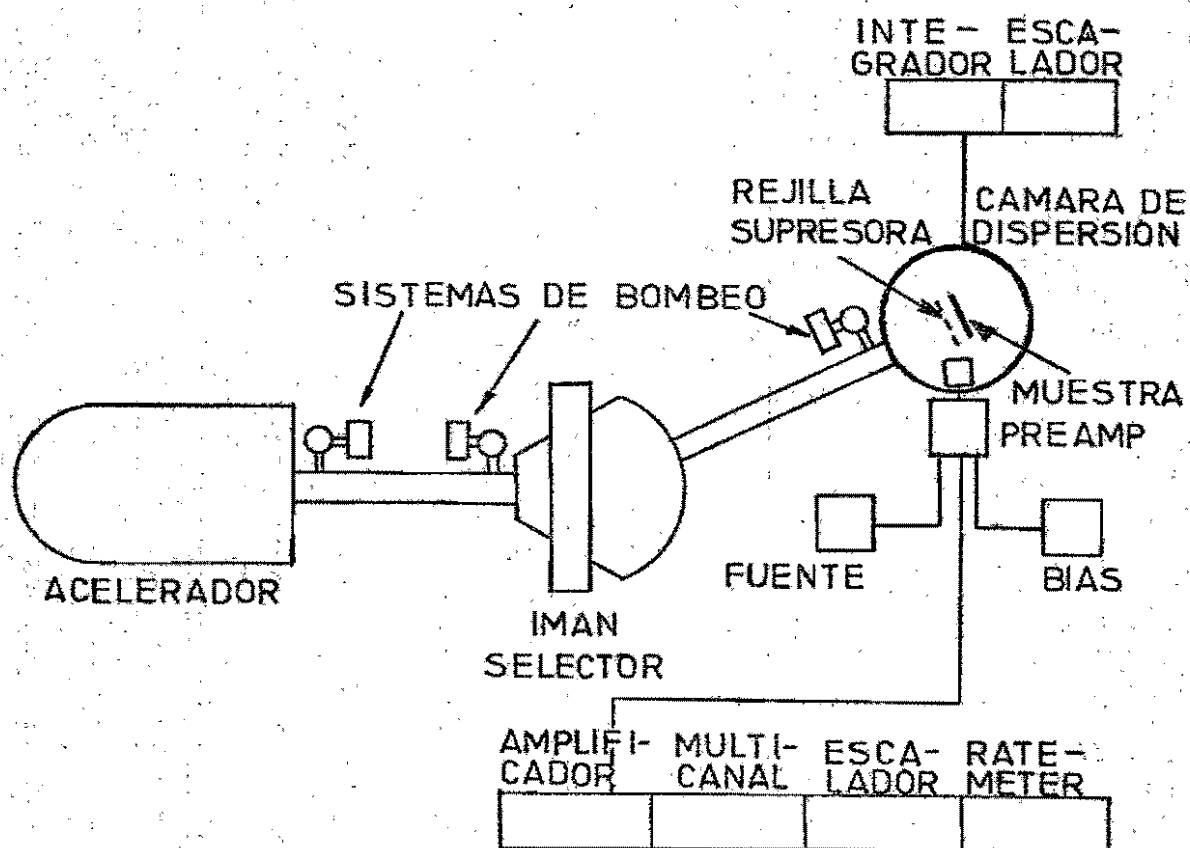


Fig. 1 Montaje experimental

Los experimentos se realizaron en tres laboratorios con cuatro aceleradores diferentes: un Cockcroft-Walton de 500 keV, en Harwell, un Dynagen de 300 KeV y un Van de Graaff de 3 MeV en la Universidad de Sussex ambos lugares en Inglaterra y un Van de Graaff de 700 KeV en el Instituto de Física de la UNAM. Por consiguiente, el equipo, las condiciones y elementos de trabajo fueron diferentes, ya que no solamente hubo

cambios en los aceleradores sino consecuentemente también en la electrónica asociada, detector, cámara de experimentación sistemas de vacío y pango de operación del mismo.

La colimación del haz cambió no sólo en el tamaño del diámetro de la apertura, sino también en el número de rejillas colimadoras, lo cual se hizo de acuerdo a la muestra por analizar, con el fin de lograr una buena estadística. Por lo anterior, experimentos realizados en un laboratorio se repitieron en otro con objeto de verificar la reproducibilidad, lo cual así ocurrió.

De los iones que permiten estudiar la estructura y composición de la materia, se consideró la conveniencia de hacerlo con protones, porque se obtiene información tanto de la estructura superficial como de las subsiguientes capas y elementos químicos que la constituyen. Por el hecho de ser conocida la razón de pérdida de energía y de ser fácil calcular la energía de dispersión, se puede conocer el alcance en profundidad de protones. De la sección de dispersión de Rutherford se puede saber el espesor de las capas dispersoras y por ser función del número atómico, es posible identificar cada pico del espectro con el correspondiente elemento presente en la muestra, al igual que la contaminación superficial, lo cual nos proporciona un análisis tanto cualitativo como cuantitativo en forma detallada.

Otra forma de análisis es mediante el uso de electrones de baja energía, los que tienen la ventaja de tener gran pene-

EXPERIMENTOS

Muestras rugosas regulares.

A-I Rejillas de difracción óptica.

Con el fin de determinar los efectos que producen muestras no preparadas en la dispersión de iones en comparación con muestras pulidas, se juzgó conveniente trabajar primeramente con especímenes cuya superficie esté formada por una rugosidad regular (periódica), en este caso, una superficie constituida por una serie de canales paralelos.

Se consideran dos formas diferentes de muestra. Para la primera, se emplearon rejillas de difracción óptica con 15 000 surcos por pulgada (dato del fabricante), cálculos posteriores para los cuales se usó un laser y por fenómeno de difracción se encontró que la distancia entre pico y pico de los surcos es de $17\ 800\ \text{Å}$, lo cual da 14 269 surcos por pulgada.?

¿Para rejilla de eso?

Tanto las rejillas como la muestra pulida, son de vidrio, el cual es un material inadecuado para examinarse mediante microscopio óptico o electrónico, por ser aislante no se puede bombardear, además por estar formado de elementos ligeros, el espectro de retrodispersión no sería idóneo para estudiar su perfil (por dar numerosos picos), por lo cual se decidió recubrir el vidrio con una capa de metal pesado, esto es, con un metal más pesado que cualquiera de los elementos que constituyen el vidrio, esto hará la superficie eléctricamente conducto

rá, dará una buena producción de retrodispersión y será observable.

El recubrimiento se hizo con Au por ser un metal noble y buen conductor eléctrico, aunque puede no ser el más conveniente, particularmente para capas delgadas, porque es sabido que se deposita en cúmulos (nucleación); sin embargo, esto no ocurrió con nuestras muestras. *¿Por qué?*

Con estas rejillas se prepararon dos tipos de muestras, recubriendo la primera con una película delgada de Au de aproximadamente 220 \AA de espesor, como la rugosidad superficial puede ensanchar el pico de Au, debe compararse con la misma capa depositada sobre un vidrio pulido ópticamente, por lo cual ambas muestras se prepararon al mismo tiempo.

¿Cómo se midieron estas espesores?

La segunda muestra se preparó con una película gruesa de Au, aproximadamente 2600 \AA de espesor, esto es, mucho más grande que la resolución de energía experimental, y producirá un espectro de dispersión cuya parte alta es plana y la forma de la orilla de mayor energía se puede estudiar en la rejilla y en el vidrio pulido.

La forma de los canales se conoció mediante la microscopía, lo cual permite la mejor selección para el ángulo del detector.

También se compara la dispersión en la rejilla recubierta, girándola en varias posiciones respecto a la dirección de

los canales.

Para fines de colimación, se usó un sistema de haz fino, consistente de tres rejillas, comprendidas en 20 centímetros de longitud. Las dos primeras rejillas con una apertura de 0.35 mm de diámetro con una separación de 15 cm y a 5 cm la tercera con una apertura de 0.5 mm de diámetro para eliminar el halo que se produce en la periferia de las dos primeras rejillas, las cuales evitan el ensanchamiento del haz. Para muestras de este tipo, se pretende observar el efecto de la rugosidad y no un efecto promedio como ocurre cuando se colima el haz con una rejilla de 1 mm o más de diámetro.

Para observar el efecto que provoca la superficie de la muestra tanto en la dispersión de los iones como en la pérdida de energía que estos sufren al entrar y al salir de ésta, en los experimentos se consideraron diferentes geometrías.

En la primera geometría que se examina (I), la muestra se encuentra normal al haz ($\alpha=90^\circ$) con un ángulo de dispersión de $\theta=150^\circ$ (ángulo conveniente para la separación de masas).

Los resultados obtenidos, muestran que no hay diferencia en la forma del perfil de una muestra pulida y el de una rugosa, sin embargo los espectros no son iguales, ya que para la muestra rugosa, el pico de Au es más ancho y en el substrato, el alcance (KE_1) y la producción son menores con respecto a la muestra pulida.

La diferencia en el espesor de los picos se debe a las diferentes longitudes que los iones recorren en la película de Au, ya que en la muestra rugosa, por estar la película depositada en los dos lados de los surcos de la rejilla, lados que por la geometría del experimento no quedan normales a la incidencia del experimento, los iones que penetran lo hacen en forma diagonal, recorriendo una longitud mayor que en el caso de la muestra pulida, en donde la incidencia es normal a la película de Au.

Una estimación hecha, da 44 \AA más de espesor en promedio para la muestra rugosa, es decir un 20% más gruesa que el espesor de la película de la muestra pulida.

Como consecuencia de lo anterior, los iones incidentes en la muestra rugosa al atravesar la película de Au perderán más energía que los que inciden en la muestra pulida y al alcanzar el substrato lo hacen con menor energía por lo cual hay diferencias en el alcance (KE_1) de los substratos.

Las diferencias que se tienen en los substratos se deben a la presencia de contaminantes.

Se observa también al comparar los dos espectros (fig. a.1), que la producción en el substrato para la muestra rugosa es menor que para el de la pulida.

De las causas que dan lugar a una menor producción por el

substrato de la muestra rugosa, se tiene aquella que considera la pérdida de energía de los iones por poder de frenamiento, lo que se muestra a partir de la expresión que permite calcular la altura (H) de un espectro

$$H = Q\Omega\sigma N \frac{E_1}{\bar{\epsilon}} \dots\dots\dots (A)$$

En la cual Q es la carga, Ω es el ángulo sólido; σ , la sección; N el número de partículas en el Blanco; E, es KeV/canal y $\bar{\epsilon}$ es la sección transversal de frenamiento, que es el único parámetro variable, del cual va a depender la altura del espectro y que a su vez se expresa como:

$$\bar{\epsilon} = \frac{K\epsilon_i}{\cos \theta_1} + \frac{1}{\cos \theta_2} \epsilon_0$$

con K - constante cinemática.

- ϵ_i - el poder de frenamiento del material al entrar el ion.
- ϵ_0 - el poder de frenamiento del material al salir el ion.
- θ_1 - ángulo de entrada respecto a la normal.
- θ_2 - ángulo de salida respecto a la normal.

Como se ha visto en la muestra rugosa, los iones recorren una longitud mayor en la película de Au que en el caso de la pulida, a consecuencia de lo cual sufren la pérdida de más energía, debido a l poder de frenamiento, esto es:

$$(\epsilon_i + \epsilon_0)_{\text{rugosa}} > (\epsilon_i + \epsilon_0)_{\text{pulida}}.$$

Sabemos que $\Delta E = \bar{\epsilon} t (2)^2$

Siendo ΔE , pérdida de energía y t espesor, en este caso de la película de Au.

De la expresión anterior $\bar{\epsilon} = \frac{\Delta E}{t} (2)$,

como hemos visto, ΔE es mayor para la muestra rugosa, para la misma t de la muestra pulida y rugosa, con lo cual $\bar{\epsilon}$ es mayor para la muestra rugosa, por lo que al sustituir en la expresión (A), cuando $\bar{\epsilon}$ crece, H disminuye.

Se tiene además en la muestra rugosa, el efecto de sombra de los picos de los surcos, los cuales impiden a un cierto número de iones retrodispersados a superficie ser detectados, lo cual se traduce en una menor producción.

Con el fin de observar si la dirección de los surcos producía modificaciones en el resultado, se procedió a girar la muestra un ángulo γ , colocándola en cinco posiciones diferentes respecto a la dirección de los surcos, encontrándose que los resultados eran iguales entre sí para cualquiera de las posiciones de giro en que se colocara la muestra.

Los resultados anteriores se muestran en la siguiente gráfica a.1.

Los parámetros considerados en este trabajo, se variaron para tener bajo diferentes condiciones experimentales cada uno de los especímenes por estudiar; uno de estos parámetros fue la

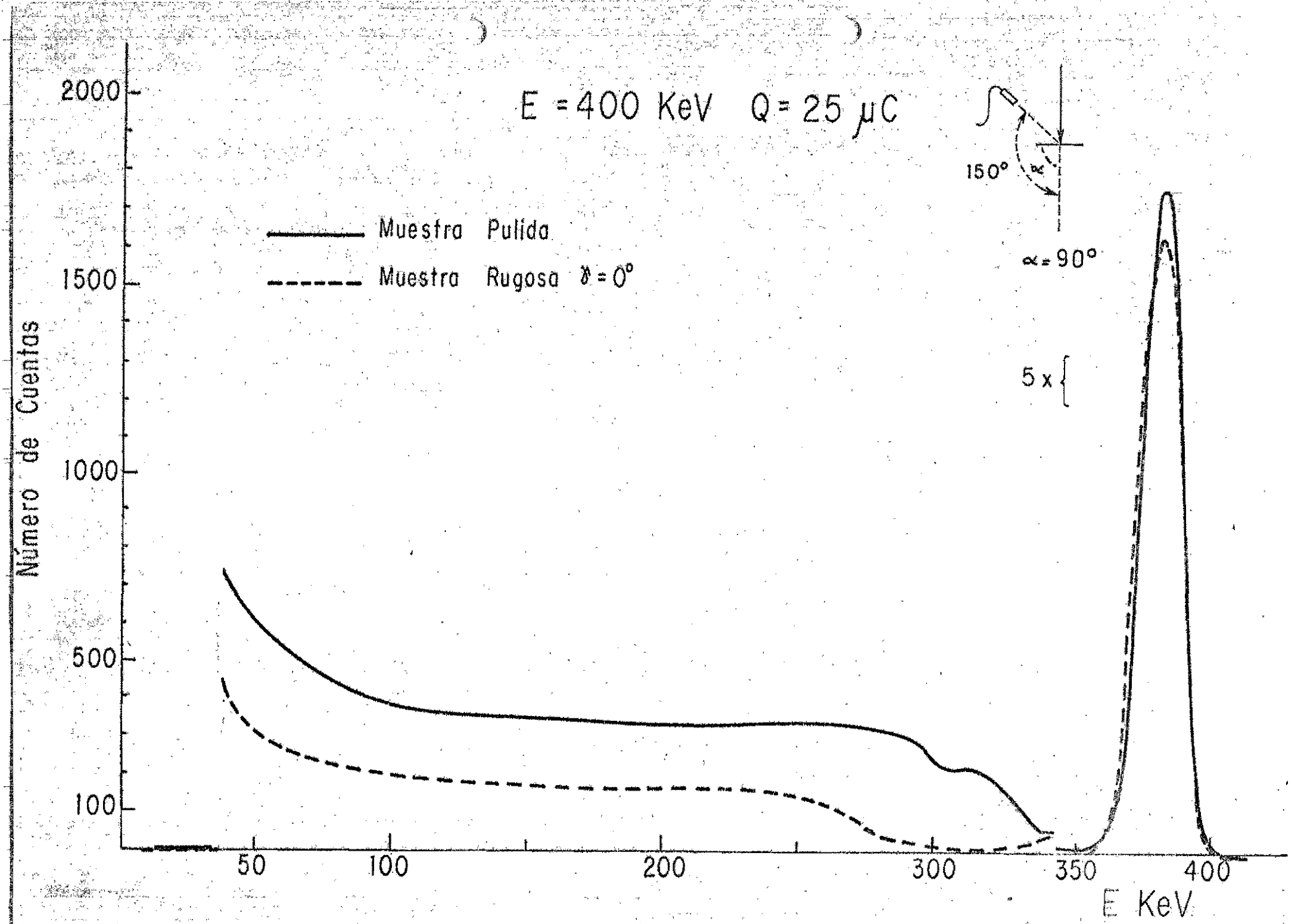


Fig.a.1. Espectros de energía de protones dispersados en muestras pulida y rugosa, recubiertas con una película delgada de Au.

energía.

Para el siguiente experimento se consideraron las mismas condiciones anteriores, con excepción de la energía, ya que para fines de comparación, ésta se aumentó de 400 keV a 650 keV.

Los resultados muestran nuevamente que no hay diferencias entre los perfiles de una muestra pulida y el de una rugosa, y que al girar ésta respecto a la posición de los surcos ($\gamma=0^\circ$, 45° , 90° , 135° y 180°), tampoco se afectaba el resultado.

Al comparar estos resultados con los de menor energía se advierte que los perfiles de los espectros son los mismos y que los cambios que se observan se deben al alcance Fig. a.2.

Bajo las mismas condiciones geométricas iniciales y una $E_p=400$ KeV, las muestras anteriores se substituyeron por las que tienen depositada una película de Au de 2 600 Å de espesor.

Una vez más se encontró que no existen diferencias entre los espectros de las muestras pulida y rugosa y que el giro de esta última no modifica los resultados.

Lo anterior se muestra en la Fig. a.3.

Debido a problemas de orden técnico, la geometría II, no se pudo montar para este tipo de especímenes. La geometría II considera la muestra a 45° respecto del haz y el detector al igual que en la geometría I se colocó a 150° respecto a la línea de dispersión.

$E = 650 \text{ KeV}$ $Q = 30 \mu\text{C}$.



Número de Cuencas

— Muestra Pulida
-x-x-x Muestra Rugosa $\gamma = 90^\circ$

$\alpha = 90^\circ$

2 x {

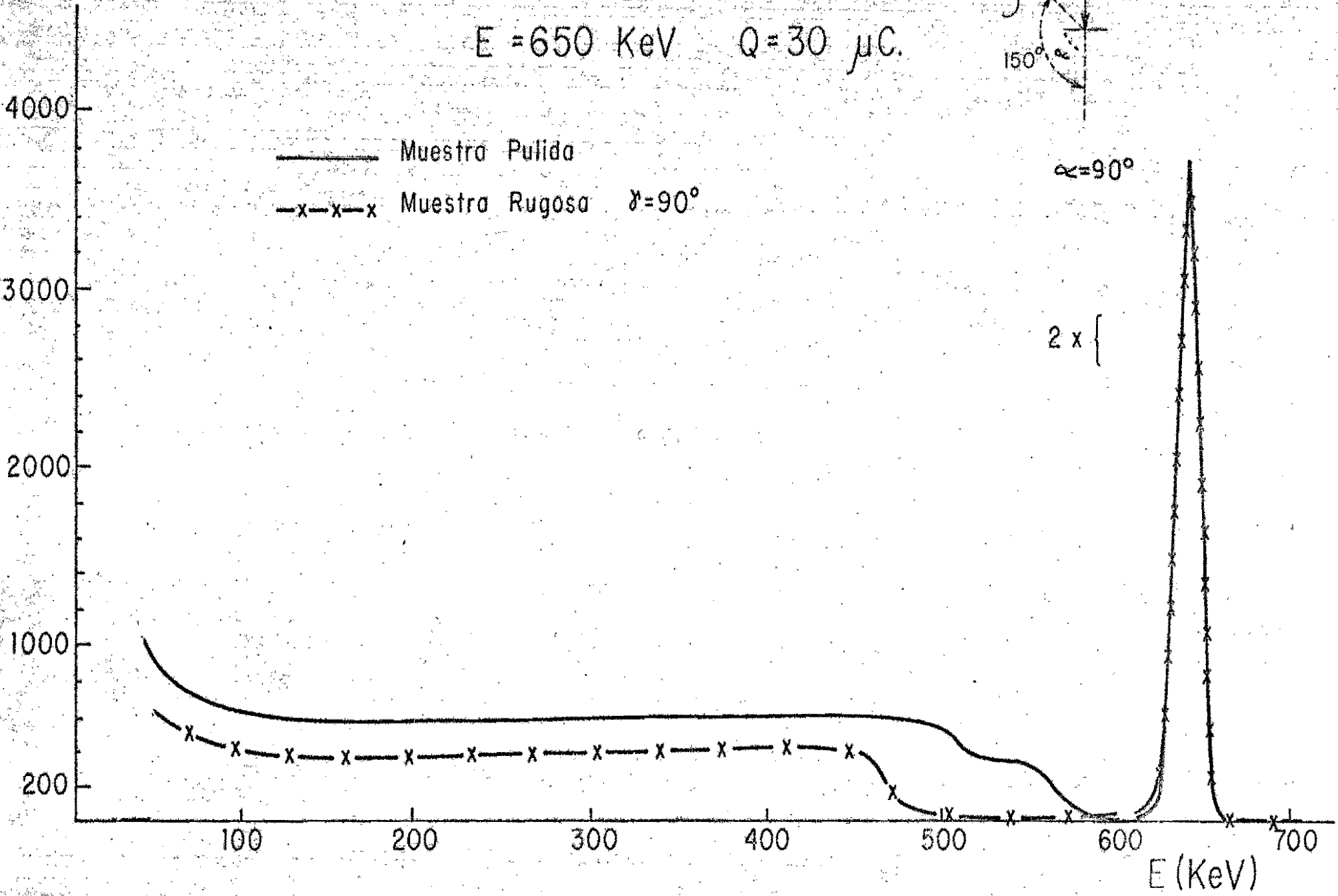


Fig.a.2. Espectros de energía de protones dispersados en muestras pulida y rugosa, recubiertas con una película delgada de Au, con iones incidentes de 650 keV.

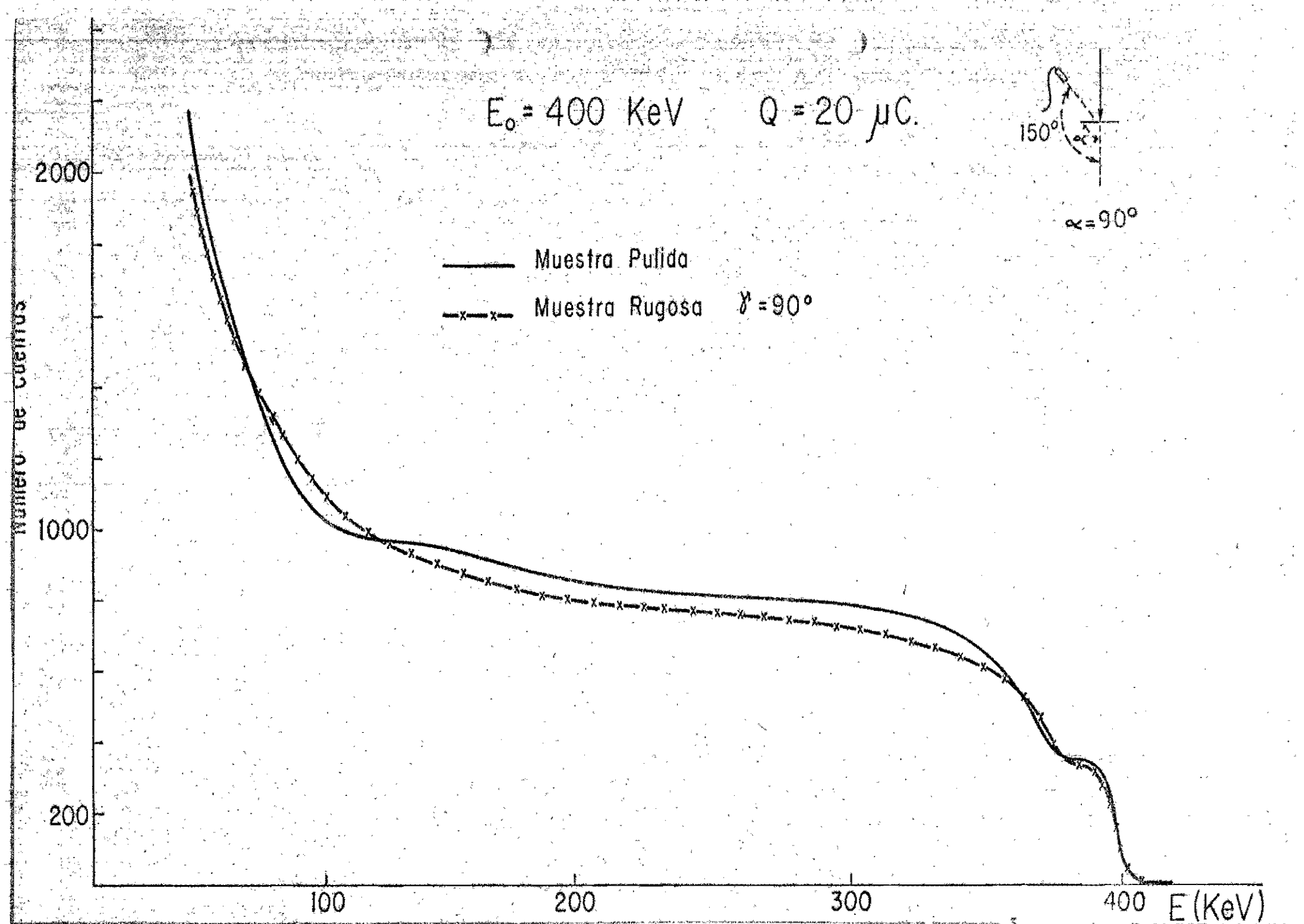


Fig.a.3. Espectros de energía de protones dispersados en muestras pulida y rugosa, recubiertas con una película gruesa de Au.

Por el motivo anterior pasaremos a la siguiente geometría, (III) la cual considera la muestra a 135° respecto del haz y el detector a 150° , la cual permite observar más iones provenientes de la superficie, ya que aquellos retrodispersados a profundidad serán más difícilmente detectados.

Con esta geometría, los experimentos se inician una vez más con la rejilla, que tiene depositada la película delgada de Au y los iones con una energía de 400 keV.

La muestra pulida, presenta el pico de Au con forma próxima a una gaussiana y separado del substrato. La muestra rugosa presenta una menor producción y un menor alcance para el caso del substrato en cada una de sus posiciones de giro, debido a las consideraciones hechas para la geometría I.

Se observa similitud entre los perfiles de los espectros de la muestra pulida y rugosa, cuando ésta última está en las posiciones $\gamma=0^\circ$ y 180° (surcos en el plano de dispersión), ya que no hay efecto de sombra de los picos de los surcos; para las tres posiciones restantes (surcos transversales al plano de dispersión); se observa que el pico de Au es sesgado en el lado de menor E, especialmente cuando $\gamma=90^\circ$ y que no hay separación entre pico y substrato. Fig. c.1

Al aumentar la energía de los iones a 650 KeV, se encuentra que los espectros obtenidos presentan similitud con los obtenidos a 400 KeV, siendo nuevamente la característica, de que el pico de Au es sesgado, cuando $\gamma=0^\circ$, 45° y 90° y como

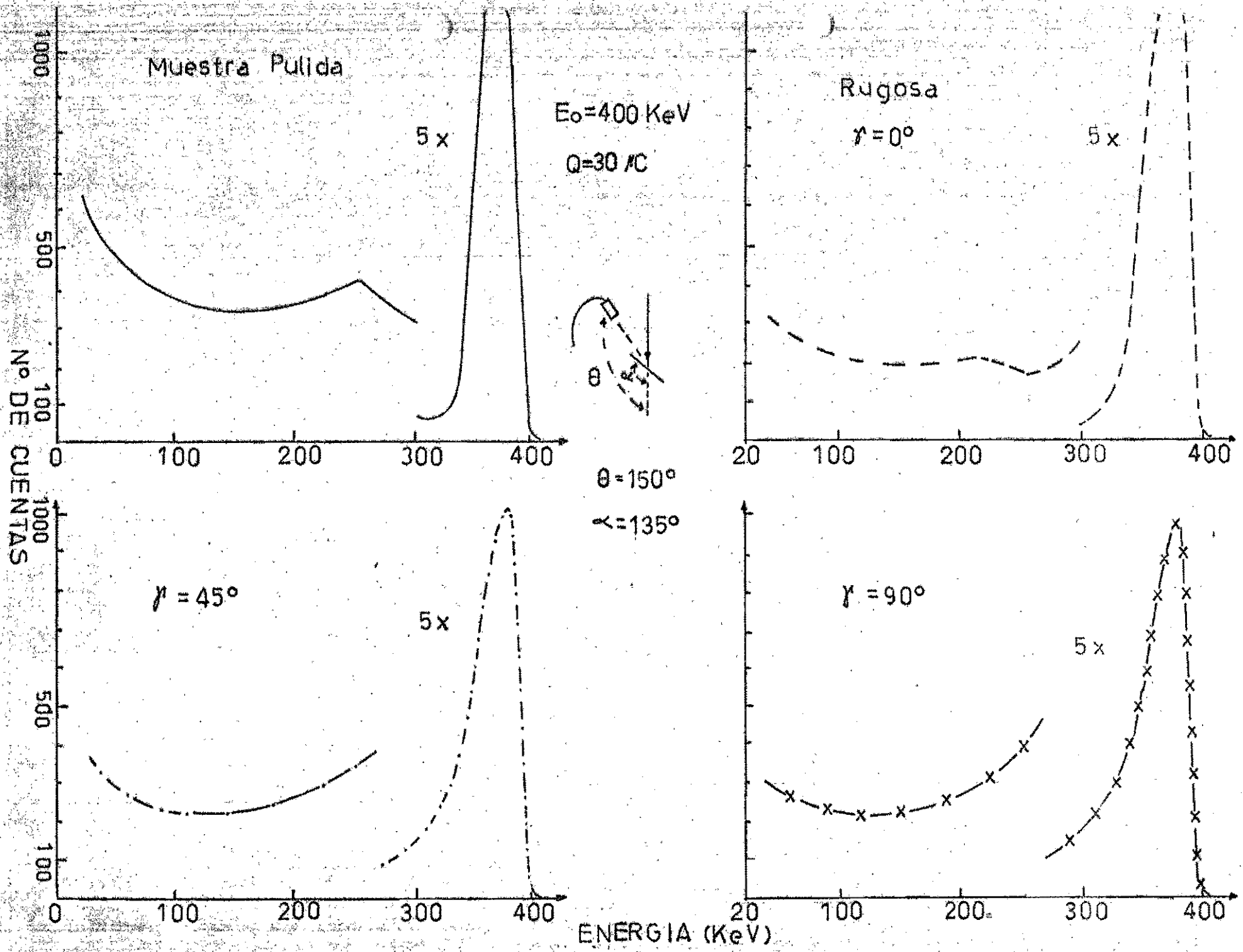


Fig.C.1. Espectros de energía de protones dispersados en muestras pulida y rugosa recubiertas con una película delgada de Au, para varias posiciones de giro de esta última.

Rejillo Au = 200 Å

$E_0 = 650$ KeV

$\theta = 150^\circ$
 $\alpha = 135^\circ$
 $\gamma = 0, 90^\circ$

—x—x— Muestra Rugosa $\gamma = 90^\circ$
———— Muestra Pulida Vidrio
----- Muestra Rugosa $\gamma = 0^\circ$

Numero de Cuentas

400

200

30

100

200

300

400

500

2.5x

E (KeV)

g.C.2. Espectros de energía de protones dispersados en muestras pulida y rugosa recubiertas con una película delgada de Au, para varias posiciones de giro de esta última, con iones incidentes de 650 KeV

consecuencia de la mayor energía se observa una separación entre el pico de Au y el substrato para todas las posiciones de giro anteriores, lo cual no se presentó a 400 keV. Fig.c.2

¿ Era de esperarse? ↗

Para la misma geometría III., se substituyeron los especímenes anteriores por los que tienen la película gruesa de Au.

Los resultados indican que no existen diferencias entre los perfiles de los especímenes pulido y rugoso y que al girar éste tampoco se producen variaciones en su forma y alcance. Fig. c.3. y c.4.

Con la geometría III se obtuvieron resultados en los cuales se observan variaciones en la forma del Pico de Au correspondiente a la muestra rugosa, el cual de una forma inicial, próxima a una gaussiana ($\gamma=0^\circ$), pasó a ser un pico sesgado ($\gamma=90^\circ$), para volver nuevamente a una forma gaussiana (cuando ($\gamma=180^\circ$)). Estos resultados se obtuvieron para el caso de las muestras con la película delgada y con las energías de 400 KeV y 650 KeV.

Para las muestras gruesas no se observaron cambios entre los espectros de la muestra pulida y la rugosa, con iones de 400 KeV, correspondiendo el espectro al de muestra gruesa, al igual que no se produjeron cambios con el giro de la muestra rugosa.

Se presentan a continuación los resultados obtenidos con la geometría IV, la cual considera 150° para el ángulo de incidencia y 45° para el de dispersión.

¿ qué llamas al pico sesgado? ↗

$E = 400 \text{ KeV}$ $Q = 40 \mu\text{C}$

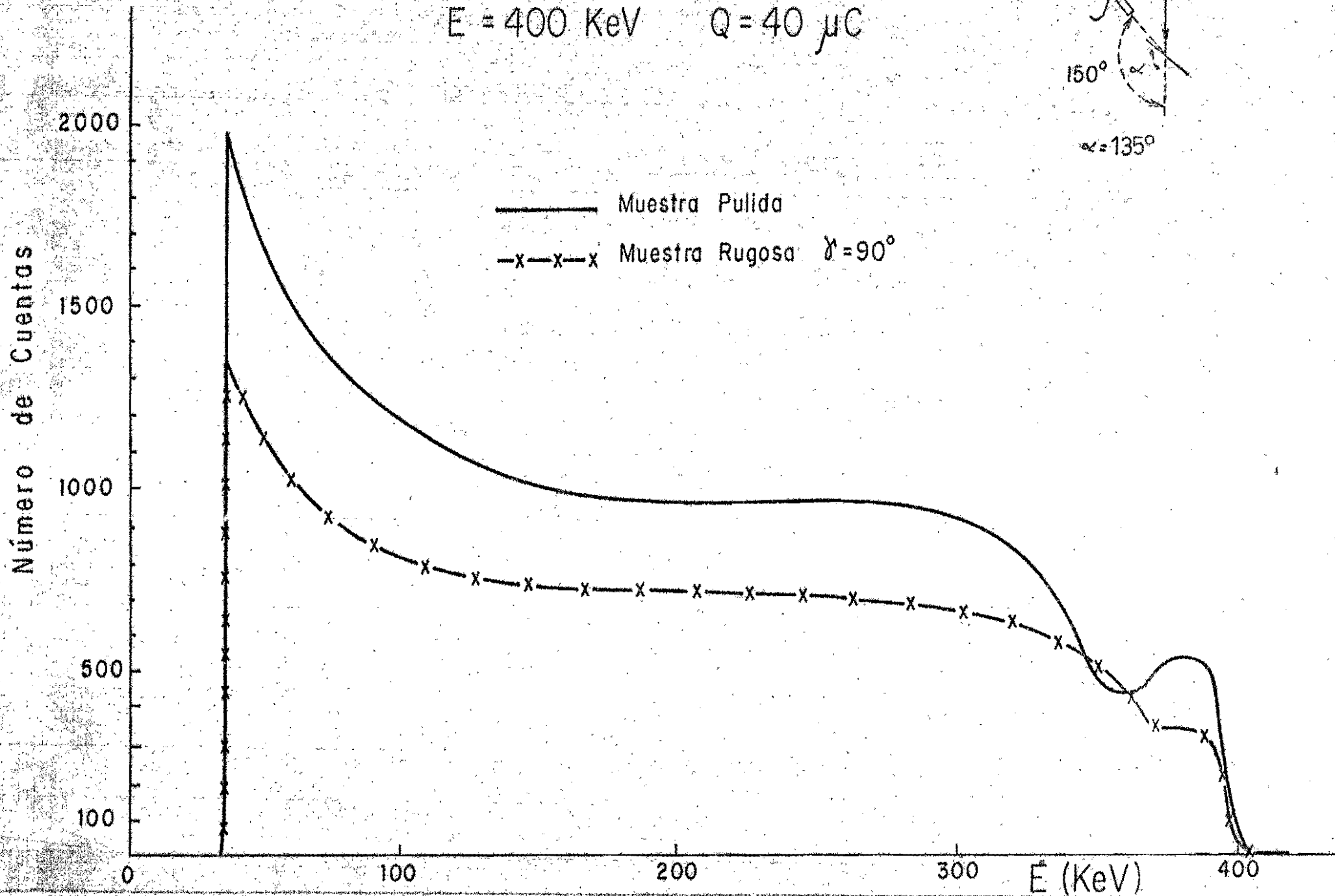
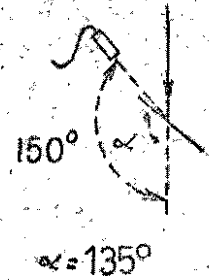


Fig. C.3. Espectros de energía de protones dispersados en muestras pulida y rugosa, recubiertas con una película gruesa de Au, para varias posiciones de giro de esta última.

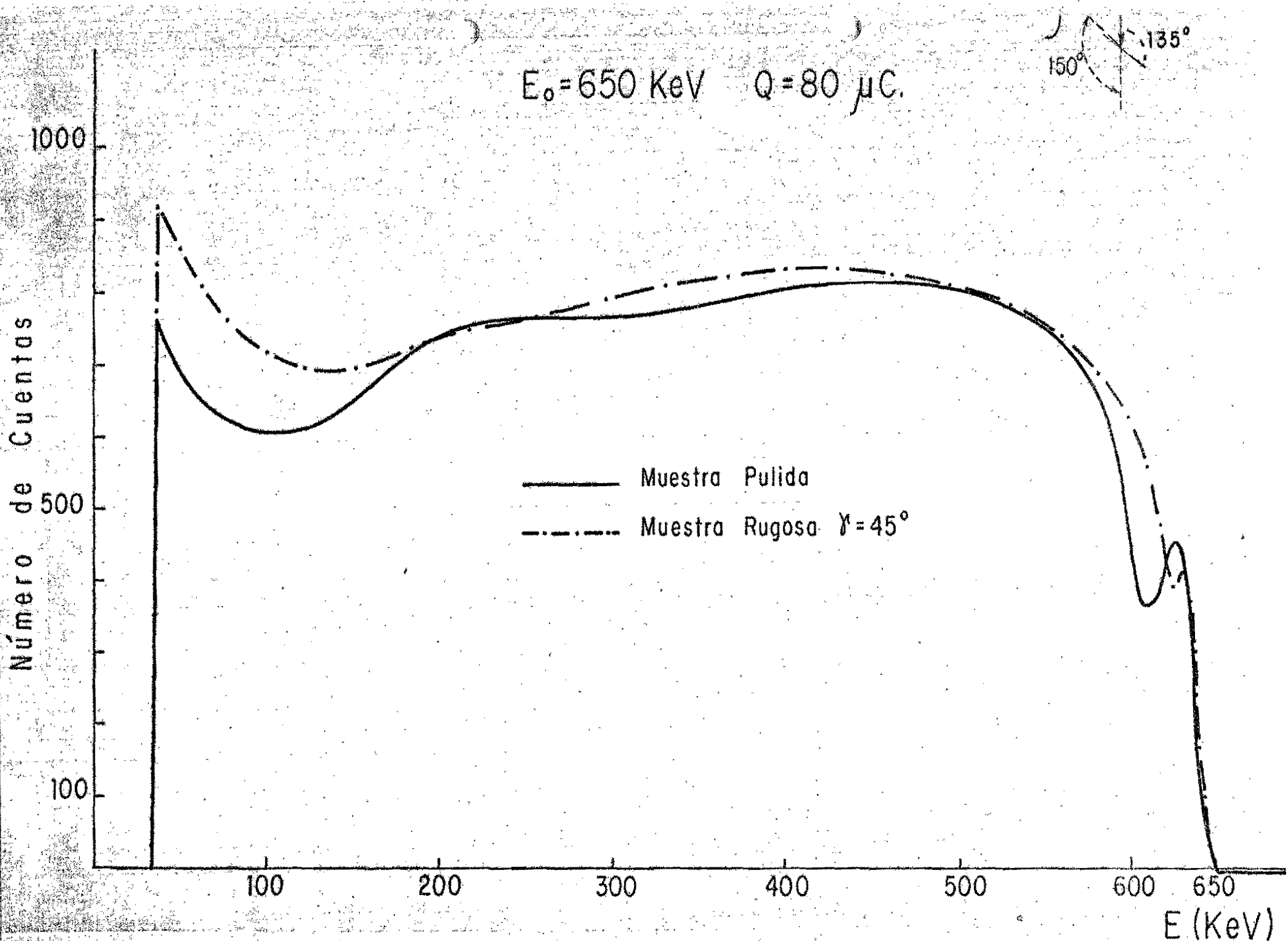


Fig.C.4. Espectros de energía de protones dispersados en muestras pulida y rugosa, recubiertas con una película de Au, para varias posiciones de giro de la última, mediante iones incidentes de 650 KeV.

La geometría propuesta inicialmente, era de 30° tanto para el ángulo de incidencia como para el de dispersión; pero se modificó tomando en cuenta la gran cantidad de iones que eran detectados, especialmente cuando se trataba de muestras pulidas, con lo cual el tiempo muerto era de un 30% a un 50%, aún con una corriente mínima del haz (3 nano-ampers), además de lo anterior se tomó en cuenta el daño que se le producía al detector. Una vez realizado el cambio, el tiempo muerto se redujo a un 5% ó un 10%. Posteriores mediciones mostraron que tanto los valores del ángulo de incidencia como el de reflexión no son críticos, ya que estos se variaron en $\pm 5^\circ$ cada uno, encontrándose que el perfil del espectro obtenido era casi el mismo y las variaciones eran únicamente en el número de cuentas, las cuales aumentaban a medida que los valores de los ángulos se aproximaban a 30° . *¿Era de espesor! ¿Por qué?*

Se presentan los resultados obtenidos con las muestras pulida y rugosa, cuando los surcos estaban en posición horizontal ($\gamma=0^\circ$) y vertical ($\gamma=90^\circ$)

Para las muestras con la película de Au delgada y con 400 KeV para los iones incidentes se obtuvieron los resultados que se presentan en la siguiente figura d.1.

El incremento en la energía de los protones a 650 KeV, produjo resultados similares a los anteriores, observándose ahora para $\gamma=90^\circ$, en el substrato de la muestra, tres promi-nencias en forma de domo, distribuidas simétricamente respecto

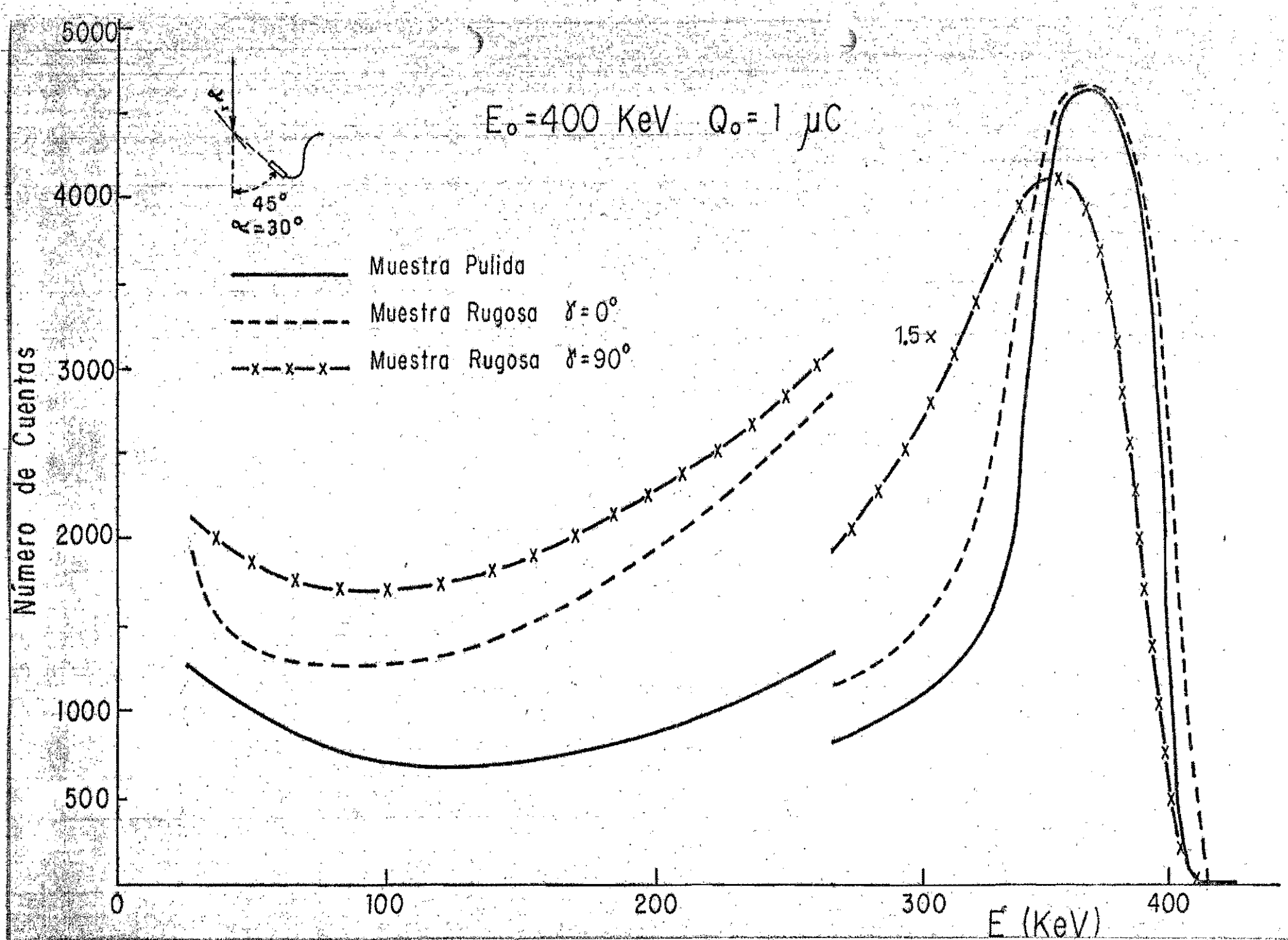


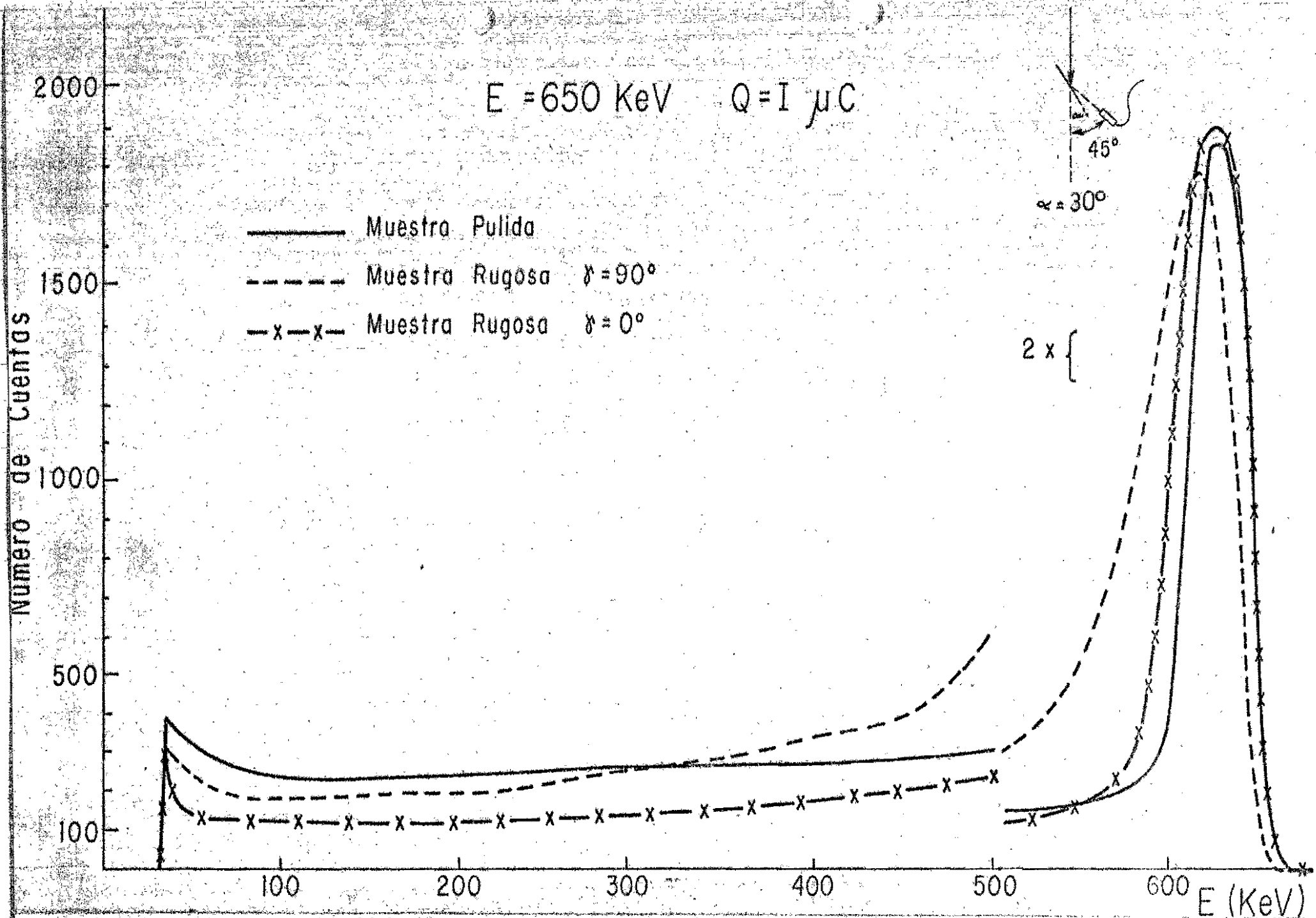
Fig.d.1. Espectros de energía de protones dispersados en muestras pulida y rugosa, obtenidos mediante la geometría IV y varias posiciones de giro de esta última, con iones incidentes de 400 KeV

a la energía, las cuales se deben a los surcos de la rejilla. Fig.d.2.

En las muestras que se han estudiado (Rejillas de difracción óptica), se consideraron varias geometrías en el montaje experimental, las que permitieron analizar las muestras tanto a varias profundidades como a diferentes ángulos de incidencia con la superficie, así como girarlas respecto a la posición de los surcos.

La energía propuesta de los protones para los experimentos fue de 400 KeV, pero también se consideró 650 KeV con objeto de observar cambios no previstos con la energía.

Para las muestras con la película delgada, los resultados mostraron en general, que los perfiles de ambos espectros (muestra pulida y rugosa), son iguales y sólo la comparación directa permite identificar la muestra rugosa por la menor producción y alcance del substrato y en algunos casos al girar la muestra, especialmente cuando los ángulos son rasantes, el pico de Au se sesgó al crecer γ . En las muestras con la película gruesa, no se observan diferencias entre los perfiles de los espectros y al girar la muestra rugosa no cambió la forma pero la producción fue menor, debido a que el mayor grosor de la película disminuye el grado de rugosidad de la rejilla con lo cual el efecto de sombra casi no se observa.



g.d.2. Espectros de energía de protones dispersados en muestras pulida y rugosa, para varias posiciones de giro de esta última, con iones incidentes de 650 KeV.

A-II. Navajas.

Para la segunda forma de muestra rugosa regular (periódica), también se prepararon dos tipos, las cuales se formaron en ambos casos por una superficie constituida por los filos de un paquete de 100 hojas de navajas de rasurar. El primer tipo está constituido por navajas de acero inoxidable ordinario y el segundo paquete con navajas "Gillette Platinum", esto es acero conteniendo un contaminante (Pt) más pesado que el acero, encontrándose éste contaminante en el filo de la navaja.

Cada uno de los paquetes de 100 hojas está comprendido en 1cm de longitud, con lo que en 1mm se tienen 10 filos de hojas, esto es, la distancia entre filo y filo es de 0.1mm (100 μm), mientras que en las rejillas de difracción, como se vió antes, es de 17 800 Å entre pico y pico (1.78 μm), lo cual indica que las dimensiones comparativamente son aproximadamente de 50 veces más para las navajas.

Para la colimación del haz se utilizó el sistema fino formado por tres rejillas, del cual ya se trató anteriormente, el cual permitió observar de 4 a 6 navajas, dependiendo de la geometría usada.

Como muestras testigos se usaron los lados de las navajas correspondientes a cada uno de los paquetes (muestras llamadas pulidas).

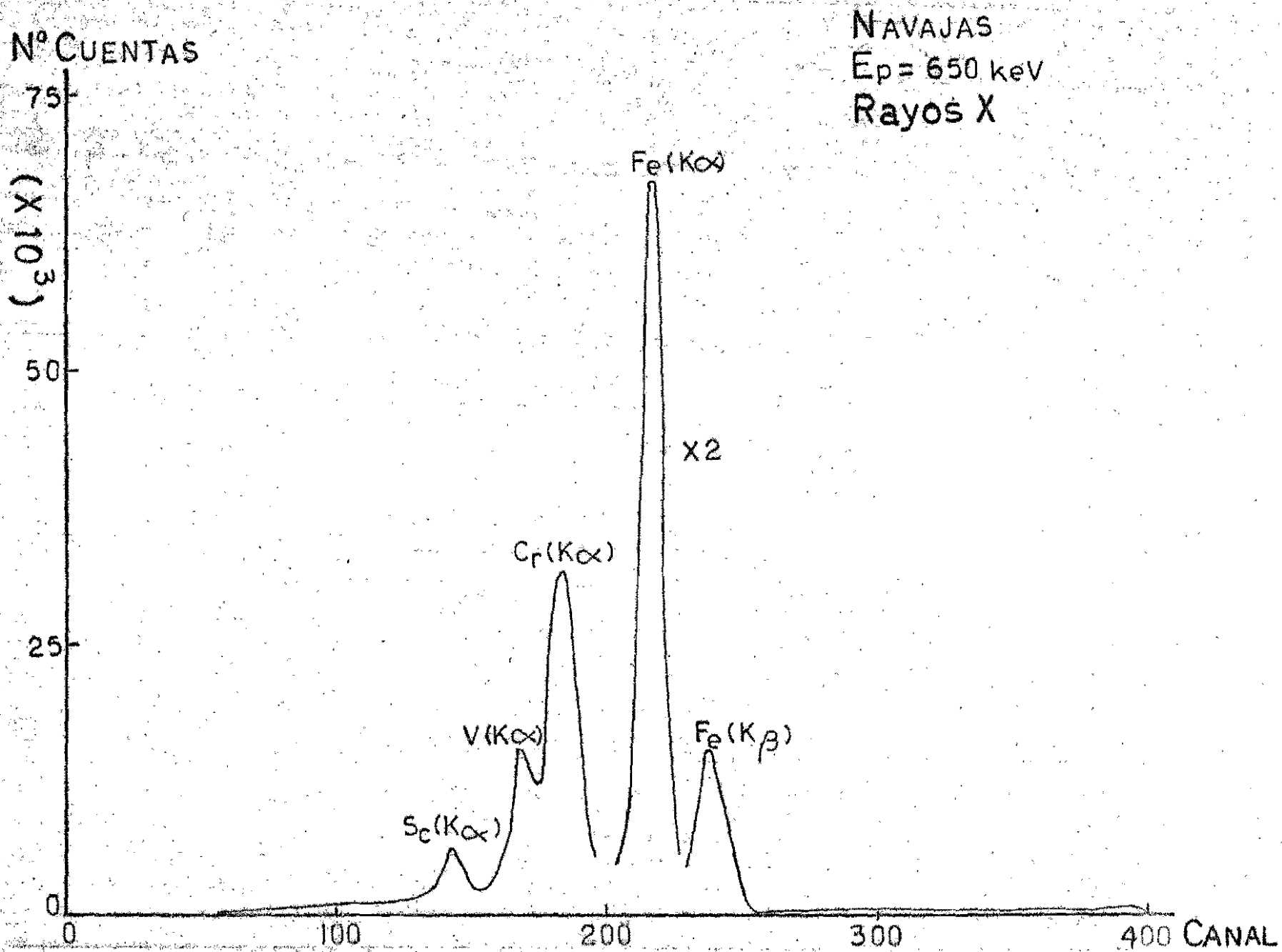


Fig. A. Espectro de Rayos X, de los elementos presentes en un paquete de navajas de rasurar.

Para observar los efectos que estos nuevos tipos de muestra rugosa producía en la dispersión de iones, se procedió a repetir los experimentos realizados con las rejillas de difracción óptica y en algunos casos se realizaron nuevos experimentos para poder comparar los efectos de la dispersión cuando cambian las dimensiones de la rugosidad.

Los experimentos se inician con las navajas de acero inoxidable ordinario, esto es, aquellas que no contienen un elemento más pesado que el Fe. Se presenta a continuación un espectro de rayos X, Fig. A, que de éste paquete de navajas se obtuvo, el cual muestra los elementos que constituyen estas hojas de rasurar, como una información complementaria de la que por retrodispersión se obtuvo.

El primer experimento con las navajas considera la geometría I ($\alpha=90^\circ$, $\theta=150^\circ$), mostrando los resultados que el espectro de la muestra pulida (lado de una navaja) es de forma aguda en contraste con los correspondientes a la muestra rugosa que son de forma suavizada, lo cual se debe a la pérdida de energía que sufren los iones al atravesar los picos de la superficie rugosa.

La muestra rugosa se colocó en tres posiciones de giro, a 0° , cuando los surcos están en posición horizontal, esto es en el plano de dispersión, 45° , y 90° , cuando los surcos están perpendiculares al plano de dispersión; en esta posición la muestra se colocó a dos alturas, la primera, cuando el haz

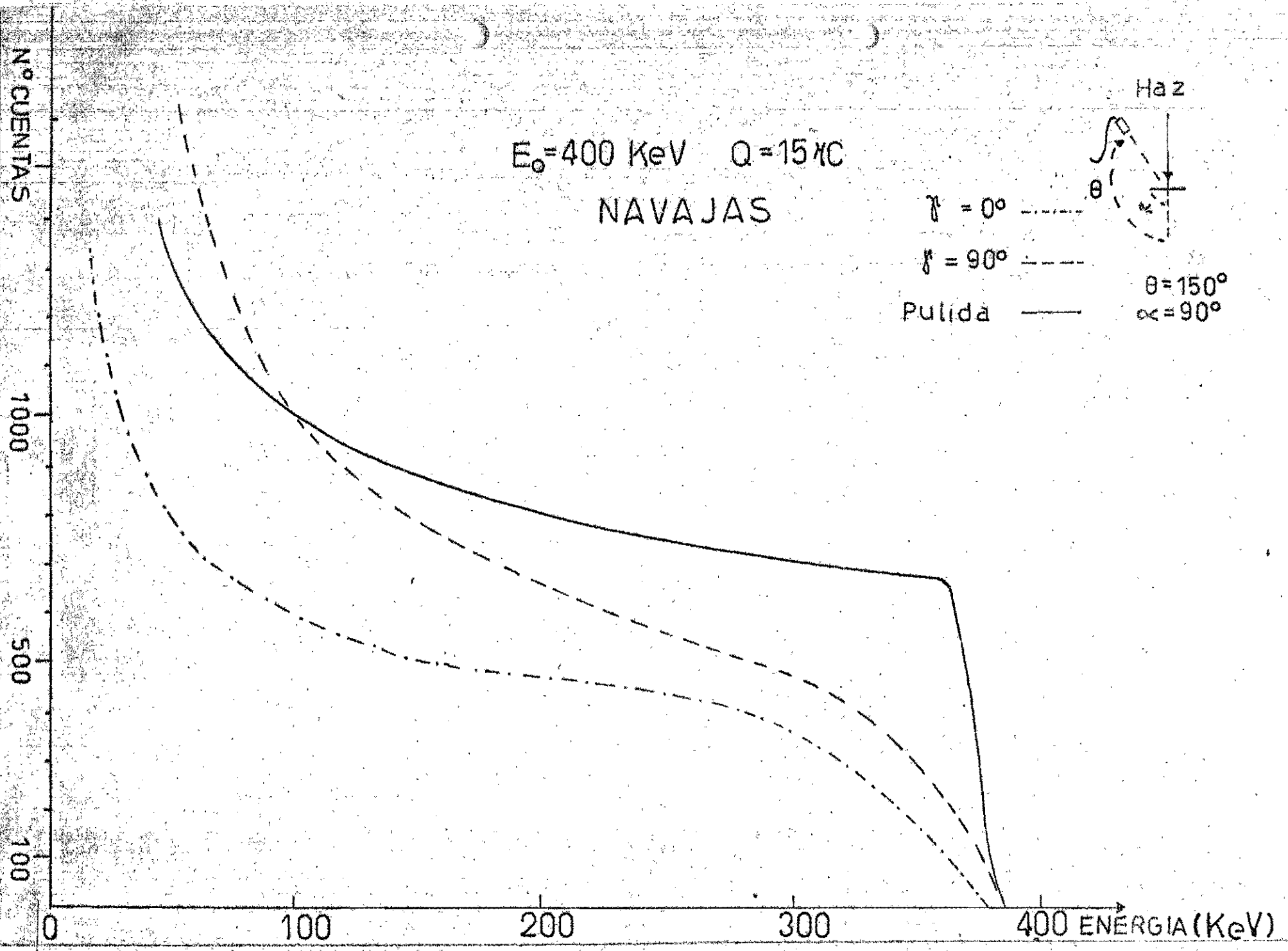


fig.A.1. Espectros de energía de protones dispersados en una muestra pulida y en la superficie formada por los filos de un paquete de navajas de rasurar.

incide a la altura de uno de los dos pernos que sirven para sujetar la muestra y la segunda cuando los iones incidieron en la parte central de la superficie de la muestra. En la primera altura, los posibles iones retrodispersados en el perno (de Al), no son detectados ya que el perno se encuentra a una profundidad de 7 milímetros y tanto los iones incidentes como retrodispersados se canalizan y se retrodispersan hacia 180° , por los planos de las navajas, con lo cual no son observados ya que el detector está a 150° .

De los espectros se observa que la producción de la muestra rugosa es menor que el de la pulida, lo cual se debe a que como se ha mencionado, los iones se canalizan entre los planos de las navajas y se transmiten hacia 0° , lo cual se mostrará al final de esta sección con una gráfica que se obtuvo al colocar un detector a 0° , (el detector se colocó detrás del paquete de navajas).

Los anteriores resultados se muestran en la fig. A.1.

El aumento de la energía a 650 keV para los iones, con la geometría I, muestra la diferencia entre el espectro de una muestra pulida y el de una rugosa (forma suavizada), la producción para este último caso se debe a que un número menor de iones son retrodispersados ya que al canalizarse entre los planos se transmiten hacia 0° . Se observa que el giro de la muestra no produce cambios en el resultado como ocurrió cuando la energía fue 400 keV, debido a que la sección disminuyó al incre

mentarse la energía con lo cual las pequeñas diferencias entre posiciones de giro desaparecen.

En este tipo de muestras es posible independientemente de la energía de los iones y del giro de la muestra, decir por sí solo, si un espectro corresponde a una muestra pulida o a una rugosa, por la forma del espectro como se indica en la fig. A.2.

La geometría II ($\alpha=45^\circ$, $\theta=150^\circ$) permite observar capas intermedias entre la superficie y el alcance máximo de los iones a esta energía.

Los iones al penetrar con una inclinación de 45° , teniendo el mismo alcance, su profundidad será menor, con lo cual un número mayor de átomos de capas intermedias serán detectados.

Los resultados muestran una mayor producción para la parte que corresponde a capas posteriores a la superficie, sin ser las capas más profundas. Al comparar este resultado con el de la geometría I se advierte lo antes mencionado; además se observa que el espectro de la muestra pulida pierde su forma aguda propia de este tipo de muestra, Fig. B.1.

Al aumentar la energía de los protones, se encuentra que se conservan las características de las curvas, reduciéndose las diferencias en la producción en las curvas correspondientes a las posiciones de giro como ocurrió con la geometría I en el espectro A.2. El incremento en energía permitió detectar la presencia de otros componentes además de Fe, bajo la superficie

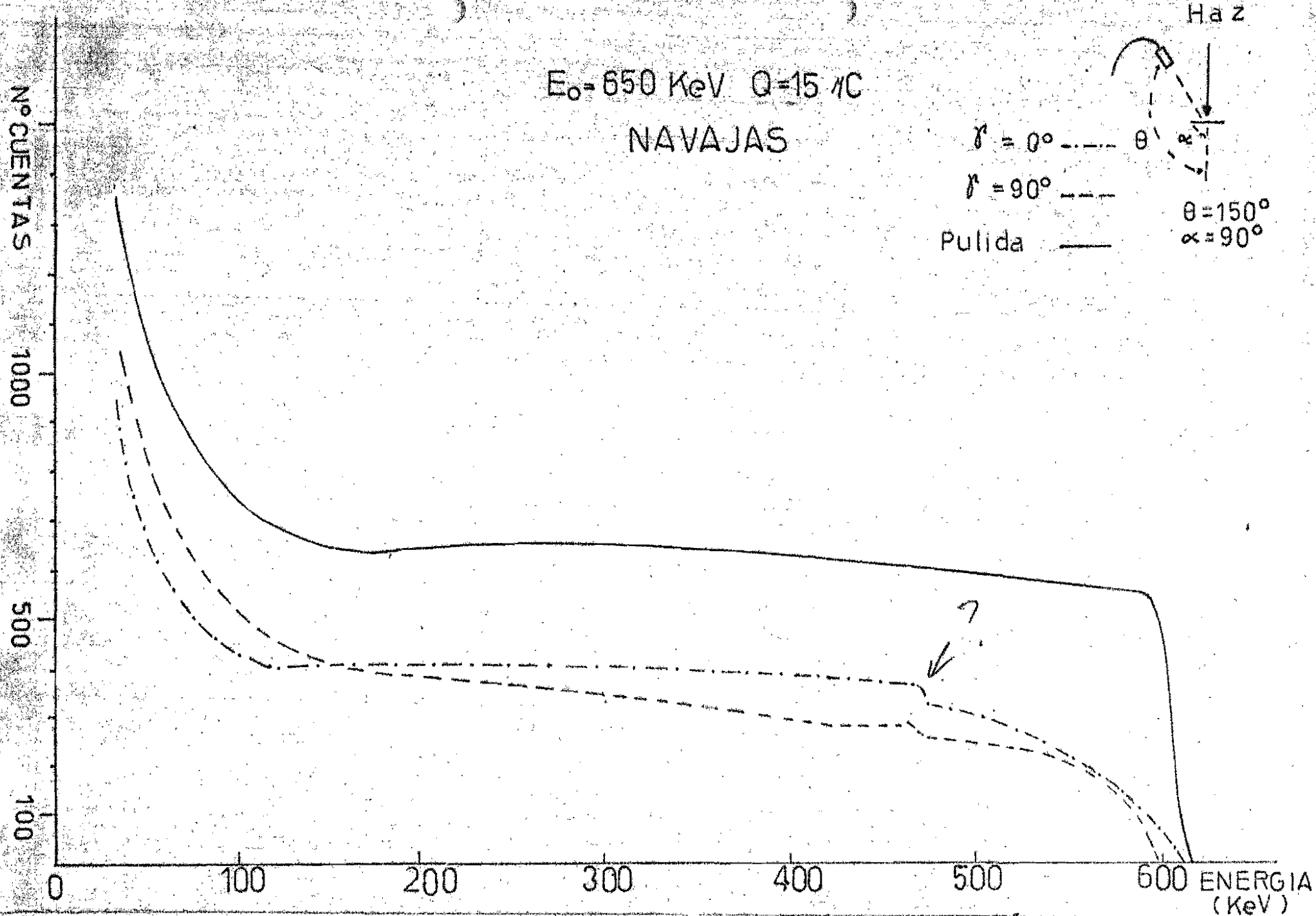


Fig.A.2. Espectros de energía de protones dispersados en muestras pulida y rugosa, en un paquete de navajas de rasurar, con iones incidentes de 650 KeV.

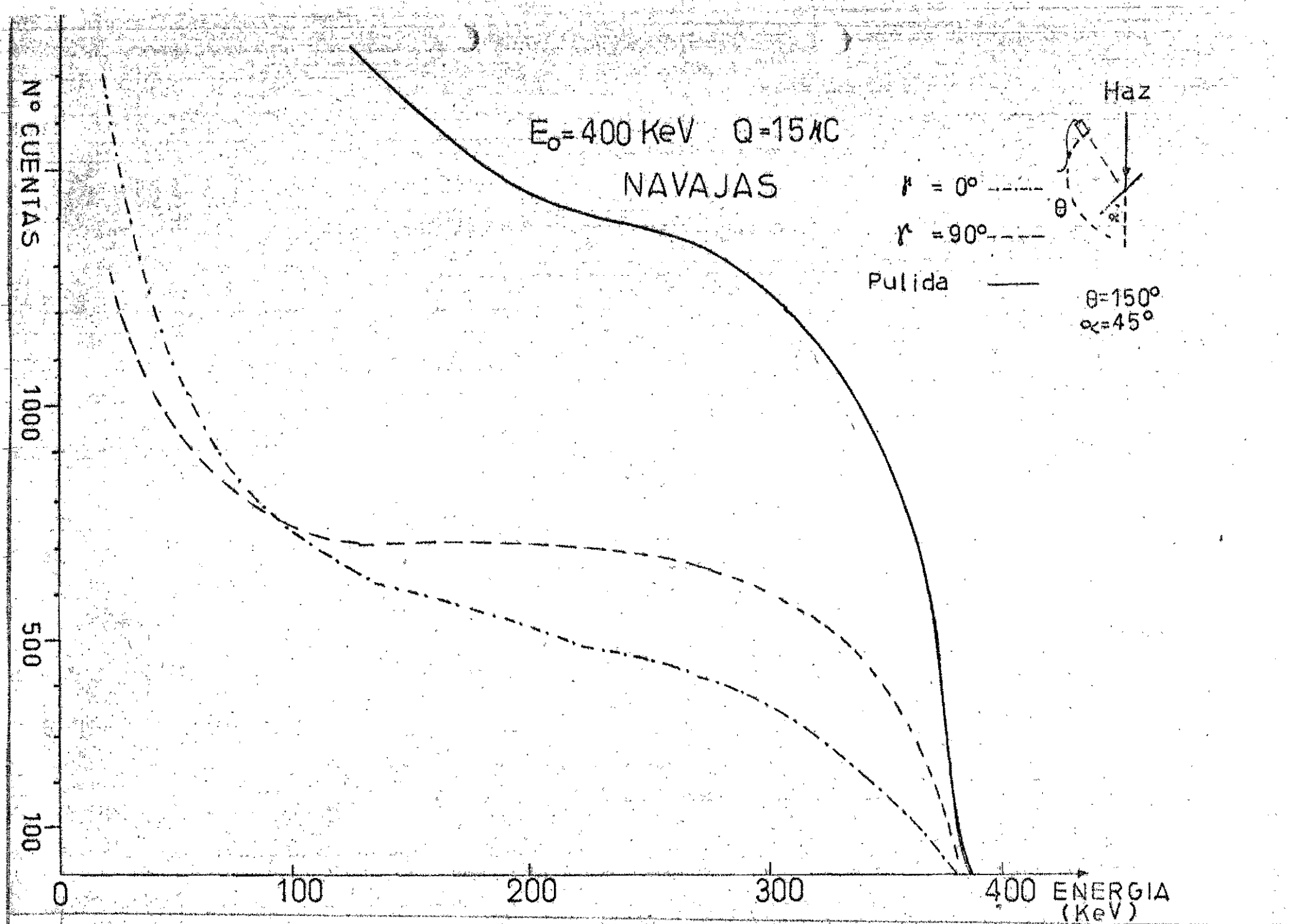


Fig.B.1. Espectros de energía de protones dispersados en muestras pulida y rugosa, obtenidos mediante la geometría II, con varias posiciones de giro de la muestra rugosa.

de la muestra. Fig. B.2.

La geometría III ($\alpha=135^\circ$, $\theta=150^\circ$), es aquella en la cual el haz al incidir en forma diagonal (45°), un mayor número de átomos de la superficie que en la geometría I e igual que en la geometría II; los iones que penetran a medida que alcanzan más profundidad, más difícilmente son observados, ya que por la posición de la muestra, recorrerán al salir un camino más largo que con respecto a las dos geometrías anteriores.

Sin embargo, los resultados no presentan esta mayor producción a superficie, debido tal vez a que los filos de las navajas actúan como barreras que originan dispersión de los iones, y además de la transmisión entre los planos de las navajas ocasionan una menor producción que la que era de esperarse, e igualmente ocurre con la superficie pulida, la cual no presenta un incremento a superficie del número de cuentas; como si la muestra llamada pulida no lo fuese tanto, ya que comparativamente en producción con la muestra rugosa no presenta mucha diferencia y más si se toma en cuenta que en la muestra pulida no se tiene transmisión de los iones incidentes.

Para este tipo de muestra, esta geometría tiene la característica de ser crítica, porque una variación en aproximadamente \pm un grado, no se observará espectro alguno, ya que los iones serán retrodispersados al frente (-150°), o serán transmitidos entre los planos de las navajas, pero no hacia la posición del detector (150°). Fig. C.1

N° Cuentas

1500

1000

500

0

100

200

300

400

500

600

Energía (keV)

$E_p = 650 \text{ keV}$ $Q = 15 \mu\text{C}$

NAVAJAS

--- $\gamma = 0^\circ$

--- $\gamma = 45^\circ$

— Pulida

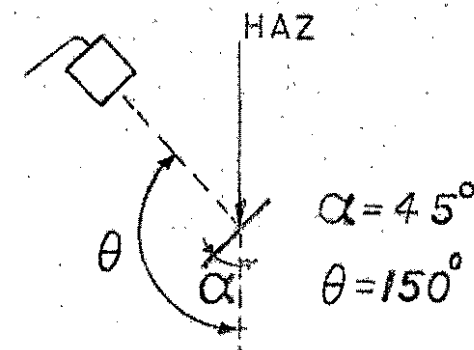


Fig. B.2. Espectros de energía de protones dispersados en muestras pulida y rugosa, obtenidos mediante la geometría II, con iones incidentes de 650 KeV.

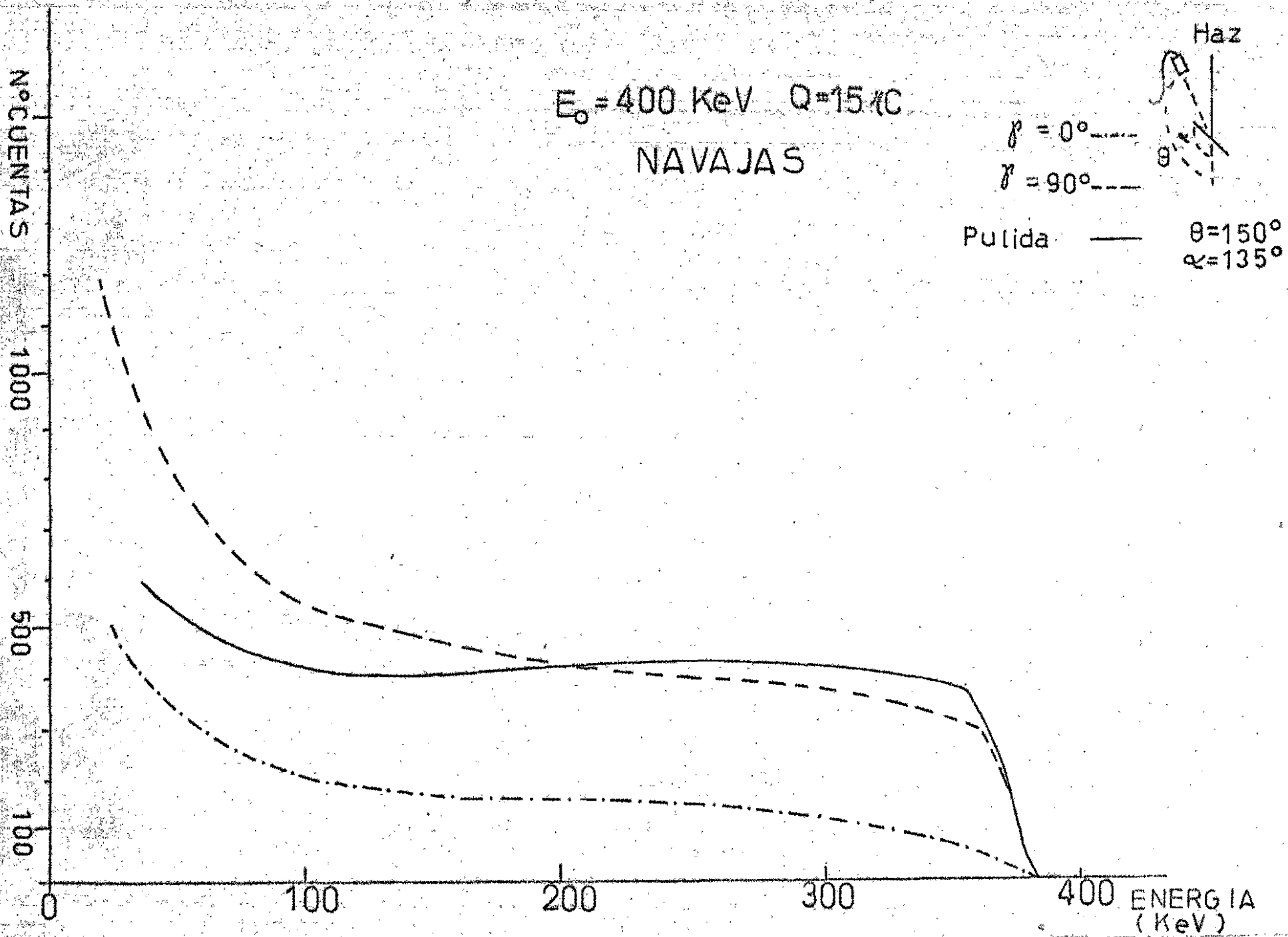


Fig.C.1. Espectros de energía de protones dispersados en muestras pulida y rugosa, obtenidos mediante la geometría III.

El cambio que se observa con las condiciones anteriores (geometría III), al aumentar la energía a 650 KeV para los protones, es en el alcance, ya que se tiene un mayor rango de pérdida de energía y como consecuencia la disminución de la sección para una misma carga ($I_0=15\mu\text{couls}$) respecto a cuando se hizo a 400 KeV. Se puede ver que el perfil de la muestra pulida sigue siendo identificable por su forma aguda en contraste con los espectros de la muestra rugosa que son de forma suavizada, Fig. C.2.

La última geometría utilizada para examinar estas muestras, es la número IV ($\alpha=150^\circ$, $\theta=30^\circ$), en la cual la muestra se giró a dos posiciones: $\gamma=0^\circ$ y 90°

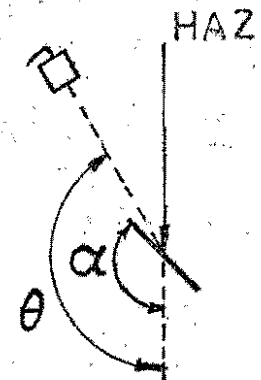
Esta geometría se planeó con el fin de observar iones retrodispersados básicamente de superficie, tal que la presencia de rugosidades disminuyan a la vez la producción como la parte correspondiente a superficie. Los resultados obtenidos hacen ver una producción grande para la muestra pulida a la vez que se puede observar cierta agudeza en el espectro, lo cual no ocurre con la muestra rugosa y se observa también que hay diferencias con el giro de esta última. Lo anterior se puede observar en la Fig. D.1.

Al incrementar la energía se encuentra que los espectros presentan básicamente la misma forma y únicamente cuando la muestra está en la posición de giro $\gamma=0^\circ$ se observa un poco de superficie (cuando los iones retrodispersados pasan por entre

$E_p = 650 \text{ keV}$ $Q = 15 \mu\text{C}$

NAVAJAS

----- $\gamma = 0^\circ$
----- $\gamma = 90^\circ$
————— PULIDA



$\alpha = 135^\circ$
 $\theta = 150^\circ$

Nº Cuentas

500

0 100 200 300 400 500 600 650

Energía (keV)

Fig.C.2. Espectros de energía de protones dispersados en muestras pulida y rugosa, obtenidos con iones incidentes de 650 KeV.

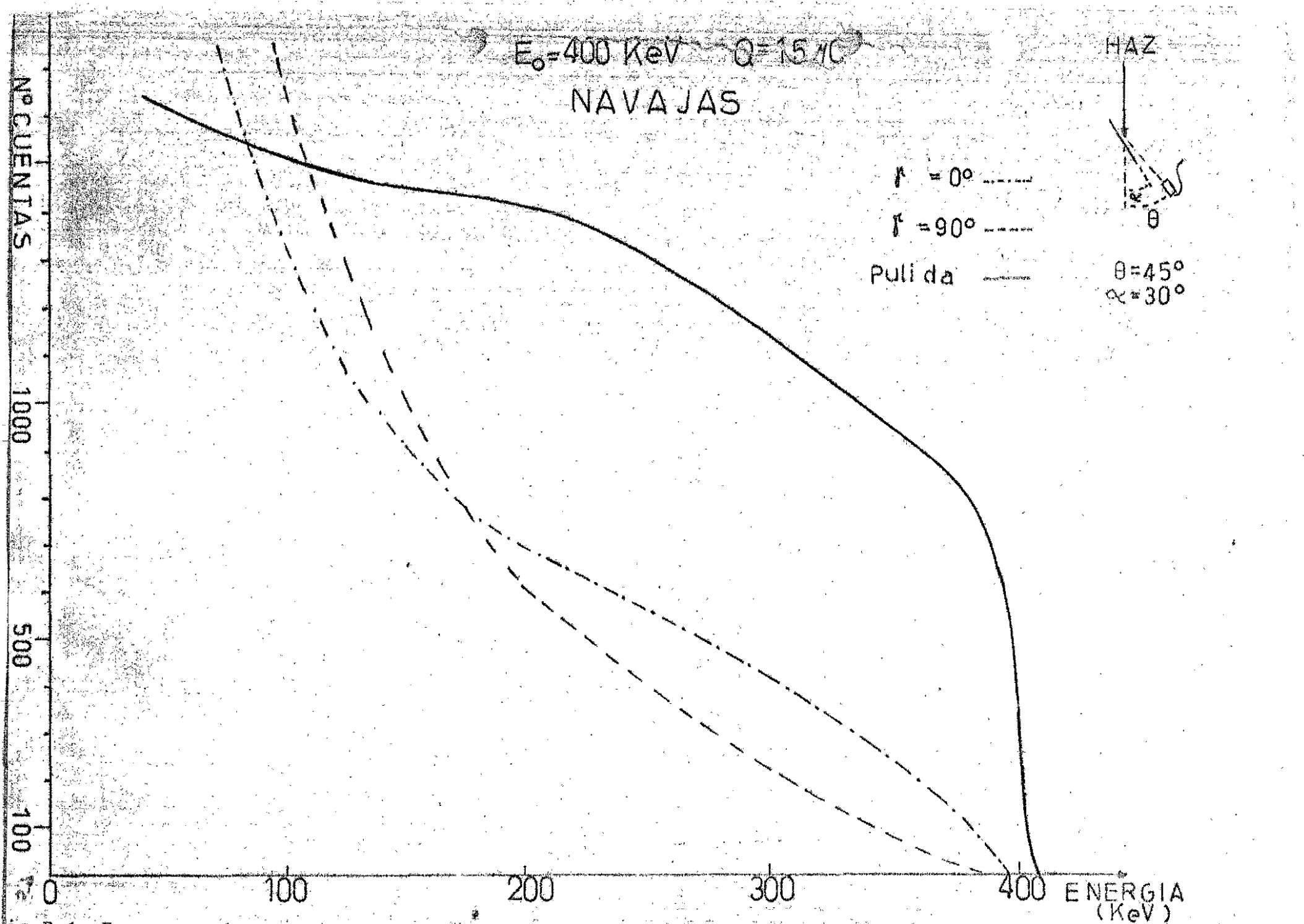
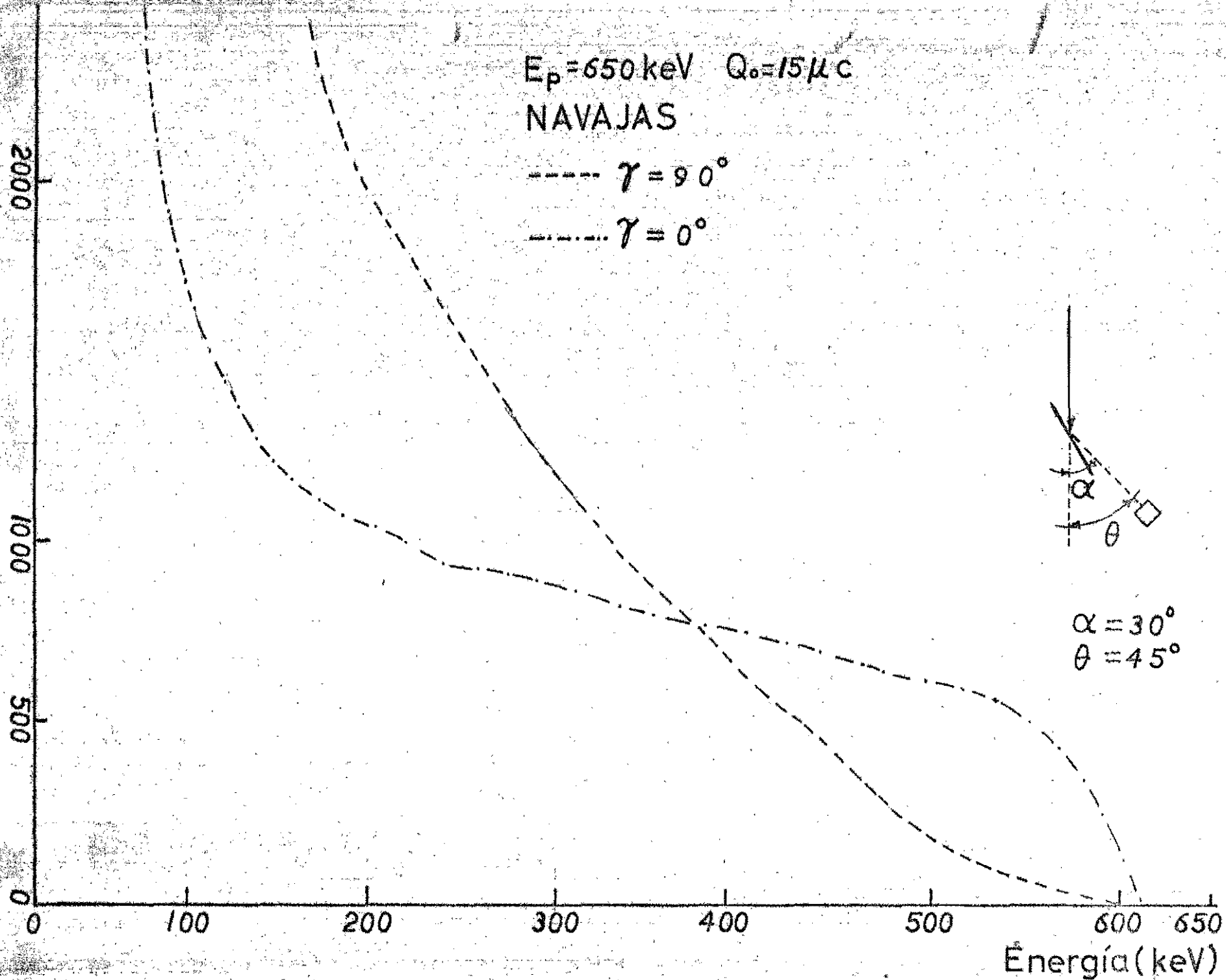


Fig.D.1. Espectros de energía de protones dispersados en muestras pulida y rugosa, obtenidos mediante la geometría IV, para varias posiciones de giro de la muestra rugosa.



g.D.2. Espectros de energía de protones dispersados en muestras pulida y rugosa, obtenidos con iones incidentes de 650 KeV.

los canales que forman los filos de las navajas); estos resultados se presentan en la siguiente gráfica D.2.

El espectro de la muestra pulida por ser igual al anterior (D.1) no se graficó.

Con las gráficas de la Fig. D.2 se da por terminado el reporte de los resultados obtenidos con la muestra constituida por una superficie de filos de navajas de acero. Presentándose a continuación los resultados obtenidos con la muestra formada con las navajas de acero que contienen Pt en sus filos.

* Finalmente se presenta el último de nuestros modelos de rugosidad regular, constituido como ya se ha mencionado por un paquete de navajas de rasurar, el cual como en los modelos anteriores se examinó bajo diferentes condiciones, variando para ello, los parámetros que en los experimentos intervinieron.

Primeramente al igual que el anterior paquete se analizó con rayos X inducidos por protones de 650 KeV, con el fin de complementar la información cualitativa, se presenta a continuación el espectro obtenido para éste fin. Fig.B

Con la geometría I y con $E_p = 400$ KeV, los resultados muestran, la diferencia entre la muestra pulida de forma aguda (no hay pico de pt, por no haberlo en los lados de las navajas) y la forma suavizada de las posiciones de giro de la muestra rugosa y, las diferencias entre las posiciones de giro de la muestra rugosa; cuando $\gamma = 0^\circ$ los iones se semicanalizan entre

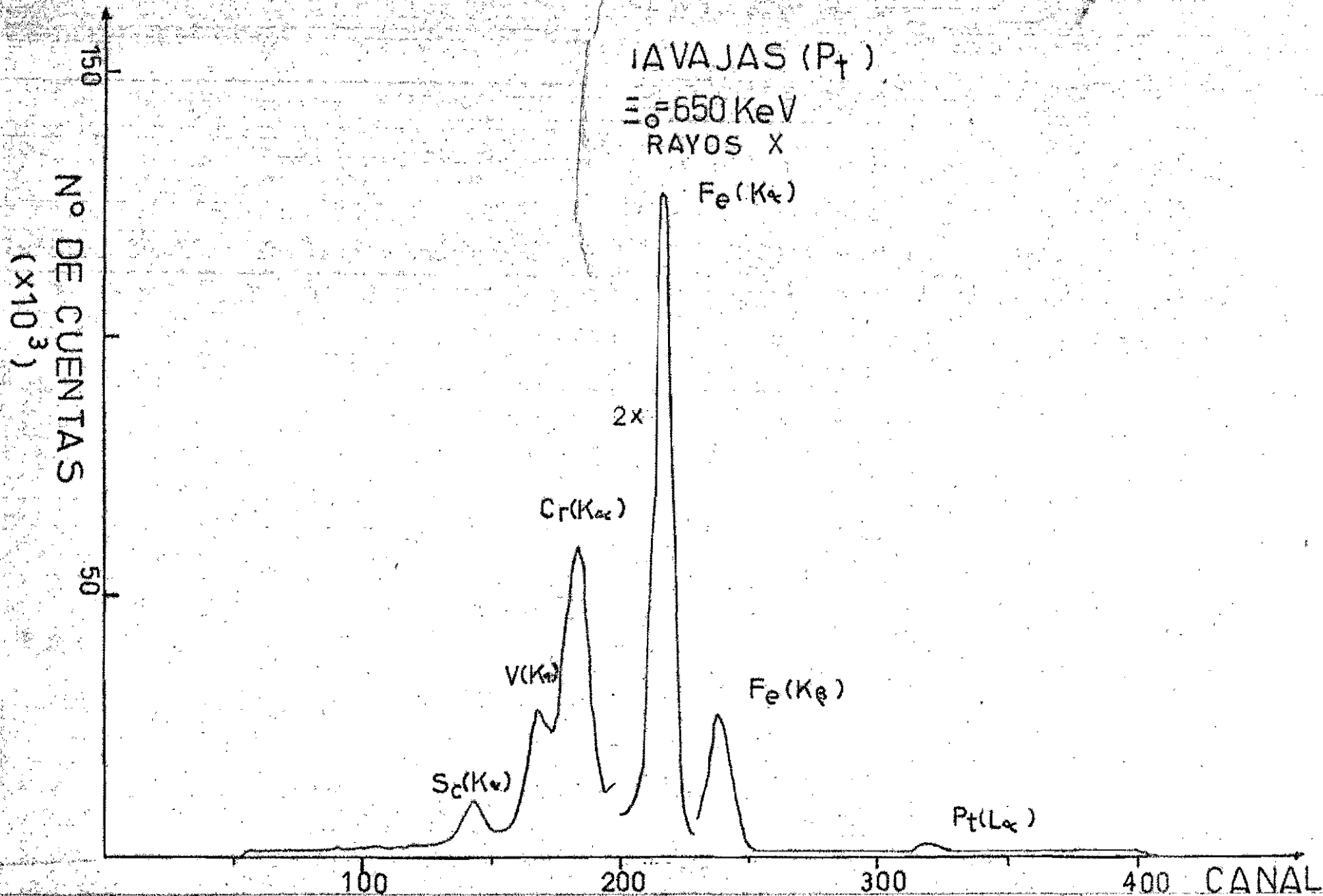


Fig. B. Espectro de Rayos X, de los elementos presentes en un paquete de navajas de rasurar, con P_t en sus filos.

los surcos que forman los filos de las navajas para alcanzar el detector, se ve que no hay pico de Pt y que la producción es del orden del de la muestra pulida y sin considerar las pérdidas que se pierden para el detector a 150° al transmitirse estos entre los planos de las navajas y cuando $\gamma=90^\circ$, cuando los filos de las navajas se encuentran perpendiculares al plano de dispersión, observándose una menor producción y la presencia del pico de Pt, Fig. A.1.1.

El incremento en la energía produce el mismo tipo de curvas que las que se obtuvieron a 400 keV, en las cuales el espectro de la muestra pulida es perfectamente reconocible por su forma aguda y en su mayor producción y al igual que en la anterior gráfica el pico correspondiente al Pt éste tiene un mayor alcance en energía cuando la muestra está en la posición de giro $\gamma=90^\circ$ que cuando $\gamma=45^\circ$, Fig. A.1.2.

Con la geometría II se obtuvieron los resultados que se presentan en la gráfica B.1.1., en esta gráfica como en la siguiente cuando $E_p=650$ keV no se graficó el espectro de la muestra pulida, del cual se observó que su forma es aguda, lo que permite identificarlo.

Con esta geometría para el caso cuando $\gamma=90^\circ$ el pico de Pt no permite decir si se trata de una muestra rugosa o no, aunque el pico queda bien definido e igual ocurre cuando $\gamma=45^\circ$, no es posible decir a qué tipo de muestra corresponde pero en este caso no se define el pico de Pt el cual se confunde con la

$E_0 = 400 \text{ KeV}$ $Q = 15 \mu\text{C}$
NAVAJAS (Pt)

$\gamma = 0^\circ$ ++++
 $\gamma = 90^\circ$

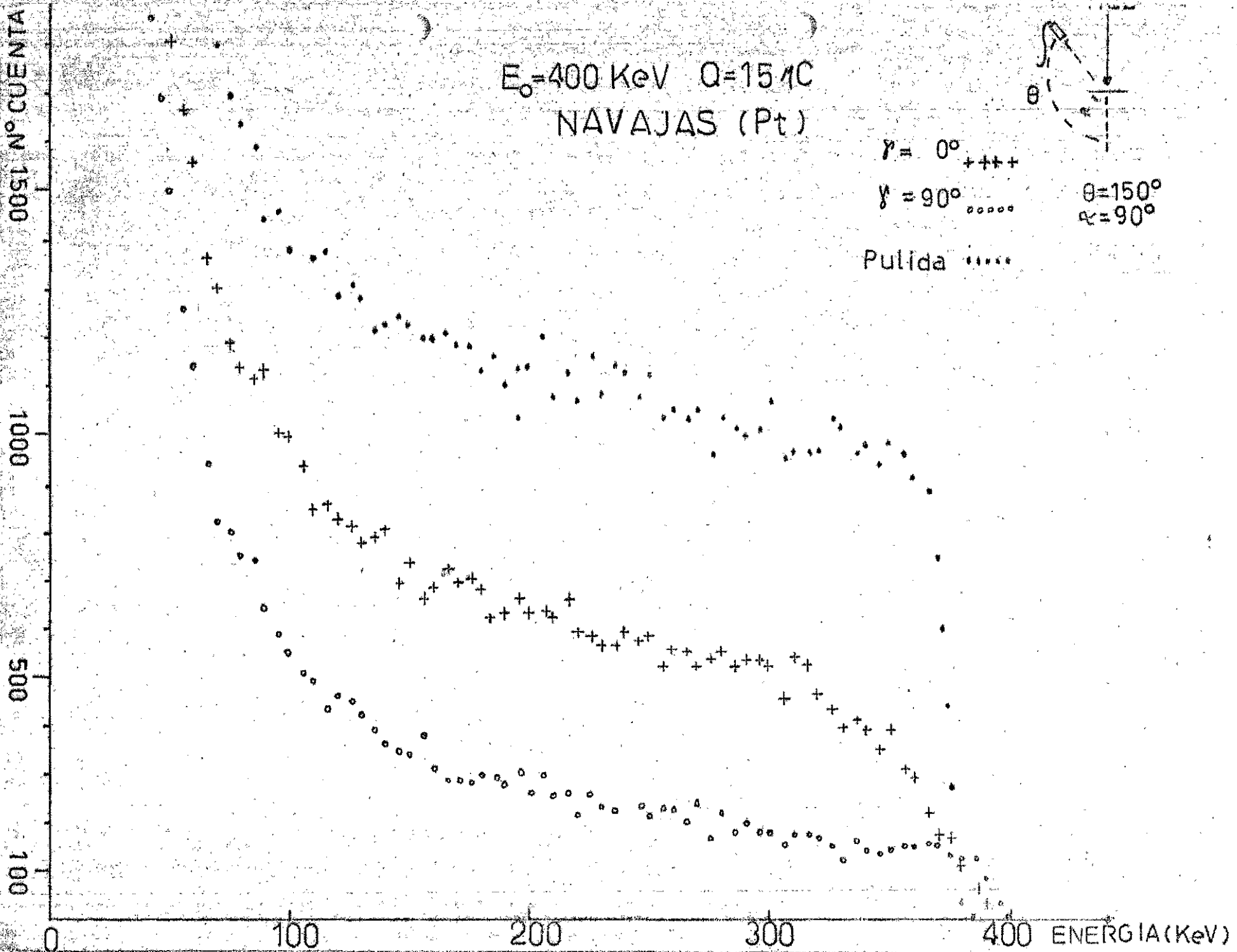
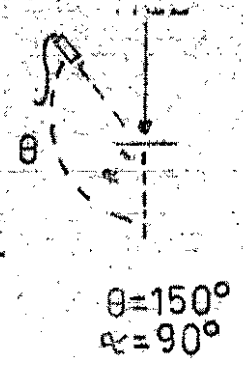


Fig.A.1.1. Espectros de energía de protones dispersados en muestras pulida y rugosa, formadas con un paquete de navajas de rasurar, las cuales contienen Pt en sus filos.

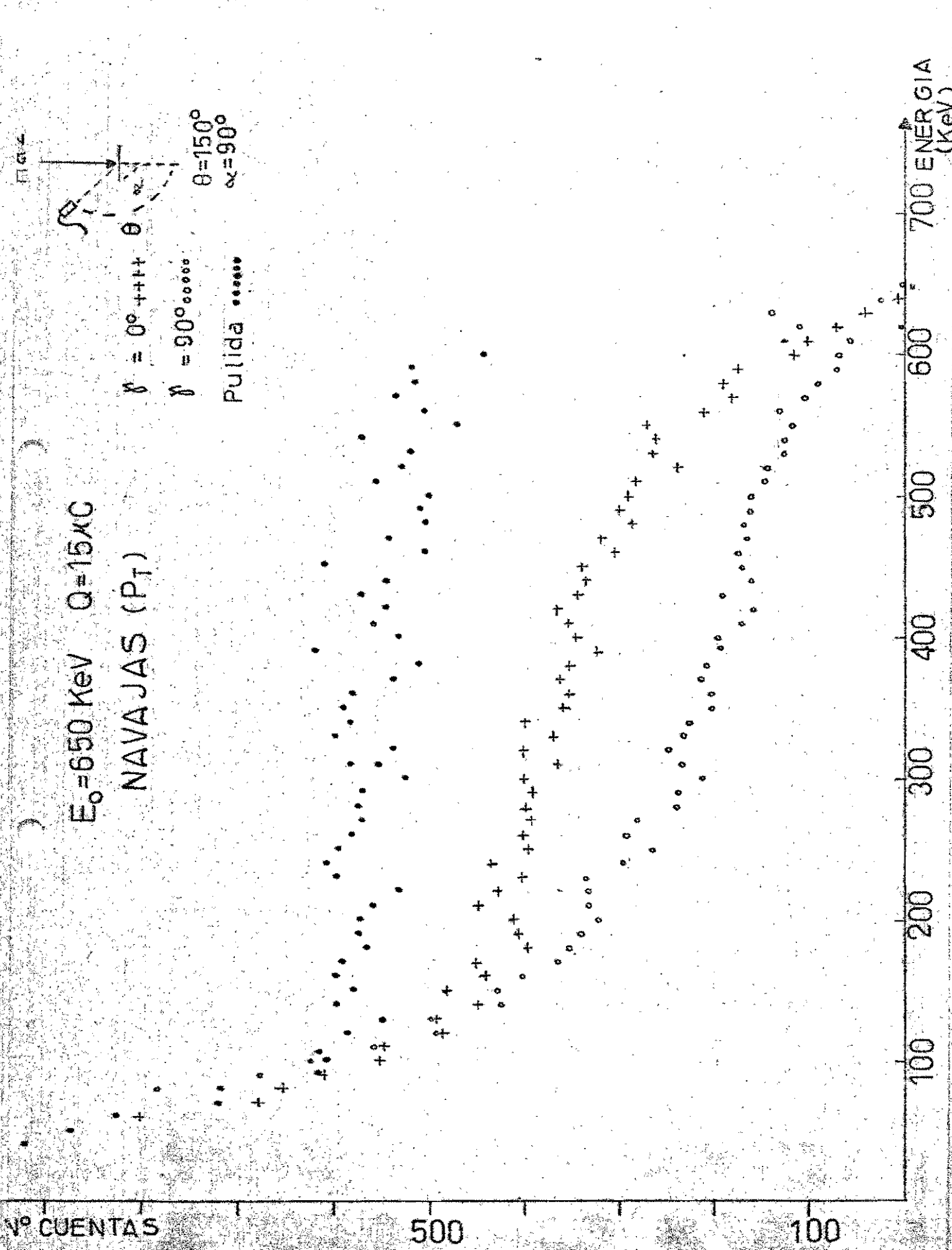


Fig.A.1.2. Espectros de energía de protones dispersados en muestras pulida y rugosa, obtenidos mediante ionización incidente de 650 KeV.

parte del substrato. Lo anterior se puede ver en la gráfica B.1.1.

Con la geometría II al incrementar la $E_p = 650$ KeV cuando la posición de giro es $\gamma = 0^\circ$ no aparece nuevamente el pico de Pt, cuando $\gamma = 45^\circ$, no es posible decir a qué tipo de muestra corresponde debido a la proximidad del pico de Pt. Para esta geometría el aumento en energía ha permitido obtener mayor información ya que aún para la posición $\gamma = 0$ se vislumbra el pico de Pt Fig. B.1.2.

La geometría III se propuso con el fin de analizar básicamente el efecto de la superficie mediante la retrodispersión de iones, en la fig. C.1.1., se observa que cuando la muestra se coloca con $\gamma = 90^\circ$, se tiene el pico de Pt, aunque al quedar separado el pico del substrato, la forma del espectro corresponde al de una muestra pulida.

El aumento en la energía de los iones no presentó cambios en los resultados obtenidos, excepto los debidos a la mayor energía.

Finalmente, se presentan los resultados de la geometría IV ($\alpha = 30^\circ$ y $\theta = 45^\circ$), con dos posiciones de giro para la muestra rugosa: $\gamma = 0^\circ$ y 90° .

Para 400 KeV, la posición a 0° es semejante a los presentados anteriormente en el cual no se observa el pico de Pt; a 90° se obtiene una curva próxima a una exponencial. En esta

Nº CUENTAS

1000

500

100

0

$E_0 = 400 \text{ KeV}$ $Q = 15 \text{ nC}$

NAVAJAS (P_t)

$\theta = 0^\circ$ +++++

$\theta = 45^\circ$ xxxxx

$\theta = 90^\circ$

$\theta = 150^\circ$

$\phi = 45^\circ$

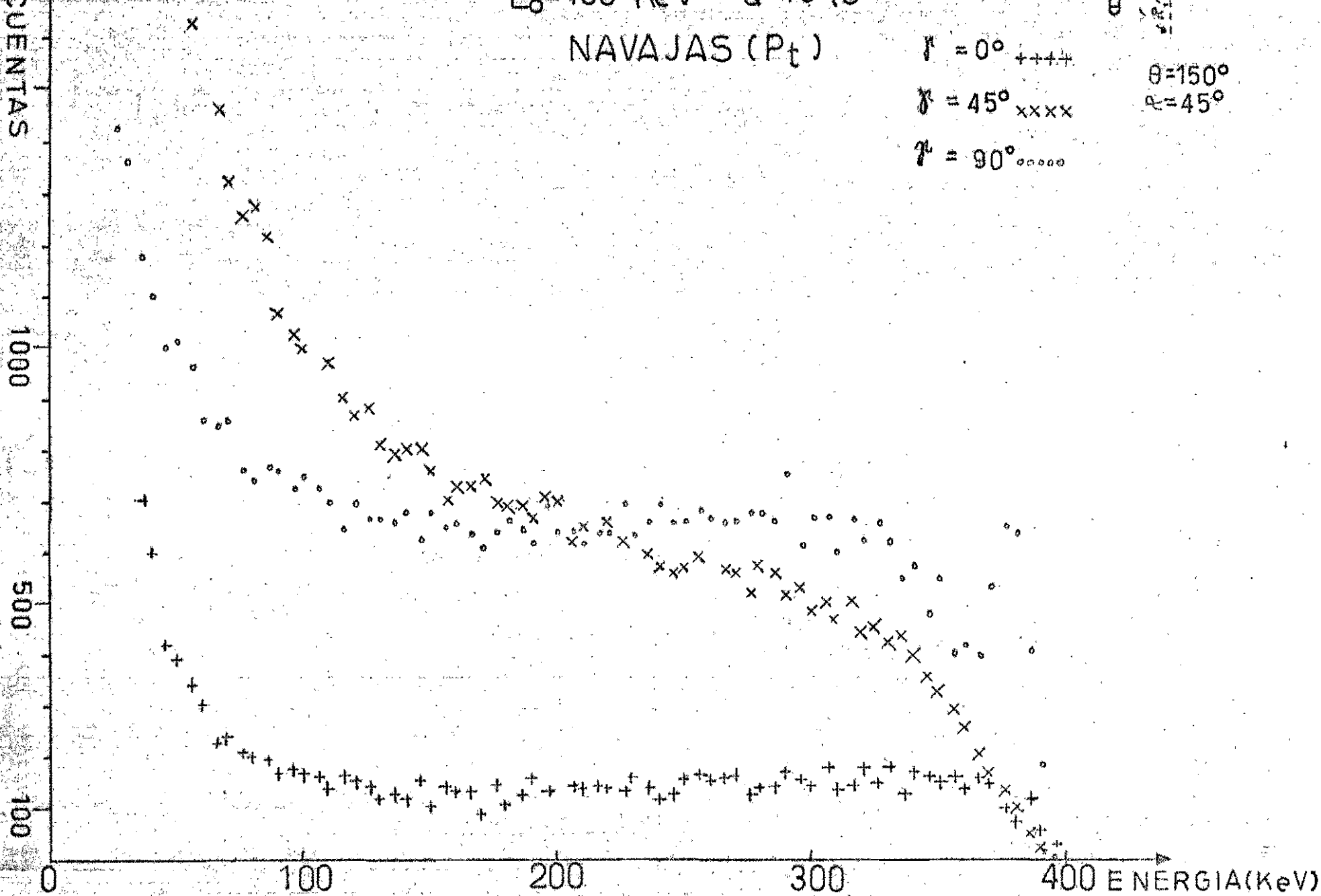


Fig.B.1.1. Espectros de energía de protones dispersados en la muestra rugosa, obtenidos mediante la geometría II, con varias posiciones de giro de la muestra.

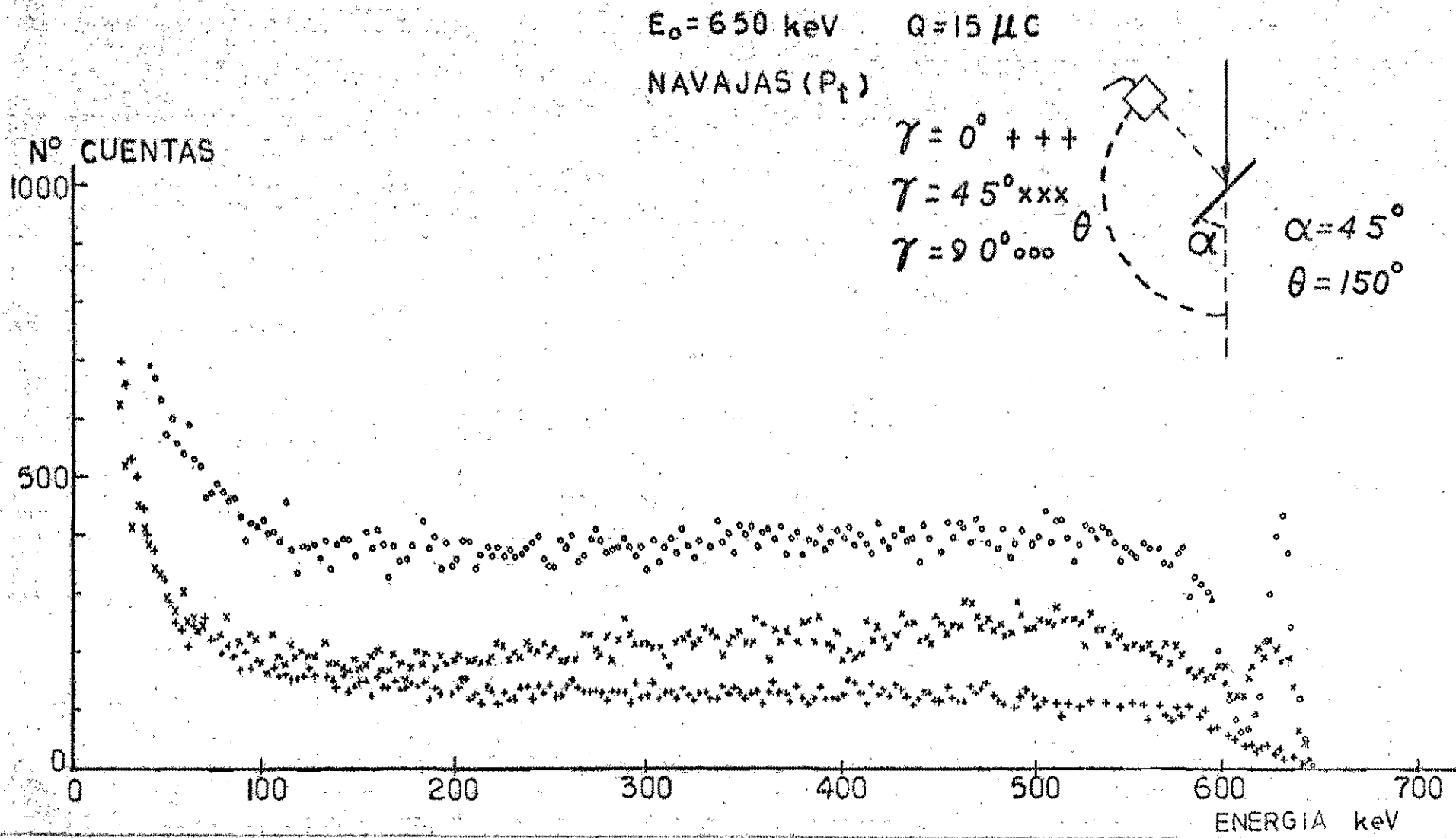


Fig.B.1.2. Espectros de energía de protones dispersados en la muestra rugosa, para varias posiciones de giro, con iones incidentes de 650 KeV.

Nº CUENTAS

1000

500

100

0

100

200

300

400

ENERGIA (KeV)

$E_0 = 400 \text{ KeV}$ $Q = 15 \mu\text{C}$
NAVAJAS (P_T)

$\gamma = 0^\circ$ +++++

$\gamma = 90^\circ$

Pulida

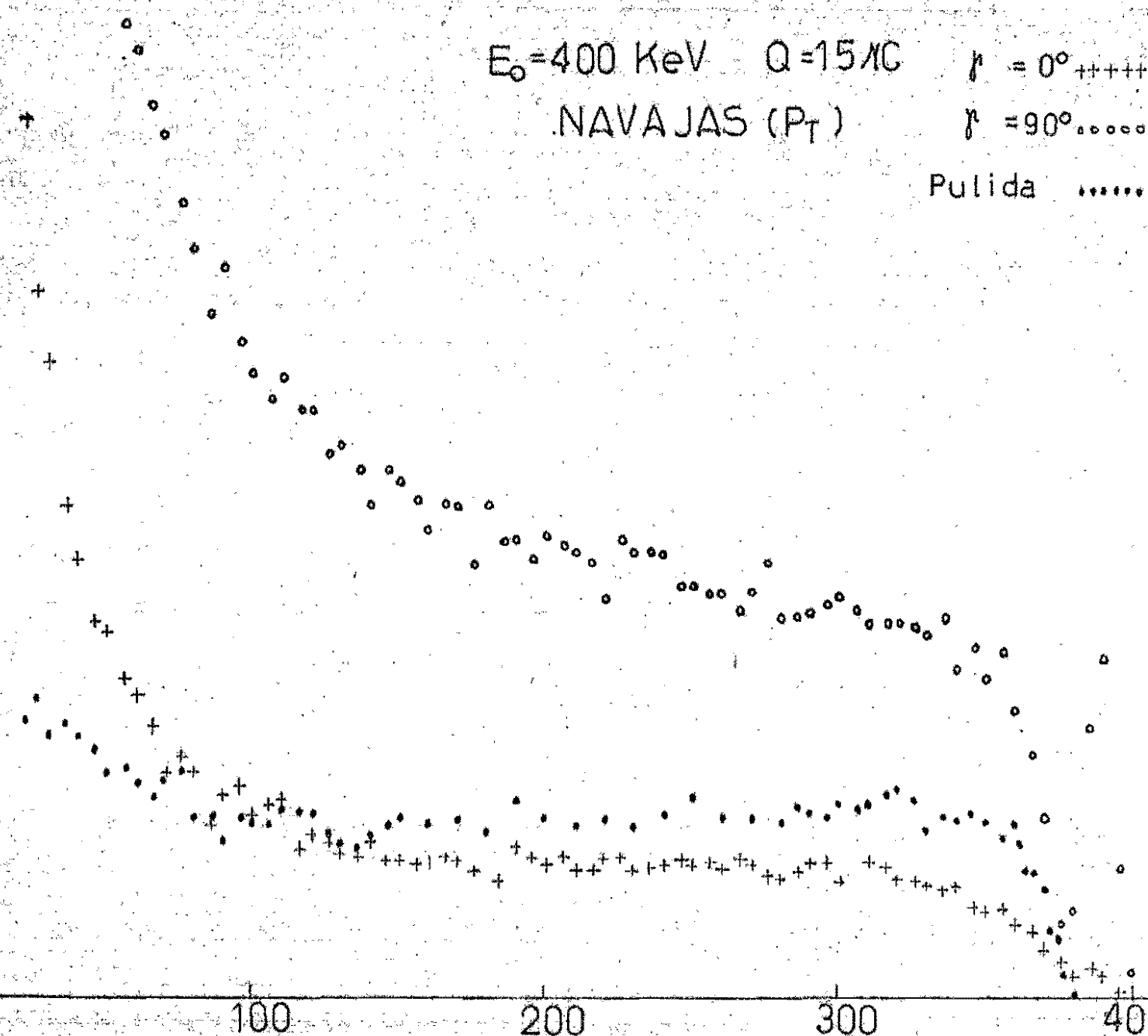
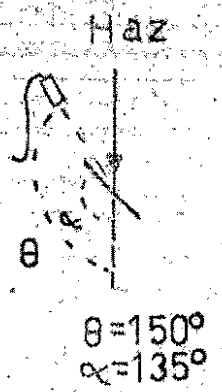


Fig.C.1.1. Espectros de energia de protones dispersados en muestras pulida y rugosa, obtenidos mediante la geometria III.

curva al amplificarla se observaron pequeños picos que cortaban la uniformidad de la curva y se consideró que eran debidos a que la superficie de filos no era uniforme y que había algunas navajas que sobresalían del plano de navajas, lo anterior se pudo observar mediante el microscopio óptico y se vio que en algunos casos una navaja sobresalía lo que corresponde a un filo de éstas. Lo anterior se muestra en la Fig. D.1.1.

La energía se incrementó a 650, siendo los resultados semejantes a los obtenidos con 400 keV, decidiéndose a tomar un espectro con 700 keV, mostrando el resultado otra vez una curva próxima a una asíntota la cual tiene una cola muy alta a baja energía de la cual se tratará en el capítulo correspondiente a muestras rugosas irregulares. Fig. D.1.3.

A continuación se presenta la gráfica en la cual se muestran en forma comparativa el efecto de tres geometrías en la parte que corresponde a superficie y el espectro de la muestra pulida. Fig. C.

Finalmente, se presenta el espectro de transmisión que se obtuvo al mismo tiempo que se tomaba un espectro de retrodispersión. Se montó el experimento con la geometría I, cuando la muestra queda normal al haz y se colocó un detector a 0° , para observar primeramente si llegaban iones al detector, como era de esperarse (iones transmitidos entre los planos de las navajas) y segundo, qué tipo de espectro se observaba el cual se presenta en la Fig. D.

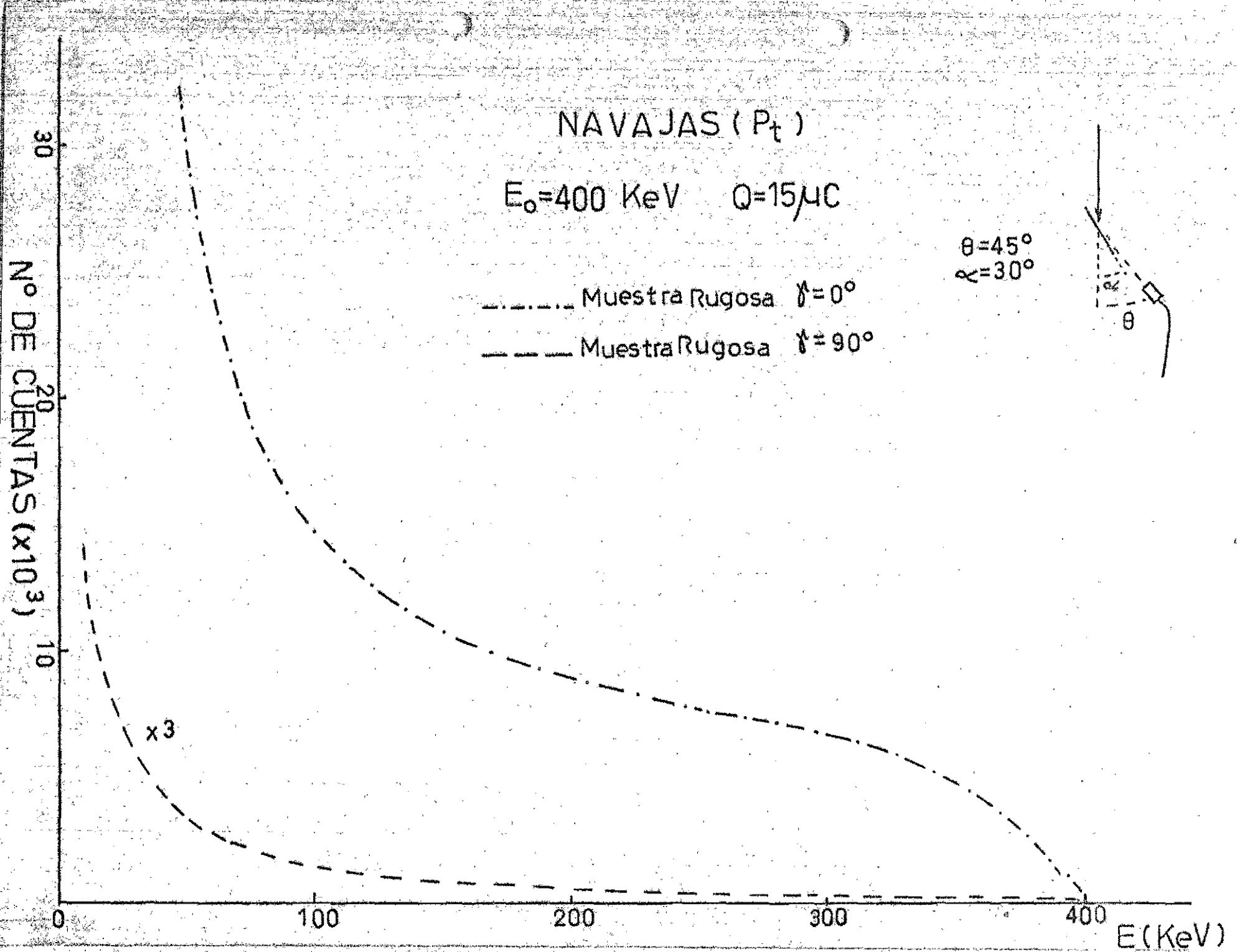


Fig.D.1.1. Espectros de energía de protones dispersados en la muestra rugosa, obtenidos mediante la geometría IV.

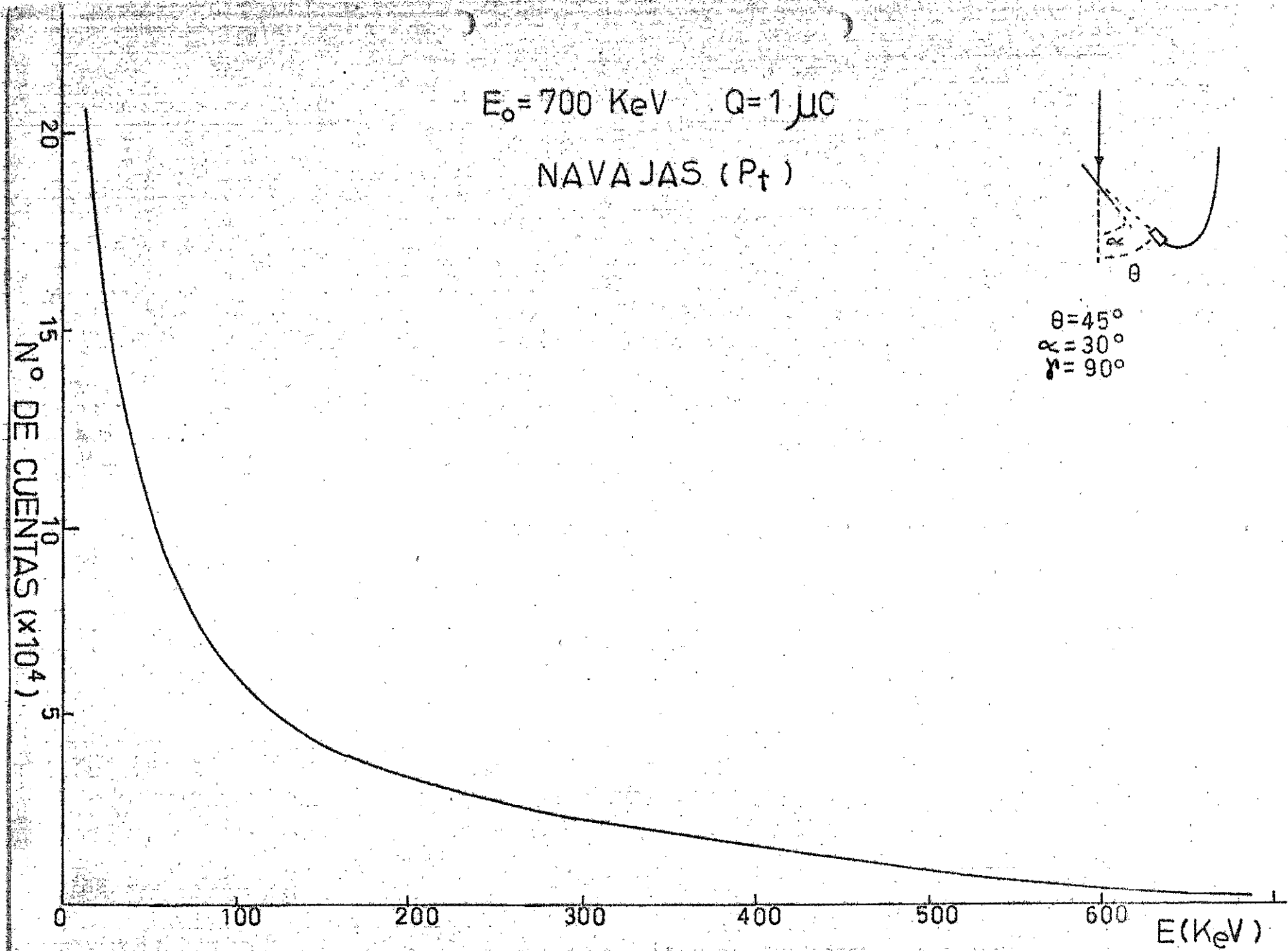


fig.D.1.3. Espectro de energía de protones dispersados en la muestra rugosa, con iones incidentes de 700 KeV.

En los resultados que se han presentado, los experimentos se verificaron utilizando el sistema fino de colimación; algunos de estos experimentos se repitieron usando el sistema consistente en una sola rejilla, encontrándose que los resultados eran iguales, razón por la cual no se hace reporte alguno acerca de ellos.

Los experimentos hasta ahora reportados se llevaron a cabo en su totalidad en el laboratorio de Colisiones del Instituto de Física de la UNAM⁶.

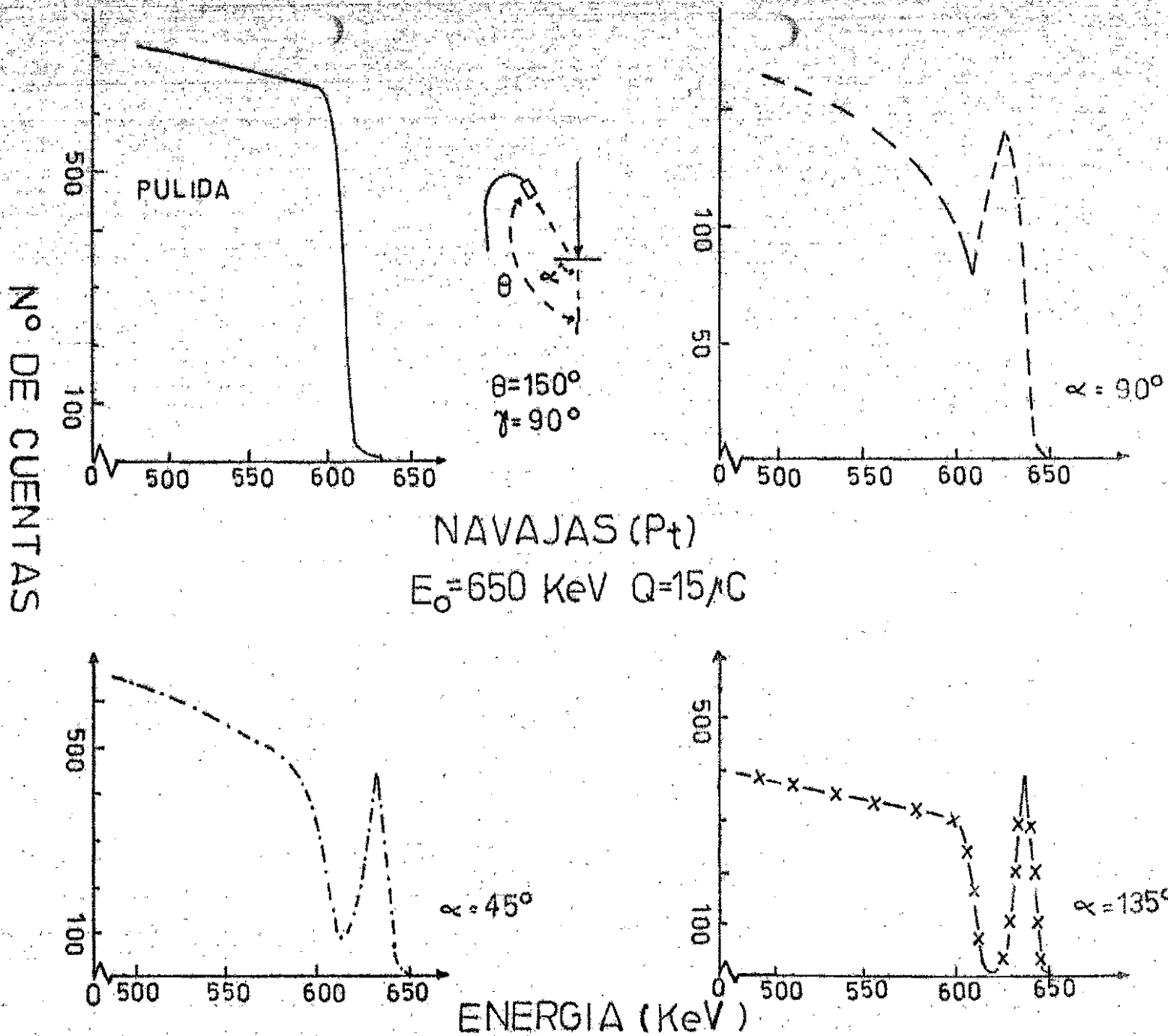


fig. C. Espectros de energía de protones dispersados en muestras pulida y rugosa, correspondientes a la región de superficie, para comparar el efecto de las diferentes geometrías.

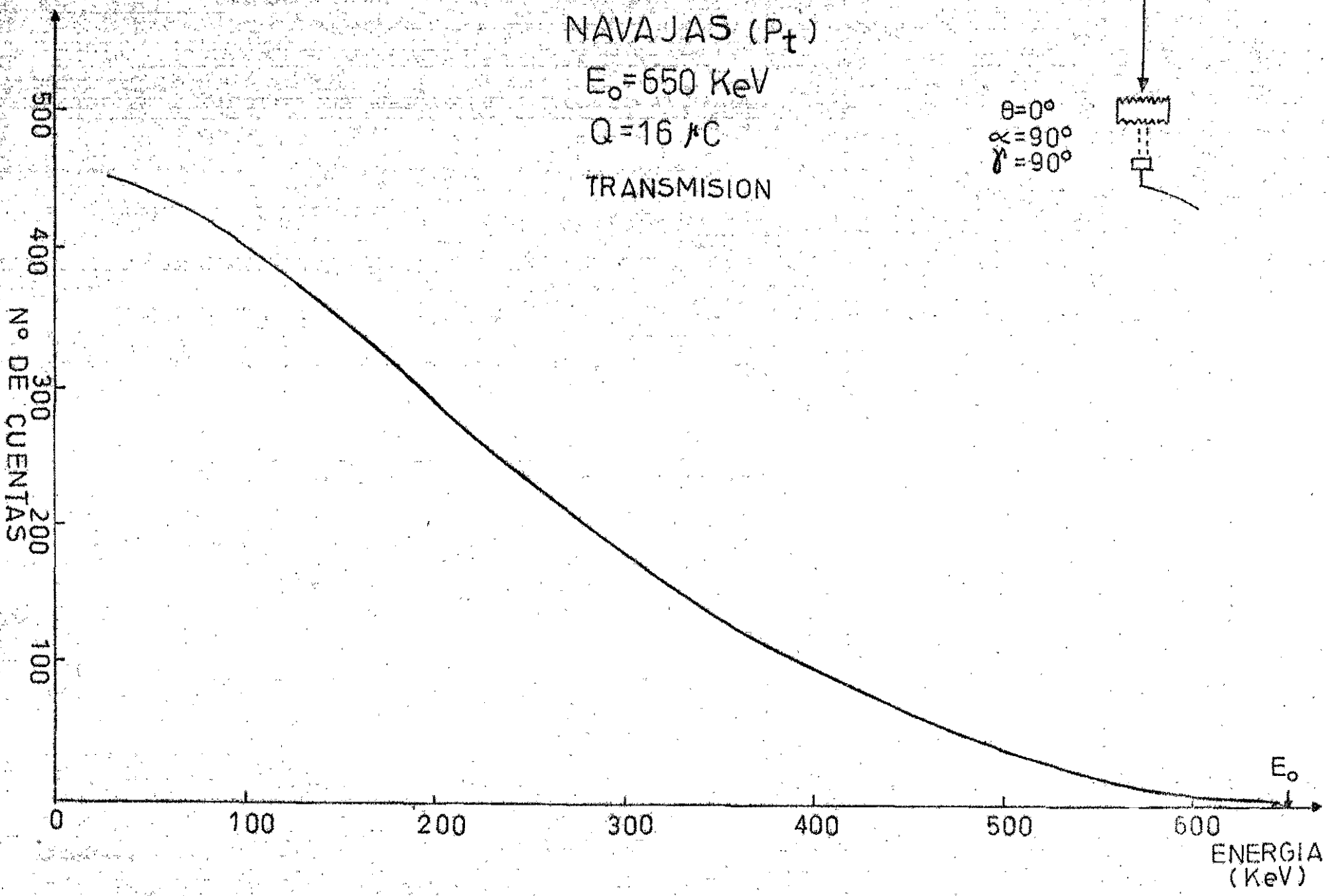


Fig.D. Espectro de energía de protones transmitidos entre los planos del paquete de navajas que forman la muestra rugosa.

MUESTRAS RUGOSAS IRREGULARES

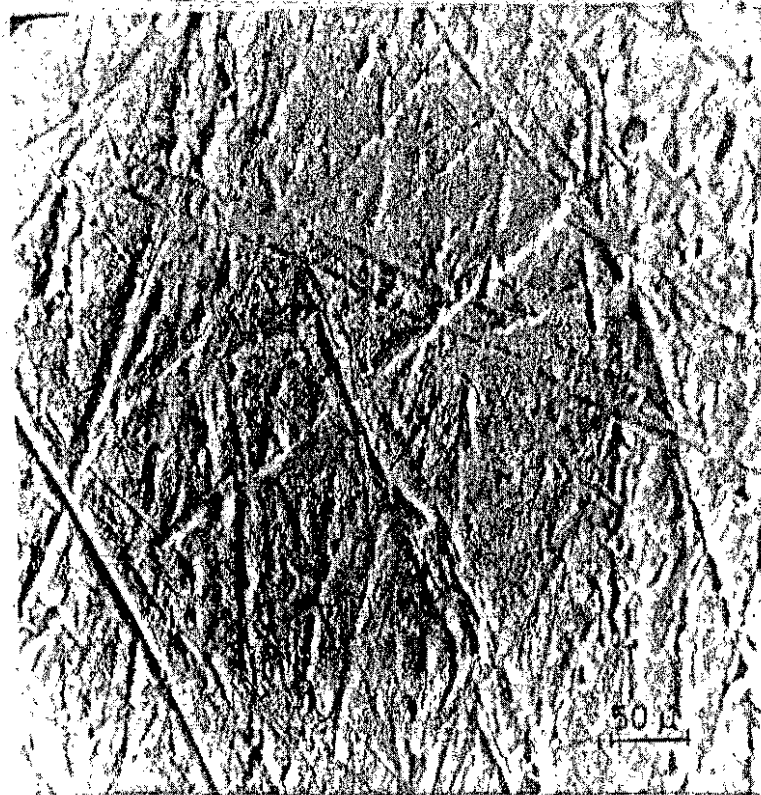
El siguiente paso de este estudio, consistió en analizar muestras con rugosidad irregular, esto es, aquellas en que las direcciones de los surcos son al azar. Para tal objeto se preparó un conjunto de ocho muestras de Al con diferente grado de rugosidad.

Las muestras son discos de Al con una pureza de 99.99% y cuyas dimensiones son 20 mm de diámetro por 1 mm de espesor; los rayones en la superficie se produjeron con lija de óxido de aluminio de diferente grado. Por haberse utilizado la mano para presionar las diferentes lijas, la profundidad de los surcos no quedó uniforme y las direcciones no fueron tan al azar.

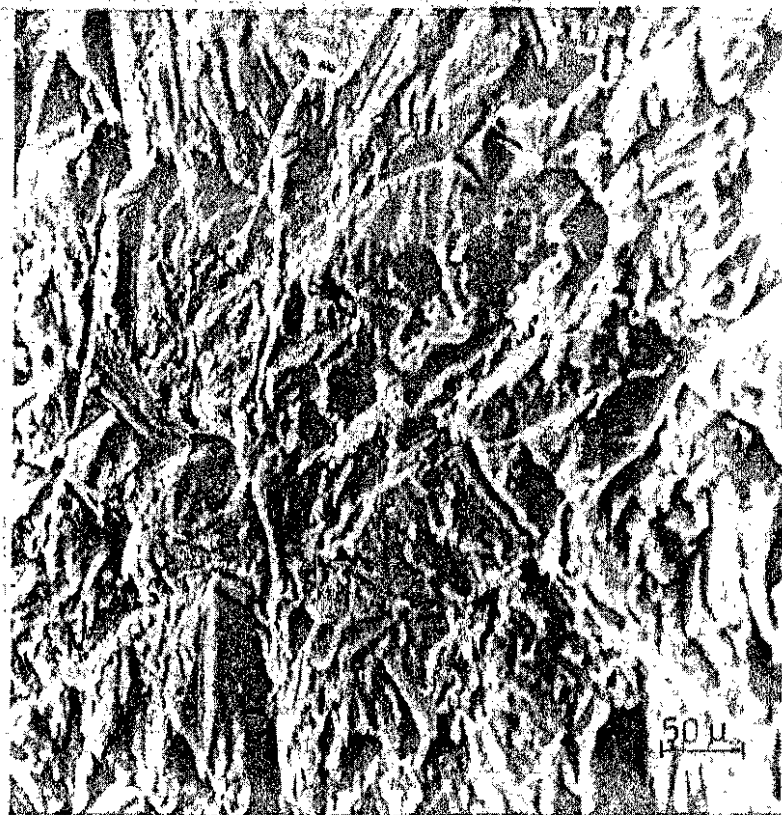
Las muestras se designan con un número progresivo del 1 al 8, en las cuales al crecer el número se indica que crece el grado de rugosidad, la letra a indica que se trata de las muestras con el diámetro anterior (20 mm). Para comparación se preparó también un conjunto de muestras pulidas, del mismo Al y cuyo pulido fue a espejo, denominándoseles por un número romano.

En la realización de los experimentos que se presentan, el haz se colimó con una sola rejilla con una apertura de 1 mm de diámetro.

Se presentan a continuación las fotos de las muestras rugosas 1a, 6a y 8a y la de una muestra pulida (I), las cuales se obtuvieron mediante un microscopio electrónico de ba-

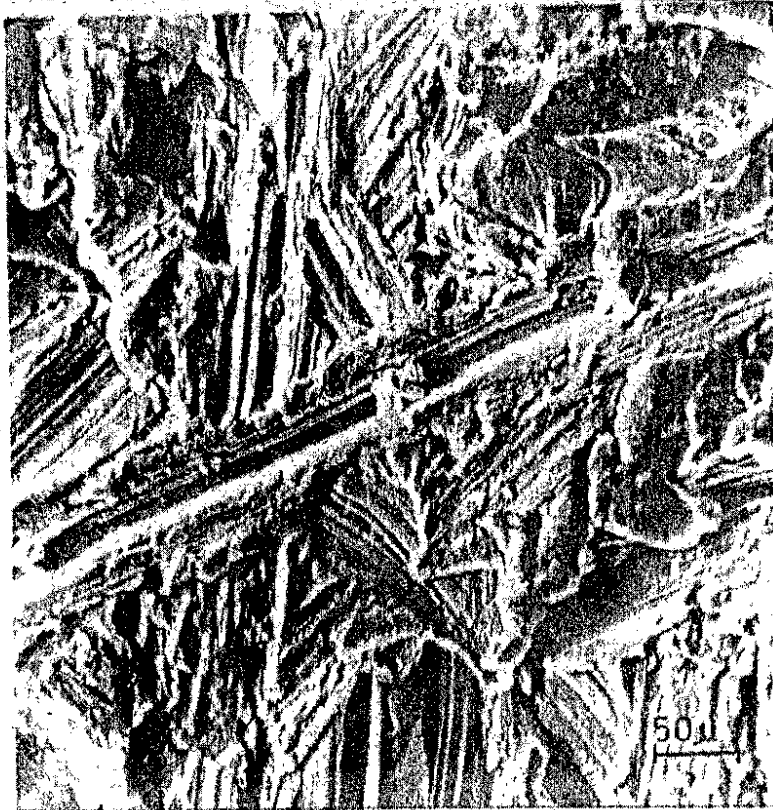


Muestra rugosa 1a X200

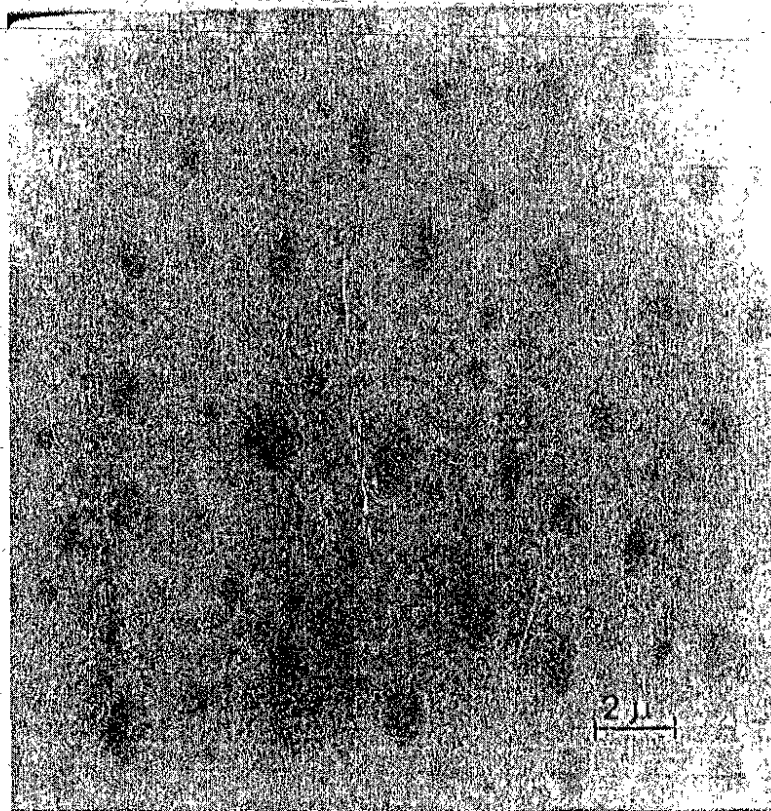


Muestra rugosa 6a X200

Fotos de las muestras 1a y 6a obtenidas mediante microscopio electrónico de Barrido.



Muestra rugosa 8a X200



Muestra pulida I X5000

Fotos de las muestras 8a y I., obtenidas mediante microscopio electrónico de Barrido.

rrido, las que dan una idea del tipo de muestras que se utilizaron en los experimentos.

Los experimentos con la geometría I se efectuaron bombardeando una a una el conjunto de muestras rugosas, e intercalando muestras pulidas. Los resultados muestran en todos los casos para las muestras pulidas, un espectro de forma aguda en el lado de alta energía y para las rugosas un espectro de forma suavizada; no existiendo diferencias entre los espectros correspondientes a muestras con diferente grado de rugosidad, ya que todos son iguales en perfil y generalmente en producción (al comparar los espectros de las muestras con mínimo y máximo grado de rugosidad, 1a y 8a, se observa que son idénticos), lo cual se piensa que se debe a que con estas condiciones geométricas el efecto de sombra es mínimo.

Se considera que el suavizamiento que presenta el espectro de una muestra rugosa respecto al de una pulida, se debe a un corrimiento de los puntos de parte que corresponde a superficie hacia lugares de menor energía, ocasionado por la pérdida de energía que sufren los iones retrodispersados de superficie, al atravesar los picos que forman la rugosidad. ?

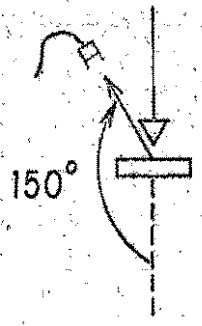
En el experimento se usaron protones de 300 KeV y 400 KeV, utilizando para ello dos diferentes aceleradores: un Cockcrof-Walton y un Dinagen.

La diferencia entre el espectro de una muestra pulida y una rugosa se presenta en la fig. 2.1.

La geometría II ($\alpha=45^\circ$ y $\theta=150^\circ$), se realizó igualmente que la geometría I a 300 KeV y 400 KeV, observándose en

$E_p = 300 \text{ KeV}$

— Muestra pulida
- - - Muestra Rugosa



Numero de Cuentas

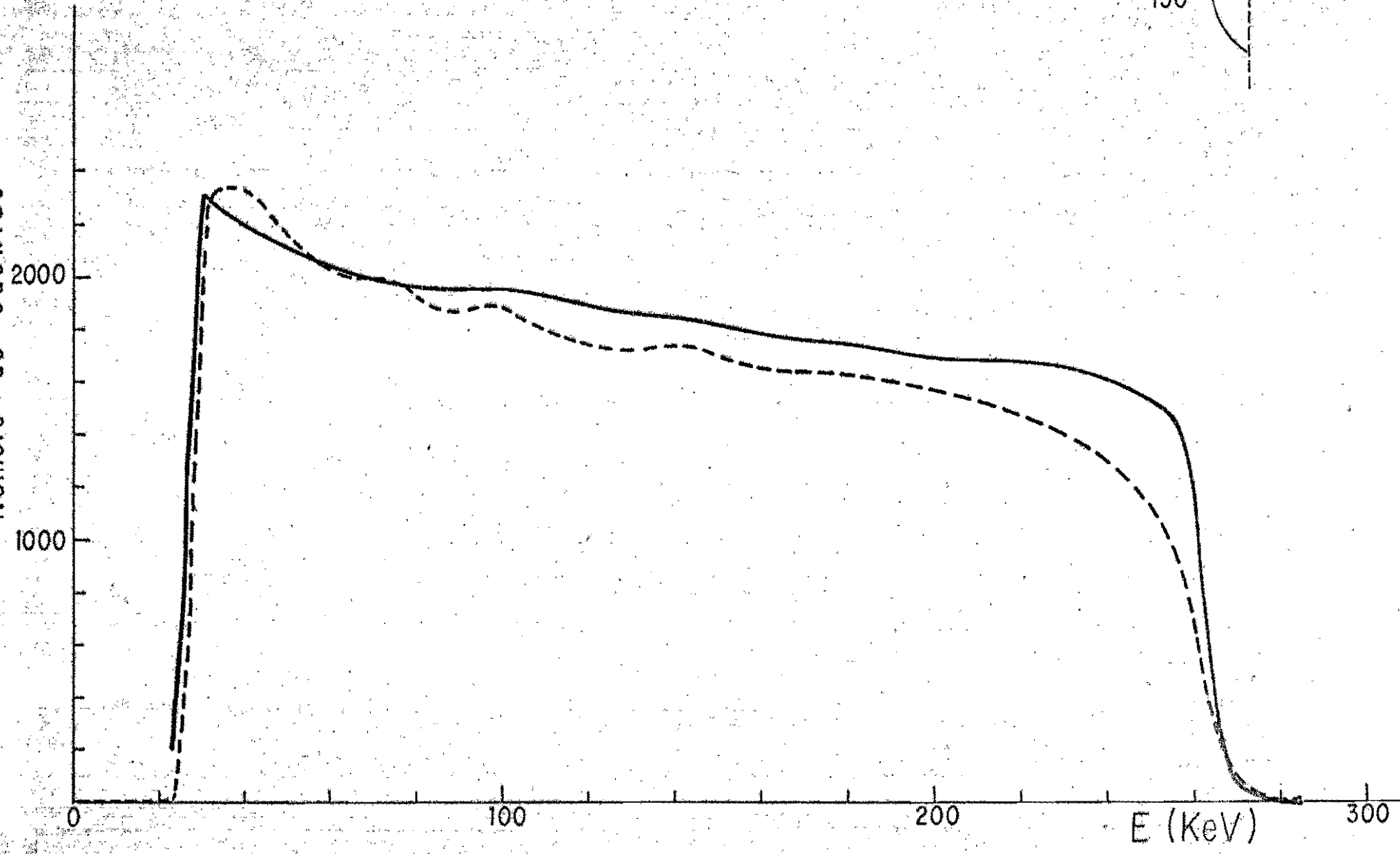


Fig.2.1. Espectros de energía de protones dispersados en muestras pulida y rugosa de Al.

los resultados la misma diferencia encontrada con la anterior geometría, es decir, un espectro de forma aguda correspondiente a las muestras pulidas y un espectro de forma suavizada para las muestras rugosas. Por no aportar ninguna nueva información, no se reportan resultados.

Para la geometría III, aunque los valores de los ángulos son los mismos que en la geometría anterior, el detector cambia de lugar al quedar en una posición razante respecto a la superficie de la muestra, fig. 2.3, lo cual permite observar más iones retrodispersados provenientes de la superficie, en el caso de la muestra pulida.

Los resultados obtenidos presentan para la muestra pulida una mayor producción en la parte correspondiente a superficie (lado de mayor energía) lo cual no ocurre para las muestras rugosas, ya que su espectro es de forma suavizada, lo que se debe a la geometría y a la rugosidad de la muestra, debido a que se observarán iones que siendo retrodispersados en la superficie de la muestra, en su camino al detector atraviesan picos que forman la rugosidad, sufriendo pérdida de energía, lo que causa que el espectro se suavice como en el caso de la geometría I.

Los ángulos razantes que forman la geometría IV se escogieron con objeto de que los iones se dispersaran más a superficie, esperando de esta manera acentuar las diferencias entre los espectros de muestras rugosas y muestras pulidas.

Los resultados obtenidos muestran para el espécimen pulido el conocido espectro de forma aguda y para las mues-

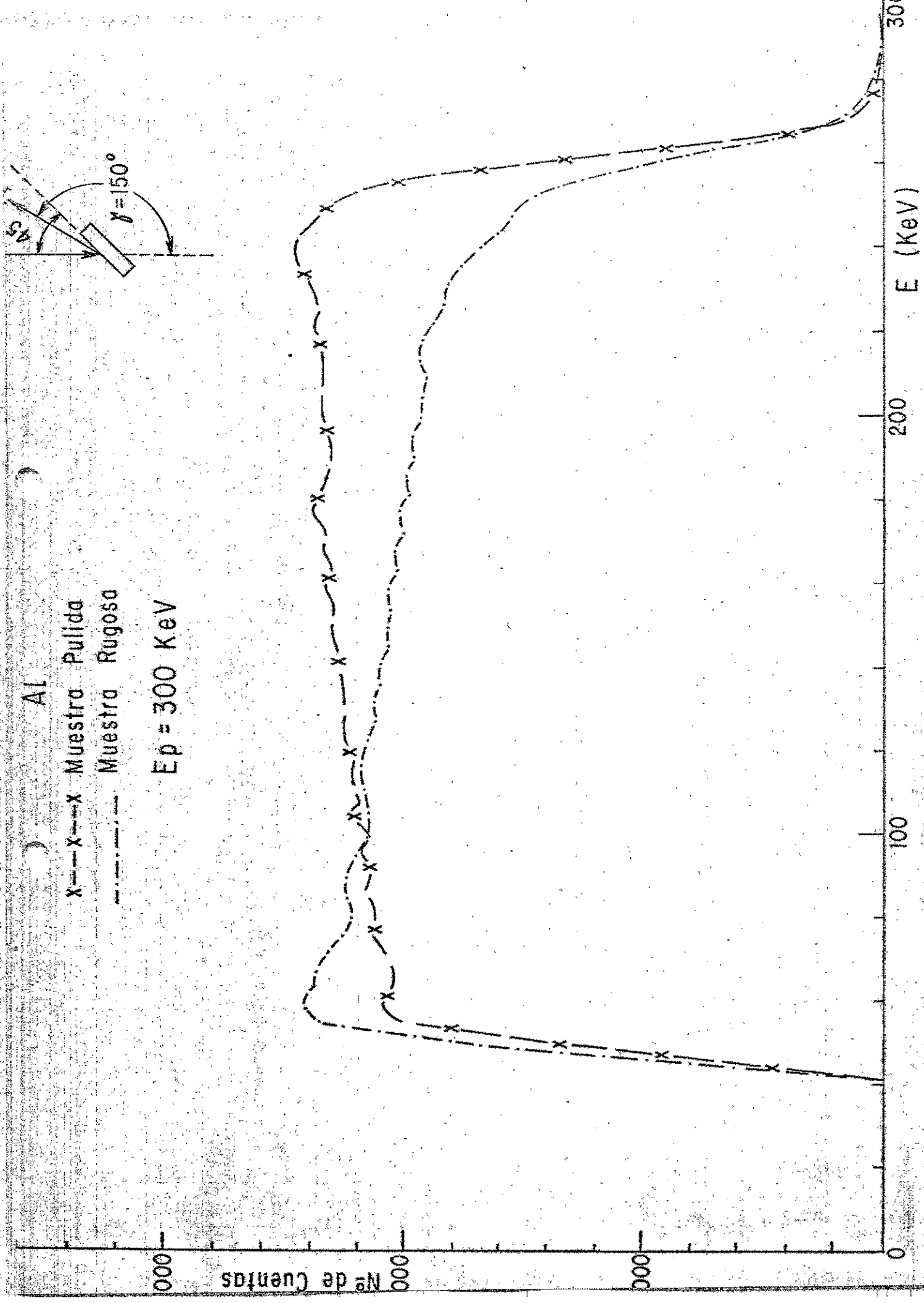


fig. 2.3. Espectros de energía de protones dispersados en muestras pulida y rugosa de Al, obtenido mediante la geometría III.

tras rugosas, espectros suavizados pero con diferencias de producción en la parte que corresponde a superficie, teniendo así diferencias entre muestras con diferente grado de rugosidad. En la gráfica se observa también que en los espectros que corresponden a muestras rugosas, éstos presentan colas altas a baja energía, las cuales corresponden a los iones con mínima energía (debido a la mayor sección), que por la geometría del experimento alcanzan a salir de la muestra y son observados.

En la fig. 2.4 se presentan los espectros de una muestra pulida y dos rugosas (con mínimo y máximo grado de rugosidad)

Respecto a geometrías, se presentan por último, distribuciones angulares para una muestra pulida y una rugosa, el detector se movió desde una posición inicial de 90° y avanzó en pasos de 4° hasta una posición final de 174° .

Para la muestra pulida, cuando se colocó en un ángulo de dispersión de $\theta=90^\circ$, se observaron sólo unas pocas cuentas que no muestran nada, ya que la probabilidad de que los iones que salgan retrodispersados paralelos a la superficie es muy escasa.

Los resultados mostraron que entre los ángulos $\theta=94^\circ$ y 110° se tenía poca producción y la pendiente del espectro era positiva, que a 110° aumentaba la producción y la pendiente era cero y que al aumentar el ángulo de dispersión aumentaba la producción para luego disminuir cambiando el signo de la pendiente a negativo.

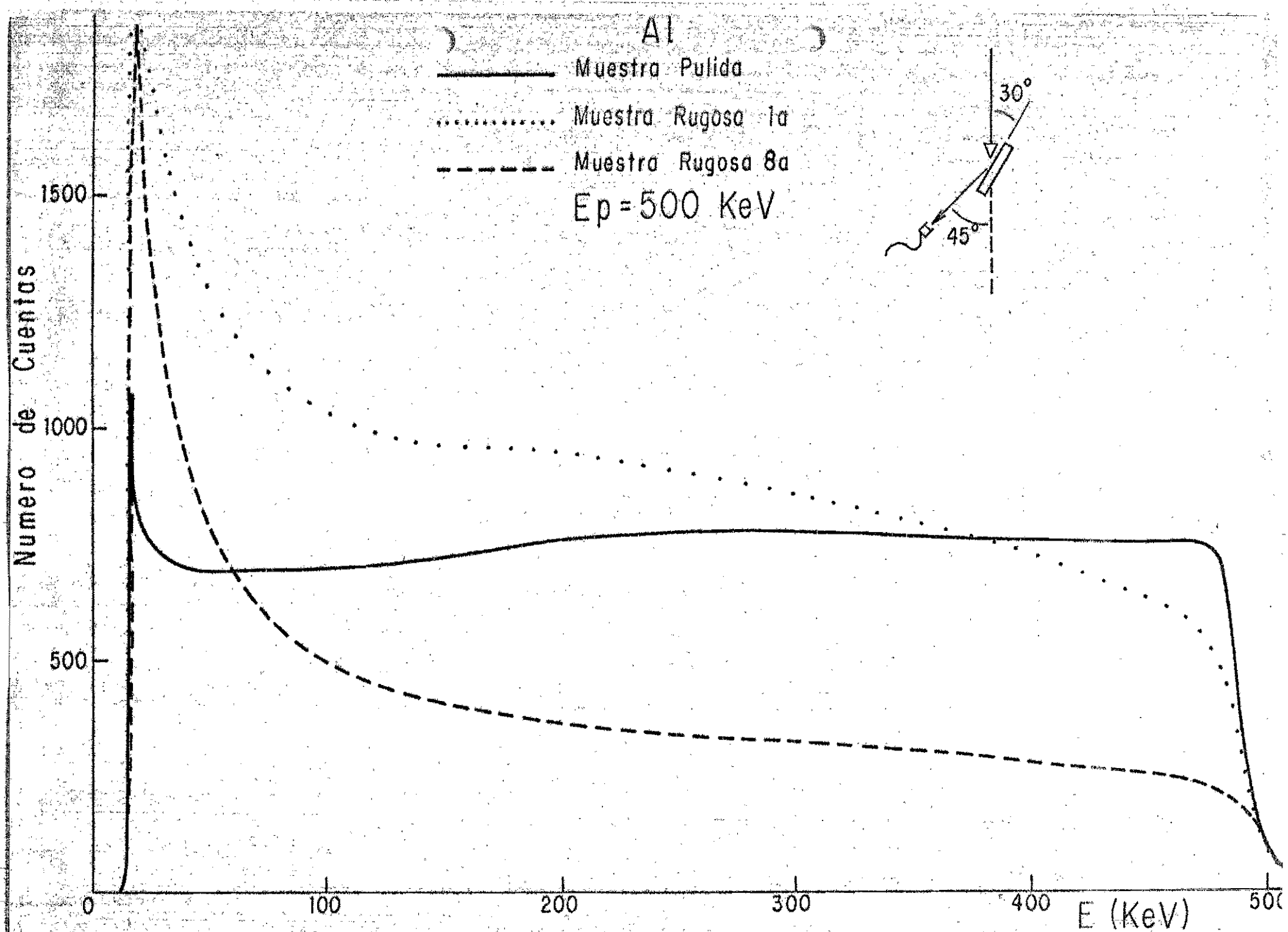


Fig. 2.4. Espectros de energía de protones dispersados en muestras pulida y rugosa, obtenidos mediante la geometría IV con iones incidentes de 500 KeV.

Como resultado del experimento se observaron tres cambios: la variación en la producción, el cambio en el alcance y el cambio de signo en la pendiente de la producción.

Conocidos son los cambios que en alcance y producción se originan para muestras pulidas al variar el ángulo de dispersión. El cambio de signo en la pendiente de la producción, se debe a que cuando el detector se encuentra próximo a $\theta=90^\circ$, (posición rasante respecto a la superficie de la muestra), se observarán preferentemente iones retrodispersados de superficie que a profundidad, al crecer el ángulo de observación se llega a un punto de equilibrio en el cual se observan tanto iones provenientes de la superficie que de profundidad, momento en el cual la pendiente de la producción es cero, al seguir creciendo el ángulo de dispersión se observa un mayor número de iones dispersados de capas profundas (iones de menor energía), con lo cual cambia el signo de la pendiente. fig.2.5.

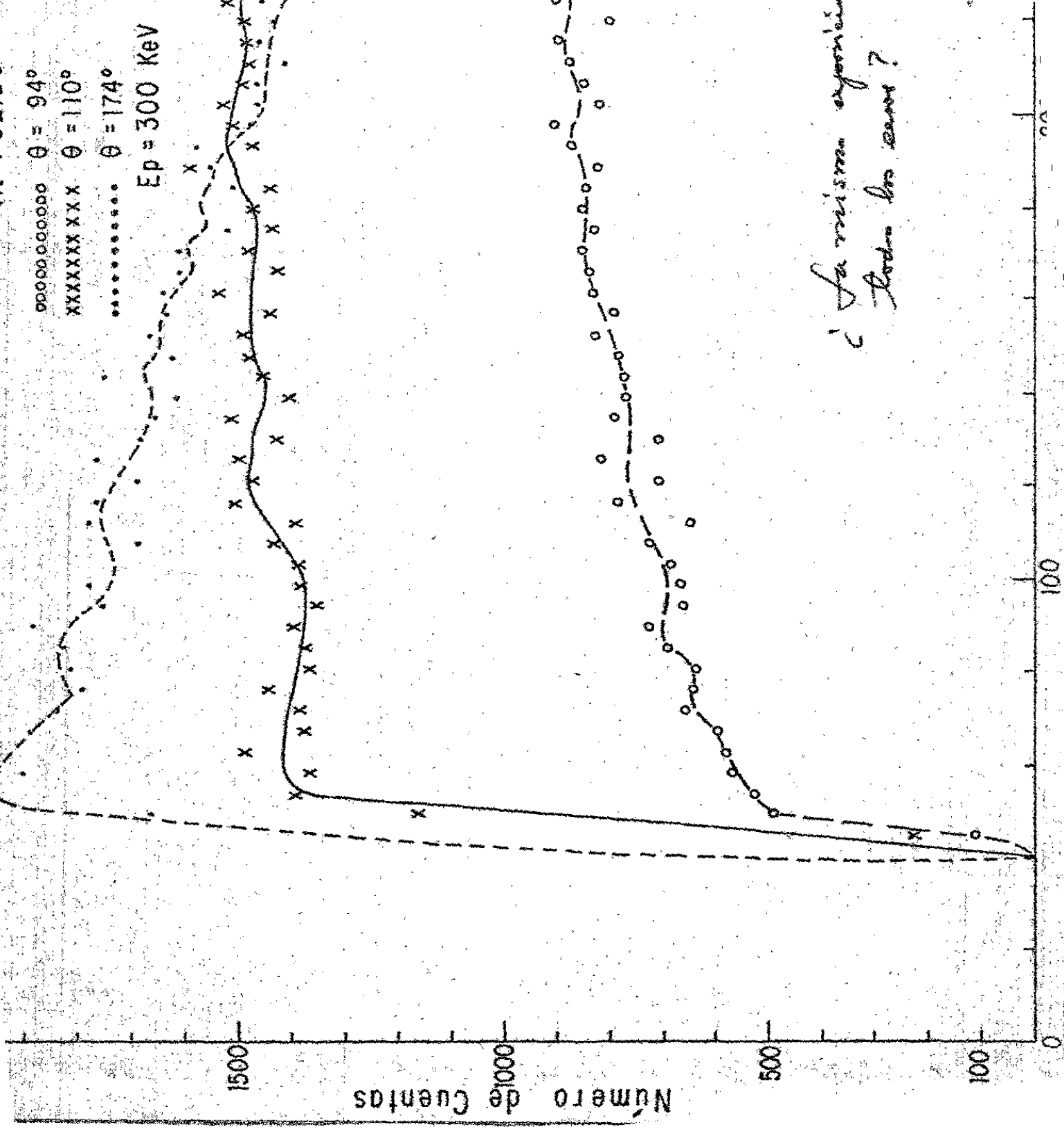
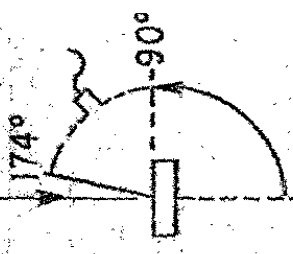
La muestra rugosa presentó los siguientes cambios:

Para la posición de dispersión $\theta=90^\circ$ al igual que para la muestra pulida se tuvieron muy pocas cuentas, tal que el resultado no se puede considerar. A partir de $\theta=94^\circ$ se observa que aumenta la producción y que contrario a la muestra pulida, la pendiente del espectro es negativa desde un principio, la cual se mantiene al aumentar el ángulo de dispersión hasta 174° , aumentando también la producción hasta llegar al ángulo 118° a partir del cual el aumento no es considerable y los cambios se pueden considerar variaciones estadísticas;

fig.2.5 Espectros de energía de protones dispersados en una muestra pulida de Al, para diferentes ángulos de dispersión.

AL PULIDO

ooooooo $\theta = 94^\circ$
xxxxxxx $\theta = 110^\circ$
..... $\theta = 174^\circ$
Ep = 300 KeV



¿La misma exponencia en todos los casos?

respecto al alcance, éste es máximo cuando $\theta=94^\circ$ el cual va disminuyendo al crecer θ .

Comparando los resultados obtenidos con ambas muestras se tiene que ambas presentan variaciones en producción siendo difícil decir para la muestra pulida a qué ángulo se tiene el máximo en producción dado el cambio de pendiente que presenta, cambio que no se tiene en la muestra rugosa, ya que la pendiente es negativa desde los 94° hasta 174° ; respecto al alcance para una muestra pulida éste se inicia en un canal para después aumentar y decrecer hasta un canal menor que en el que se inició, mientras que para una muestra rugosa el alcance se inicia con el que es su alcance máximo y comienza a disminuir sucesivamente hasta llegar a su mínimo cuando tiene el mismo alcance mínimo de una muestra pulida.

Para una muestra rugosa, se observa que al crecer el ángulo de dispersión, el efecto de sombra (debida a la rugosidad) disminuye de tal manera que a un ángulo de observación grande ($\theta=174^\circ$), no se puede decir a qué tipo de muestra corresponde el espectro, ya que se confunde con el espectro de una muestra pulida.

Los resultados obtenidos con la muestra rugosa se presentan en la gráfica 2.6.

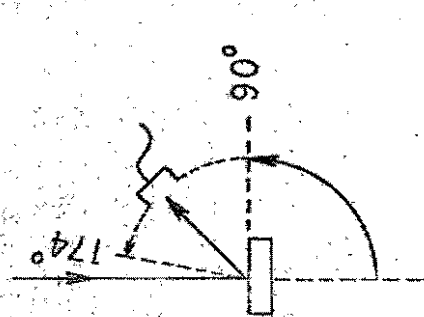
Se observó que al girar las muestras rugosas no se tuvieron cambios en los espectros, notándose que el número de cuentas total del espectro variaba, dentro de un 20 % para la muestra 1a, cuando se hacía incidir el haz sobre puntos diferentes de la superficie y variaba sólo dentro de un 2 % a un

Fig.2.6. Espectros de energía de protones dispersados en una muestra rugosa de Al, para diferentes ángulos de dispersión.

AL INICIAL 1000000

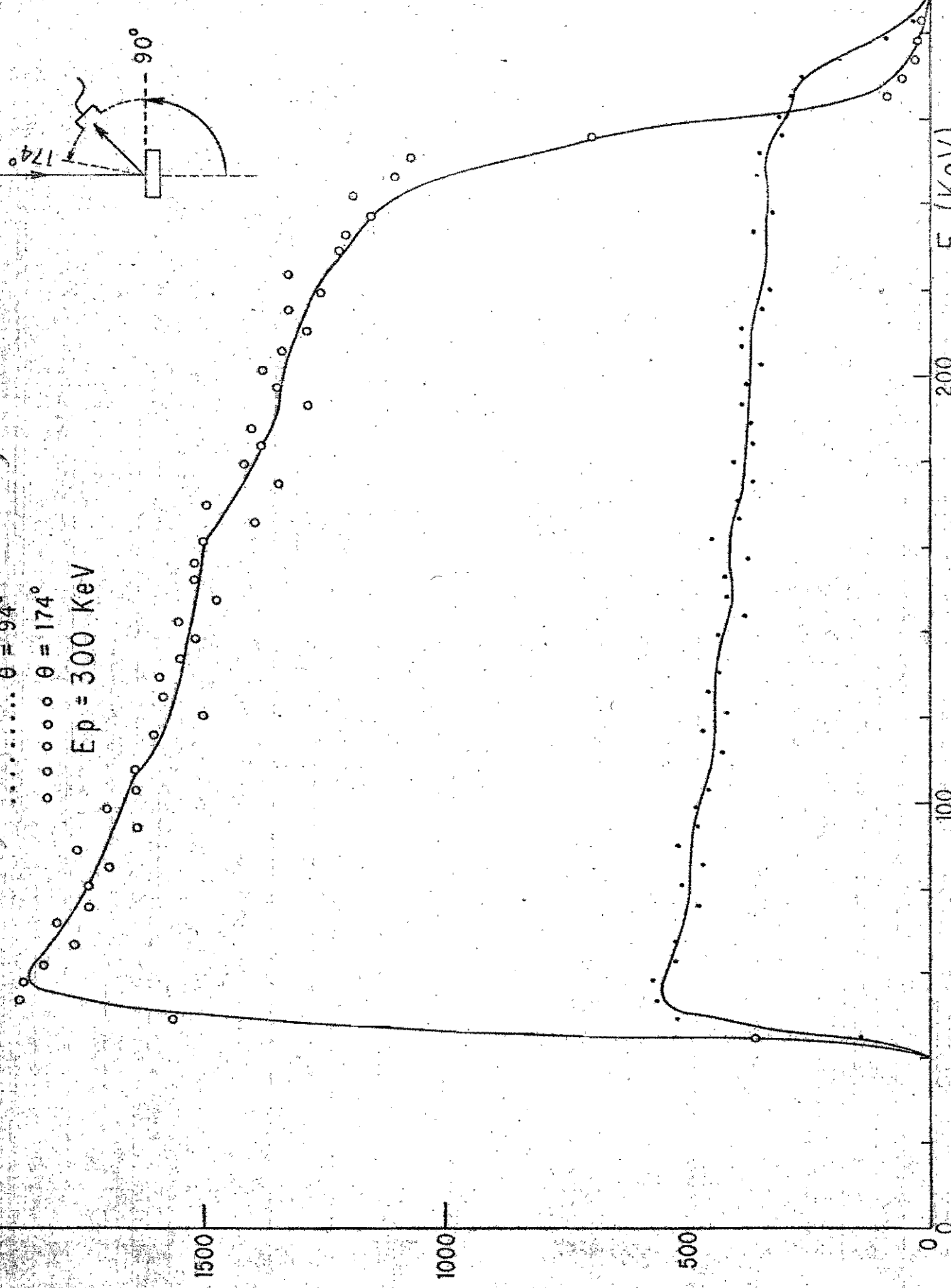
..... $\theta = 94^\circ$
..... $\theta = 174^\circ$

$E_p = 300 \text{ KeV}$



Numero de cuentas
1500
1000
500
00

E (KeV)
200
100
00



3 % para el resto de las muestras rugosas, al incidir el haz en puntos diferentes.

Debido a que con un haz de diámetro pequeño se mejora la resolución en energía y se tiene una menor dispersión angular, es conveniente el uso de un sistema fino de colimación. Sin embargo, un sistema así presenta problemas de alineación, a falta de la cual se produce dispersión en las orillas de las aperturas de colimación, empeorando la resolución.

Los resultados que se presentaron en esta sección, se llevaron a cabo en tres laboratorios con tres aceleradores y equipo electrónico diferentes, realizándose además los experimentos a varias energías, encontrando en todos los casos, reproducibilidad.

ANGULOS RAZANTES

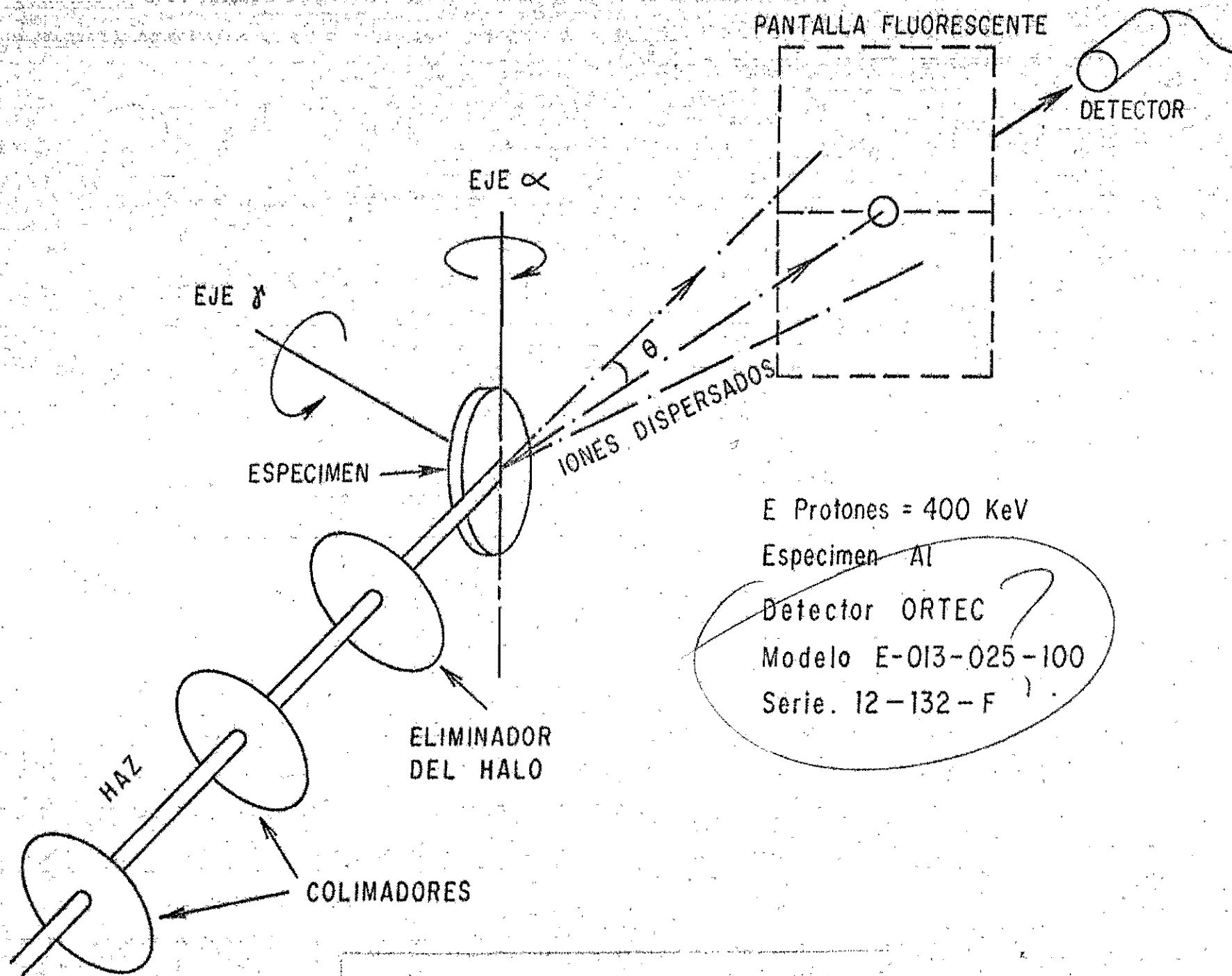
Con la finalidad de considerar únicamente el efecto de la rugosidad en la dispersión de iones, se realizaron estudios a ángulos razantes con dos muestras rugosas y una pulida del conjunto de muestras de aluminio. En los experimentos, los ángulos de incidencia α y de dispersión θ tomaron los valores $0^\circ \leq \alpha, \theta \leq 4^\circ$.

Debido a que estos resultados no se pueden tratar de igual manera que los obtenidos a ángulos grandes, únicamente se mencionarán algunos de ellos; el conjunto de los cuales se presentará posteriormente en otro trabajo.

Los experimentos se realizaron en la Universidad de Sussex, utilizando un acelerador Van de Graaff de 3 MeV y la cámara de dispersión de M.W. Thompson⁴, en la cual únicamente se detectan partículas dispersadas en el plano de la muestra ($\theta \leq \alpha$) Fig. II.1.

Los espectros se tomaron considerando para cada ángulo de incidencia, varios valores de θ ; en algunos casos también se giró la muestra, partiendo de una posición inicial arbitraria, ya que las muestras carecen de índices de referencia.

Para la muestra pulida, los resultados mostraron un pico sesgado, presentando la cola de baja energía una caída monotónica. Al crecer el ángulo de dispersión θ , el máximo del pico se corre hacia menor energía a la vez que éste se



E Protones = 400 KeV

Especimen Al

Detector ORTEC ?

Modelo E-013-025-100

Serie. 12-132-F

0.1mm.

Fig.II.1 Diagrama del montaje experimental.

ensancha Fig. II.2. Cuando la muestra se gira, con α y θ fijos, se observa que tanto la posición del máximo, como el perfil y la altura se conservan.

En el caso particular cuando α y $\theta=0^\circ$, el haz pasa ra-
zante a la superficie de la muestra, incidiendo directamente en el detector, debido a lo cual se observó un pico agudo co-
rrespondiente a los protones de 400 keV, que permite calibrar, determinando la energía por canal. Esto es útil ya que en los resultados obtenidos, los cálculos usuales de dispersión de Rutherford no son aplicables, pues debido a la dispersión múltiple no se observaba una regularidad en el comportamiento de la distribución de energía.

En el siguiente paso, se bombardeó la muestra menos ru-
gosa del conjunto 1b, tomándose espectros para los siguientes valores de los ángulos de incidencia y dispersión $0^\circ \leq \alpha \leq 2^\circ$ y $0^\circ \leq \theta \leq 4^\circ$. También se giró la muestra para algunos valores fijos de α y θ .

Los resultados muestran que para $\alpha=0^\circ$, se tiene un pico sesgado, cuyo máximo se corre hacia menor energía al crecer θ y cuya cola de baja energía, inicialmente ($\alpha=0^\circ$, $\theta=1^\circ$) presenta una caída monotónica, pero al crecer el ángulo de dispersión, la caída es brusca ($\alpha=0^\circ$, $\theta=2.5^\circ$), teniendo el lado de baja energía del pico una forma de hombro; también el pico se ensancha.

Se observa al girar la muestra, que tanto el perfil como la altura y el máximo cambian, así por ejemplo para $\alpha=1^\circ$ y $\theta=1.2^\circ$ fijos, se observó un espectro formado por una

Fig.II.2. Espectros de energía de protones dispersados a ángulos pequeños, en una muestra pulida.

AL PULIDA

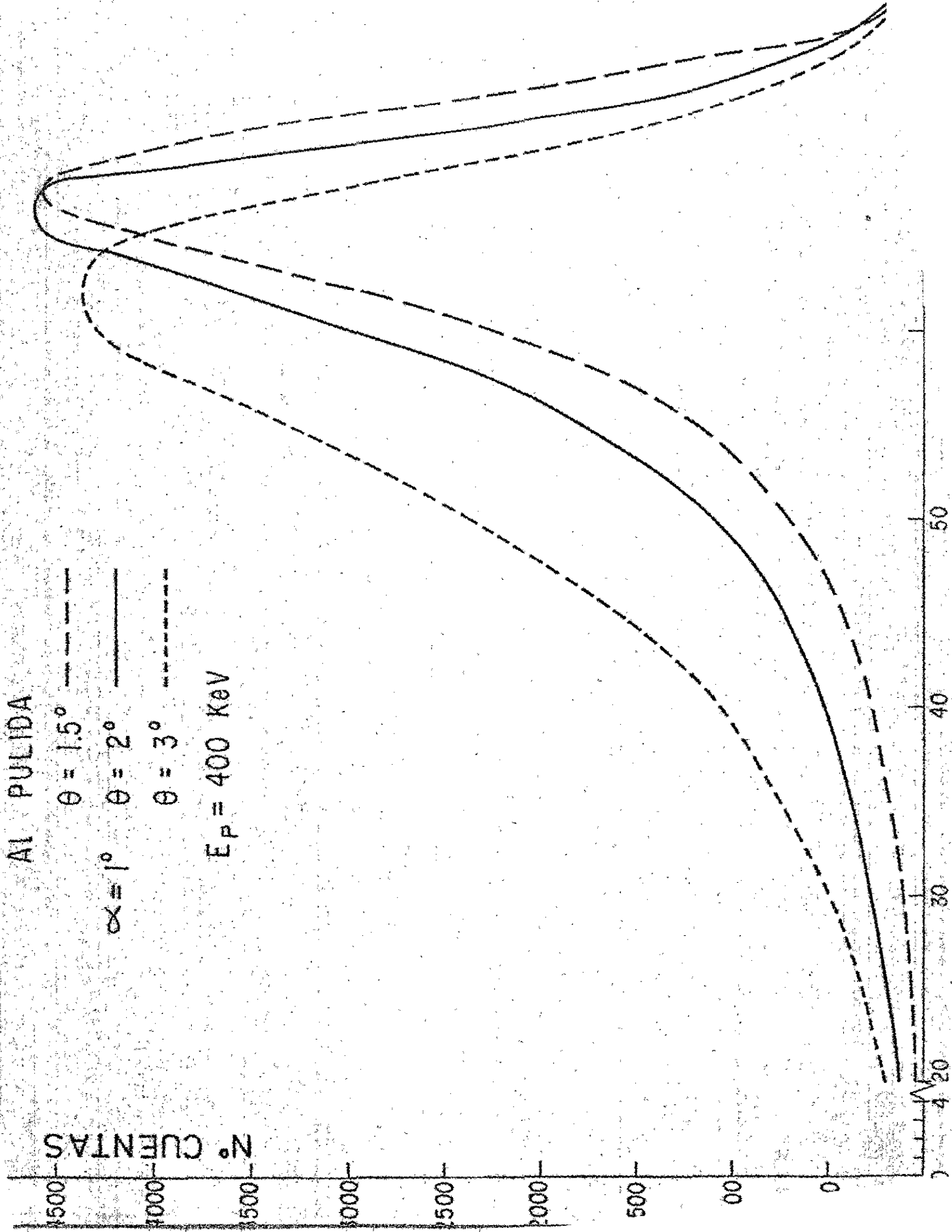
Nº CUENTAS

$\theta = 1.5^\circ$

$\alpha = 1^\circ$ $\theta = 2^\circ$

$\theta = 3^\circ$

$E_p = 400 \text{ KeV}$



curva en forma de domo y junto un pico agudo, en el lado de mayor energía.

Para $\alpha=2^\circ$, se observa un pico sesgado cuyo máximo se corre hacia menor energía a la vez que se ensancha al crecer θ y en el lado de baja energía del pico, la cola presenta una caída brusca, en forma de hombro, Fig. II.3.

Los siguientes resultados se obtuvieron al bombardear la muestra rugosa 6b (de las más rugosas del conjunto), con los mismos valores anteriores para los ángulos α y θ .

Cuando α y $\theta=0^\circ$, el haz incidió directamente en el detector, dando lugar a un pico agudo; al crecer θ , aparecen otros pequeños picos en el lado de menor energía, los cuales desaparecen dando lugar a un pico más ancho al continuar creciendo θ . El lado de menor energía del pico presenta una caída brusca, lo que ocurre de un modo general en la energía correspondiente al canal 25; tanto en la muestra rugosa 1b como en la 6b.

Para $\alpha=1^\circ$, se observan dos picos, que al crecer θ , el pico de mayor energía tiende a aproximarse al de menor energía, para finalmente unirse, formando uno solo.

Cuando α y $\theta=1^\circ$, al girar la muestra, los resultados presentan una variación en la posición del máximo, en la forma del perfil y en la producción. Lo anterior se presenta de una manera general, cuando se gira una muestra rugosa, lo cual se puede ver en la Fig. II.4 para $\alpha=1^\circ$ y $\theta=2^\circ$.

Se obtuvieron resultados en los cuales el espectro tiene la forma de una pirámide truncada, o de forma de domo, y

Fig.II.3. Espectros de energía de protones dispersados a ángulos pequeños en una muestra rugosa.

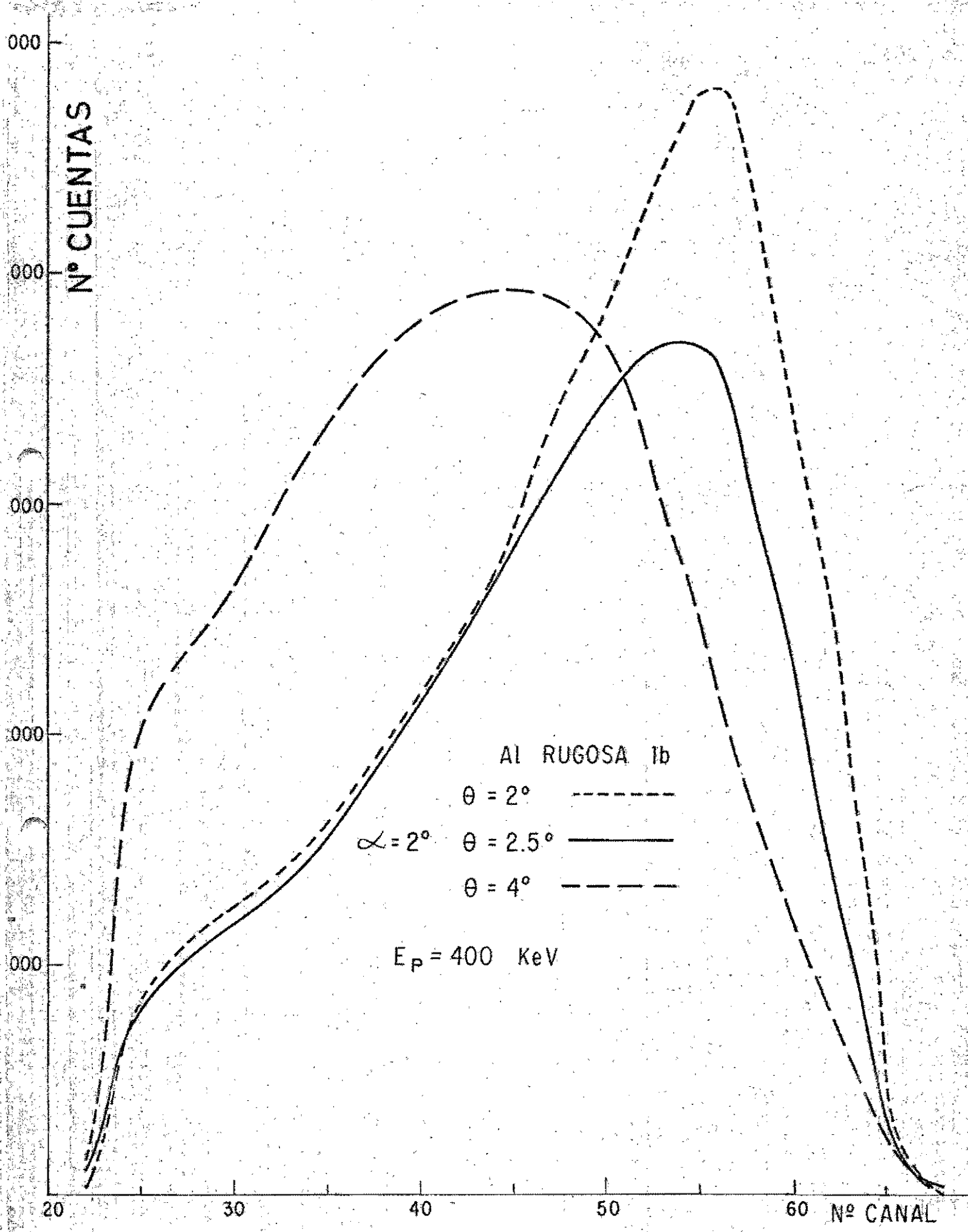


Fig.II.4. Espectros de energía de protones dispersados en una muestra rugosa, a ángulos pequeños y varias posiciones de giro.

$\alpha = 1^\circ, \theta = 2^\circ$

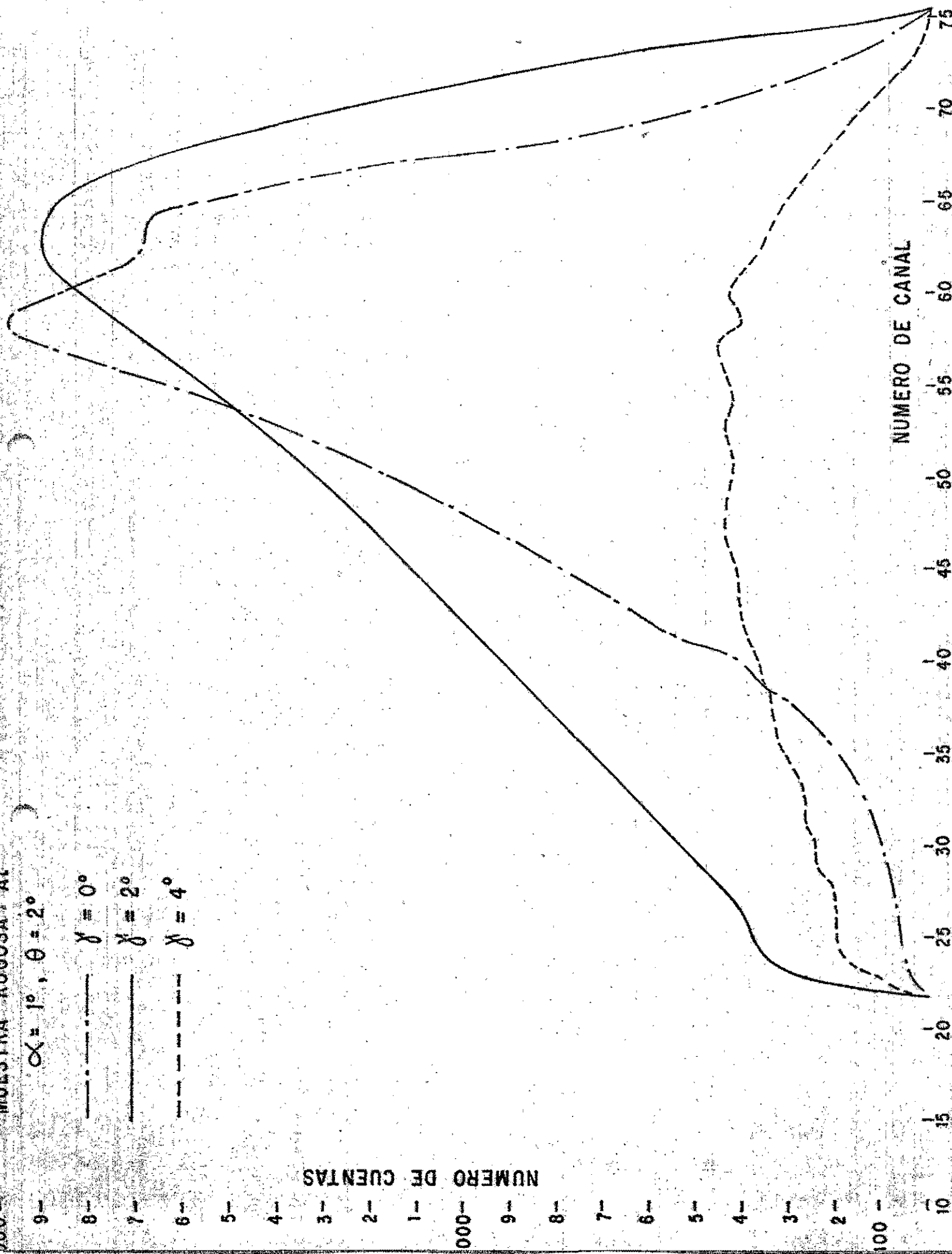
- · — · — $\gamma = 0^\circ$
- — — — $\gamma = 2^\circ$
- - - - - $\gamma = 4^\circ$

NUMERO DE CUENTAS

9—
8—
7—
6—
5—
4—
3—
2—
1—
000—
9—
8—
7—
6—
5—
4—
3—
2—
100—

NUMERO DE CANAL

15 20 25 30 35 40 45 50 55 60 65 70 75



no se puede determinar la posición del máximo.

Al comparar los resultados de las tres muestras, se tiene que la energía de los máximos siempre es mayor en la muestra pulida que la correspondiente a la rugosa No. 6, y los de ésta a su vez se encuentran a mayor energía que los de la muestra rugosa No. 1. Al girar las muestras, la posición del máximo, el perfil y la producción se conservan en la muestra pulida, lo que no ocurre en las rugosas. Se observa además de un modo general que el número de cuentas de la muestra pulida es aproximadamente del doble que en las muestras rugosas.

La posición del pico en el espectro de energía, da la más probable energía de las partículas dispersadas y la diferencia ΔE entre ésta y la energía incidente E_0 dividida entre E_0 , da la más probable pérdida de energía.

$$\eta = \Delta E / E_0$$

Si graficamos la más probable pérdida de energía η Vs. el ángulo de observación θ para un ángulo de incidente $\alpha = \text{cte.}$, se obtiene la siguiente gráfica, Fig. II.5, la cual muestra que al crecer el ángulo de dispersión aumenta la pérdida de energía y que para la muestra pulida, la más probable pérdida de energía es menor que para el caso de la muestra rugosa No. 1b.

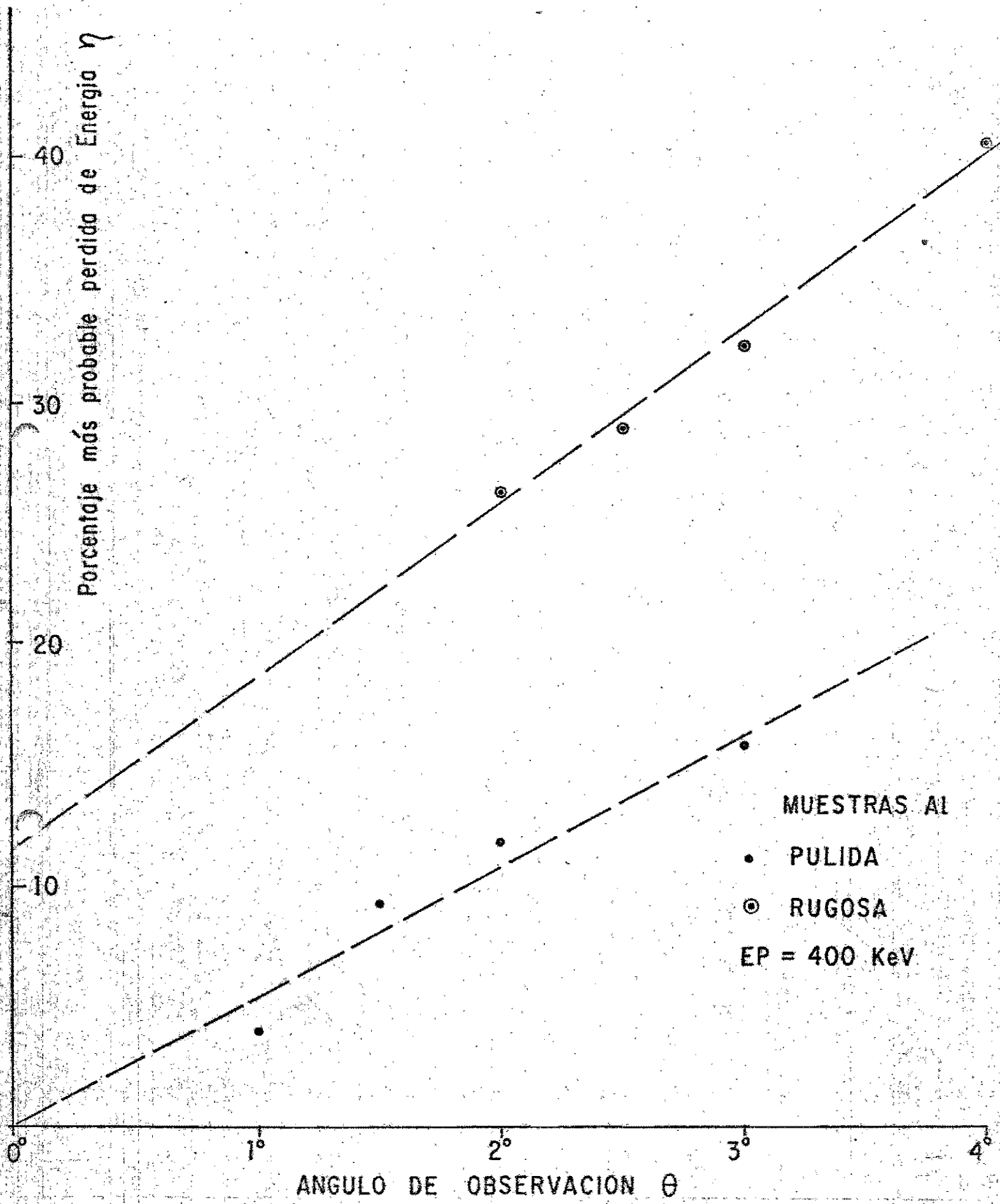


Fig. II.5 Gráficas de la más probable pérdida de energía η en función del ángulo de dispersión θ , para una muestra pulida y una rugosa.

En la planeación de los experimentos presentados, éstos no se propusieron como experimentos de dispersión múltiple, sino para observar únicamente el efecto de la superficie rugosa, por lo que no se consideraron algunos parámetros, como son la integración de la corriente y el ángulo sólido del detector, sin los cuales no se puede hacer un buen cálculo teórico de la distribución de las partículas detectadas y tampoco se pueden comparar las producciones de iones dispersados a diferentes ángulos de observación, al variar θ .

Para una comparación breve de nuestros resultados, nos referiremos al artículo de A.D.Marwick et.al.⁸, en el cual se propone un modelo que permite calcular la pérdida de energía debida a la dispersión múltiple.

Se ha encontrado, que tanto el espectro de energía como la intensidad de iones dispersados (esta última información no se cumple en nuestros resultados, por no haberse integrado la corriente) dependen del ángulo de dispersión θ , esta relación se puede explicar en términos de un modelo de dispersión plural, el cual en primera instancia desprecia cualquier potencial planar en la superficie.

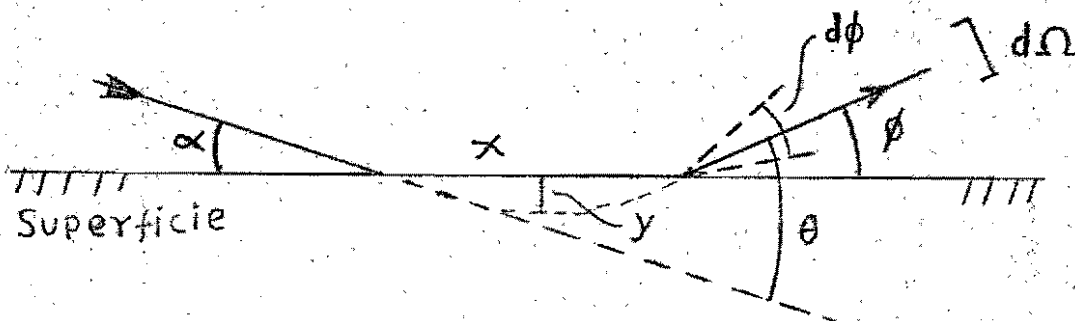


Fig.1. Notación para los experimentos de dispersión superficial.

Supone primeramente, que una partícula que ha penetrado al blanco recorre una distancia x bajo la superficie antes de salir, Fig.1. Como y , la profundidad de penetración es muy pequeña⁴, x será muy cercana a la longitud de la trayectoria de la partícula en el blanco. Para una partícula que ha recorrido una distancia x en la superficie, habrá una cierta probabilidad $P(\phi, x)d\phi$, de ser dispersada dentro del ángulo $d\phi$ en ϕ , suponen una forma gaussiana para P , esto es:

$$P(\phi, x)d\phi = \frac{\exp(-\phi^2 / \phi_0^2(x)) \cdot 2\pi\phi d\phi}{\phi_0^2(x)} \quad (1)$$

donde $\phi_0^2(x)$ es el ángulo cuadrático medio (valor más probable del promedio), después de recorrer una distancia x .

En el aparato, sólo las partículas que son dispersadas en el plano del haz incidente y la normal al cristal, llegan al detector. La corriente detectada, debido a las partículas con una trayectoria de longitud x , es:

$$I(\theta, x) = I_0 \frac{P(\theta, x)d\Omega}{2\pi\theta} \quad (2)$$

donde θ es el ángulo de dispersión en el plano, $d\Omega$ el ángulo sólido del detector, e I_0 es la intensidad del haz incidente. También la energía perdida en el proceso de dispersión está relacionada con la distancia recorrida, por la relación:

$$x = \int_0^x dx = \int_{E_0}^{E_0 - nE_0} \frac{dE}{dE/dx} = \int_{E_0}^{E_0(1-n)} \frac{dE}{S(E)} \quad (3)$$

siendo E_0 la energía incidente, $S(E)$ el poder de frenamiento y $E_0(1-n)$ es la energía final. Como una primera aproximación toman a S como constante. Entonces $x = \frac{nE_0}{S}$ (4)

Para completar los cálculos, se necesita conocer la forma de la función $\phi_0(x)$. Para dispersión múltiple por colisiones con un potencial de Coulomb, Williams⁹ mostró que $\phi_0(x) \propto \sqrt{x}$. Si el potencial Coulombiano es apantallado por una función de Thomas-Fermi, para tomar en cuenta los electrones del átomo, entonces, como Bernhard et. al.¹⁰ han mostrado, la relación cambia a $\phi_0(x) \propto x$.

En los experimentos de Bernhard la energía incidente fue entre 10 y 100 keV y el ángulo de dispersión llegó a 10 grados. En otros experimentos similares, Hogberg et. al.¹¹, han encontrado buen acuerdo con la misma teoría.

En su caso, para un blanco de número atómico grande y energías pequeñas, consideran el potencial apantallado.

Entonces toman $\phi_0 = \frac{x}{\lambda}$

$$\text{con } \lambda = \frac{E}{0.5814 E_{TF} \pi a_{TF}^2 N} \quad (5)$$

para x pequeñas, siendo E la energía,

$$E_{TF} = \frac{ZZ_1 Z_2 e^2}{a_{TF}}$$

es una energía característica, a_{TF} es el radio apantallado de Thomas-Fermi y N es la densidad atómica del blanco. Para energías altas la expresión de Williams⁹ será una mejor aproximación. *(Por qué?)*

Sustituyendo (4) en (5) se tiene

$$\phi_0 = Kn$$

con
$$K = \frac{E_0}{\lambda S} \quad (6)$$

Como una primera aproximación, se desprecia la dependencia de λ en energía y se cambia E por E_0 en la ecuación (5).

Sustituyendo en (2)

$$I(\theta, n) = I_0 \frac{\exp\{-(\theta^2 / K^2 n^2)\}}{K^2 n^2} \quad (7)$$

$I(\theta, n)$ es así una función que describe tanto el espectro de energía como la distribución angular de las partículas dispersadas. I es una función de n , con un máximo en el punto

$$n^* = \frac{\theta}{K} \quad (8)$$

que corresponde al pico en el espectro de energía. Para obtener la distribución angular de la intensidad dispersada se debe observar que las partículas dispersadas con $\theta < \alpha$ no pueden escapar de la superficie. Por lo cual

$$I(\theta) = \begin{cases} 0, & \theta < \alpha \\ I_0 \frac{\int_{\Omega} \exp[-(\theta^2/k^2 n^2)] d\Omega}{K^2 n^2}, & \theta \geq \alpha \end{cases} \quad (9)$$

a una pérdida de energía particular, n .

Marwick et.al.⁸, al usar la relación (8), consideran que el potencial es apantallado y como primera aproximación toman a S como constante.

De sus resultados experimentales, al graficar n , como función del ángulo de dispersión θ , se obtiene que $n \propto \theta$, con lo cual muestran el acuerdo con la teoría.

En nuestro caso, el blanco fue de un número atómico pequeño ($Z=13$) y la energía de 400 KeV.

En los resultados que se presentan en la Fig. II.5, se grafica la más probable pérdida de energía fraccional \hat{n} como función del ángulo de dispersión. Se realizaron algunos cálculos en los que se consideró la expresión $\hat{n} = k\theta^T$, de la cual al calcular el exponente T , se obtiene la forma de la función \hat{n} ; encontrándose para la muestra pulida que T es .8 (del orden de 1), por lo que $\hat{n} \sim k\theta$, mientras que para la muestra rugosa el exponente T es .6 (del orden de 1/2), con lo que la forma de la función es $\hat{n} \sim k\theta^{1/2}$.

Respecto al poder de frenamiento S , para la muestra pulida, se puede considerar casi constante ya que varía de un 5% a un 8%, no ocurriendo lo mismo para la muestra rugosa, porque las variaciones de S , van de un 14% a un 23% por lo cual hay que hacer una corrección en (4), cuando S no es constante.

El procedimiento consistiría en adaptarle un polinomio a la curva de poder de frenamiento del elemento que forma la muestra, o en su caso hacer una integración numérica para determinar el valor correspondiente a S , para cada energía.

CONCLUSIONES Y SUGERENCIAS

Un problema fundamental que se presenta en el estudio de los efectos que produce la rugosidad, es la definición de lo que debe entenderse por rugosidad. El concepto que se tiene es más bien intuitivo y no existe un criterio formal que lo defina. Uno de los objetivos de este trabajo consiste en poder determinar cuando un espécimen se puede considerar pulido o rugoso. *¿Definición de qué?*

Los resultados obtenidos, mostraron de una manera general la pérdida de energía que sufren los iones en las muestras consideradas rugosas, hecho que se manifestó en una menor producción y alcance en algunos casos y en el cambio de la forma del perfil en otros, lo que dependió de las características de la muestra y de la geometría del montaje experimental, quedando por ver si también de las características del ión.

Se ha encontrado que es posible determinar el grado y forma de la rugosidad, ya sea mediante cálculos⁷ o experimentalmente, como es el caso mediante la geometría llamada IV y si se trata de una muestra rugosa regular o irregular, mediante el giro de la muestra.

Se estableció de una manera general, la reproducibilidad de los resultados a ángulos grandes, ya que como se ha mencionado, los resultados se obtuvieron bajo diferentes condiciones experimentales tanto de aceleradores como de equipo asociado.

Debido al problema que se presenta para poder decir cuándo una muestra es rugosa o pulida, el sistema presentado sería un criterio que permitiría clasificarlas, ya que como se ha visto en el caso de las muestras cuya rugosidad es irregular (próximamente a muestras reales), tanto éstas como las muestras pulidas tienen un espectro característico que permite identificarlas por sí mismas. Mientras que las muestras con rugosidad regular, se identifican mediante comparación con una muestra pulida. Si se gira una muestra con rugosidad regular, se producen cambios en la producción y en el perfil del espectro, con excepción de cuando se hace uso de las geometrías I y II.

Los efectos anteriores no se observan cuando se trata de muestras rugosas irregulares o pulidas.

Se considera que el método usado es una forma conveniente en el análisis que nos ocupa, pero es útil complementarlo con otros métodos, como se vio con la técnica de RX inducidos por protones, que además de ser fácil de realizar hace uso del mismo acelerador utilizado para retrodispersión. Se espera además complementarla con la técnica de ESCA.

Para las muestras de rugosidad irregular a ángulos pequeños, por el hecho de que éstas carecen de índices de referencia, no es posible asegurar la reproducibilidad de los resultados, por lo cual sería conveniente repetir los experimentos para poder saber si la hay y establecer hechos generales.

Debido a que quedaron algunos experimentos por realizar, por falta de algunos elementos como son otros tipos de detec

tores, un sistema fino de colimación de varias rejillas, que no presente problemas de alineación y en otros casos por no ser suficiente la información de que se dispone, debido a que los experimentos se realizaron una sola vez, se considera conveniente repetir algunos de ellos para ver si son reproducibles, que de ser así permitirían establecer formas generales de trabajo. Se sugiere en otros casos realizar nuevos experimentos como en el que se propone usar un detector anular, el cual permitiría observar si a un ángulo de dispersión de 180° el efecto de sombra de la rugosidad es nulo, cuyos resultados de ser los previstos, ayudarían a confirmar las ideas propuestas.

Finalmente, se mencionará que se está trabajando en un modelo teórico mediante un programa de computadora, el cual permita reproducir los resultados experimentales. Hasta ahora el programa ha funcionado para el caso de las muestras pulidas, el paso siguiente consiste en trabajar con muestras con rugosidad regular y poder reproducir los resultados obtenidos experimentalmente.

REFERENCIAS

- 1.- R.D. Edge and W.F. Lankford.
Proceedings of International Conference on Solid
State Physics Research with Accelerators.
Sep. 25-28, 1967, p. 167-178.
Brookhaven, N. Y. U.S.A.
- 2.- J.F. Ziegler, J.W. Mayer and W.K. Chu.
Material Analysis by Nuclear Backscattering.
IBM Research, March 14, 1975.
- 3.- G.M. McCracken.
Rep. Prog. Phys. (1975), 38, p. 241-327.
- 4.- D.W. Palmer, M.W. Thompson and P.D. Townsend.
Atomic Collision Phenomena in Solids.
North-Holland Publishing Company, 1970.
- 5.- G. Dearnaley.
Rep. Prog. Phys. (1969), 32, 4, p. 405.
- 6.- J. Rickards, A. Barragán et al.
Revista Mexicana de Física 23 (1974),
FA55-FA73.
- 7.- Samuel Meraz.
Tesis Profesional.
- 8.- A.D. Marwick et al.
Radiation effects 1971, Vol. 10, p. 49-54.
- 9.- E.J. Williams, Proc. Roy. Soc.?
(London), 531 (1939).
- 10.- F. Bernhard et al.
"Atomic Collision Phenomena in Solids".
Edited by Palmer, Thompson and Townsend,
North-Holland, 1970, p. 663.

- 11.- G. Hogberg et al.
Nucl. Instr. and Methods, to be published.
- 12.- Lindhard J. and Scharff M.
1961 Phy. Rev. 124, 128-30.
- 13.- Bethe, H. A.
Rev. Mod. Phys. 22, 213 (1950).

A G R A D E C I M I E N T O S .

Al Dr. Alonso Fernández.

Al Sr. Karim López por su Asistencia Técnica.

Al Ing. Francisco Mercado por su decidido apoyo

y a la Srta. Ana Luisa López por su trabajo de mecanografía.