UNIVERSIDAD CENTRAL DE VENEZUELA FACULTAD DE CIENCIAS ESCUELA DE FÍSICA



Determinación de secciones eficaces de producción de rayos X característicos tipo L y M generados mediante impacto electrónico

Trabajo especial de Grado presentado ante la ilustre Universidad Central de Venezuela por el Lic. Eli Halagüi Ledezma para optar al título de Licenciado en Física

Tutor: Carlos E. Rojas

Caracas, Abril del 2010

Resumen

Se determinaron las secciones eficaces de producción de rayos X tipo L y M de los elementos Au, Ta y Mo, para un rango de energías del haz electrónico entre un valor cercano al umbral de ionización correspondiente y una energía máxima de 30 keV. Para ello se midió mediante un espectrómetro EDX, el número de fotones X característicos $N_L(E)$, $N_M(E)$, emitidos por el espécimen bombardeado con N_e electrones de energía E. Luego, estos datos fueron convertidos en secciones eficaces de producción de rayos X característicos, al tomar en cuenta el espesor de las películas delgadas que se utilizaron como muestras experimentales, la concentración atómica, el número de electrones impactantes, la eficiencia del detector y el ángulo sólido de detección.

En procura de minimizar la proporción de electrones retrodispersados, las muestras experimentales se elaboraron depositando, mediante la técnica de pulverización catódica, películas delgadas de los elementos mencionados sobre películas delgadas de carbón, utilizando rejillas de cobre de las usadas en TEM como soportes para el conjunto. Los espesores de las películas se determinaron mediante un microscopio de fuerza atómica, al medir la altura de "escalones" de material depositado, creados mediante la colocación de máscaras sobre pastillas de silicio durante la pulverización.

Se determinaron las secciones eficaces de producción de rayos X por impacto electrónico Au-La, Au-L β , Au-Ma, Ta-Ma y Mo-L, encontrándose una tendencia polinomial de segundo grado en dichas medidas.

Palabras claves: Sección eficaz, producción de rayos X característicos, espectrómetro EDX, películas delgadas.

Quienes suscribimos, miembros del Jurado Evaluador designado por el Consejo de la Escuela de Física de la Facultad de Ciencias de la Universidad Central de Venezuela, para examinar el Trabajo Especial de Grado del Licenciado Eli Halagüi Ledezma, que fue titulado: **Determinación de secciones eficaces de producción de rayos X característicos generados mediante impacto electrónico**, para optar al título de Licenciado en Física, en la mención de Física Experimental, considerando que dicho trabajo cumple con los requisitos exigidos en los reglamentos respectivos, lo consideramos **APROBADO**.

Dra. María C. Hernández

Dra. Gema González

Dr. Carlos E. Rojas Tutor

Índice

Introducción	6
Capítulo I: Planteamiento de la investigación	
Comentarios generales	8
Sobre los antecedentes de esta investigación	10
Sobre la definición de los objetivos de esta investigación	13
Capítulo II: Prolegómenos alrededor de las secciones eficaces de producción o	le rayos X
Secciones eficaces desde la perspectiva geométrica	16
Una definición general de la sección eficaz	16
Sección eficaz de colisión o impacto	19
Sección eficaz de colisión microscópica	23
Secciones eficaces desde la perspectiva fenomenológica	25
Sección eficaz como medida de probabilidad	25
Sección eficaz de radar	28
Sección eficaz de ionización de átomos	30
Capítulo III: Algunos tópicos teóricos y tecnológicos relacionados con esta inv	vestigación
Sobre los Rayos X	
Producción de rayos X	34
Rayos X característicos	
Detección y medición de rayos X	39
Espectrómetro dispersivo en energía	40
Sobre las Películas Delgadas	42
Pulverización catódica	
Microscopio de fuerza atómica	
Capítulo IV: Desarrollo de la metodología experimental de esta investigación	
Procedimiento experimental	48
Sobre el objeto de medición	
Planteamiento del experimento	49
Montaje experimental	52
Películas delgadas	52
Elaboración de las muestras	56
Accesorios de medición	58
Montaje experimental final	61

electrónico. Resultados	aracterísticos por impacto
Adquisición de los espectros	
Analisis y tratamiento de la información obtenida	
Resultados	
Conclusiones	76
Sobre la noción de sección eficaz como herramienta	//b
Sobre la noción de sección eficaz como herramienta Sobre el procedimiento experimental	
Sobre la noción de sección eficaz como herramienta Sobre el procedimiento experimental Sobre el montaje experimental y los accesorios de m	
Sobre la noción de sección eficaz como herramienta Sobre el procedimiento experimental Sobre el montaje experimental y los accesorios de m Sobre el análisis de los datos y la formulación de los	
Sobre la noción de sección eficaz como herramienta Sobre el procedimiento experimental Sobre el montaje experimental y los accesorios de m Sobre el análisis de los datos y la formulación de los Comentarios finales	76 77 edición

Introducción

En principio, este trabajo se inscribió en la misma línea general de investigación correspondiente al Trabajo Especial de Grado de la Licenciada Mayra Peralta (2007), en donde se determinó la influencia de diversos parámetros experimentales, sobre la intensidad de los rayos X característicos emitidos por películas delgadas al ser impactadas por un haz de electrones energéticos; algunos de estos parámetros fueron la corriente del haz electrónico, los tipos de sustrato que soportaron a las películas, y la inclinación de éstas respecto del haz.

En el caso de la presente investigación, se determinaron las secciones eficaces de producción de rayos X característicos de capas electrónicas internas L y M, para los elementos Au, Ta y Mo, mediante impacto electrónico dentro de un rango dado de energías del haz incidente. Ello implicó el desarrollo de un método para efectuar estas mediciones, que procurara la minimización de la incertidumbre propia del acto de medición, lo que llevó a idear muestras experimentales con una arquitectura tal, que la proporción de electrones retrodispersados respecto de los electrones incidentes del haz, fuese despreciable. Así, se elaboraron películas muy delgadas de los materiales mencionados, sobre películas delgadas de carbón, soportando todo el conjunto sobre rejillas de cobre. Estas muestras se acoplaron a celdas de Faraday de grafito, para medir con mayor exactitud la corriente del haz electrónico incidente.

Se ha dividido este escrito en cinco capítulos, más una última sección donde se detallan las conclusiones a las que condujo la acción experimental: en el *capítulo primero* se mencionan los antecedentes directos de esta investigación y se puntualizan los objetivos de la misma. En el *capítulo segundo* se desarrolla una disertación acerca de los significados de la sección eficaz, desde la perspectiva geométrica y desde la perspectiva fenomenológica (esta clasificación es propia del autor). En el *capítulo tercero* se abordan una serie de conceptos teóricos y de herramientas técnicas, de necesaria revisión para el sustento de este trabajo. En el *capítulo cuarto* se describen el procedimiento experimental y el montaje experimental, que juntos forman la metodología de esta investigación. El *capítulo quinto* anuncia los resultados obtenidos para las secciones eficaces de producción de rayos X característicos en cuestión, luego

de efectuar la recuperación y el análisis de los datos obtenidos. Por último, la ya mencionada sección de donde se expresan las *conclusiones* alcanzadas.

Por otra parte, se aprovechan estas líneas para agradecer la colaboración prestada por el Centro de Microscopía Electrónica *Mitsuo Ogura* y por el Laboratorio de Física de Superficies de la UCV; por el Instituto de Geología y Minería de Venezuela INGEOMIN, y por la empresa AGILENT.

Se espera que los resultados de esta investigación sean de utilidad.

Capítulo I Planteamiento de la investigación

Comentarios generales

Esta investigación se encuentra ubicada en el contexto de la producción de rayos X, un área de particular interés dentro del ambiente de la física experimental, y en general dentro del círculo de las aplicaciones tecnológicas como herramientas para la investigación básica, e incluso en un segundo plano, para las actividades industriales. La exploración de las secciones eficaces de producción de rayos X por impacto electrónico, de los elementos escogidos para esta investigación, y por supuesto, para todos los elementos en general, implica trabajar sobre una serie de ideas consolidadas acerca del átomo y de cómo se puede interactuar con sus partes constitutivas, de manera de obtener información necesaria, y utilizarla de la forma más adecuada como componente principal de innumerables estudios, procesos, sistemas, etc.

Primero, los átomos tienen una estructura interna que puede ser analizada en dos partes, muy bien definidas a través de multiplicidad de estudios teóricos y empíricos: un objeto de estructura y características propias que es el núcleo atómico, y el lugar donde esta investigación intentó *hurgar*, que es la a veces llamada nube de electrones. Más aún, la nube de electrones es un objeto que también posee una estructura interna propia, de la cual se aspiró observar el comportamiento de lugares específicos.

Segundo, algunas formas de interacción con la estructura interna de la nube electrónica generan señales de distintos tipos. La probabilidad de ocurrencia de estas señales, para cada tipo individual, está relacionada con el átomo específico que se estudia, con la manera como ocurre la interacción, con la naturaleza de la herramienta usada para interactuar con esta estructura electrónica, etc. Muchas de estas señales son características de las subestructuras presentes en la nube electrónica, además diferentes para cada especie atómica, por lo que aportan información significativa.

Tercero, es técnicamente posible con las herramientas que se tienen a disposición, provocar, registrar y medir estas señales, y compararlas tanto con las de otros átomos, como con ellas mismas generadas bajo otras condiciones. La unión de estos muy generales tres pensamientos, formaron la infraestructura de sustentación de este trabajo. Así, intentar medir las secciones eficaces de producción de rayos X de capas electrónicas internas de ciertos átomos particulares, significó interactuar con la estructura electrónica interna de esos átomos, puntualmente con las capas L y M en esta investigación; usándose un haz de electrones de energía definida, como herramienta de interacción; registrándose y midiéndose un tipo de señal particular emitida por los átomos, que fueron los rayos X característicos de estas capas electrónicas.

Pero estas secciones eficaces, como se explicará en los siguientes capítulos, no son realmente áreas bajo el carácter geométrico del término, sino una manera de expresar la probabilidad de que estos procesos de producción de rayos X característicos, o preliminarmente, de que procesos de ionización de capas electrónicas internas, ocurran. Se utiliza la noción de sección eficaz como herramienta ventajosa para la visualización de este fenómeno, y comúnmente para muchos otros fenómenos, porque aporta una gran sencillez a las labores de análisis e interpretación de las mediciones realizadas, sin que ello signifique que se desperdicie información, o se cometan errores fundamentales en el acto experimental, que conlleven a su fracaso. Además, el uso de la noción de sección eficaz en el estudio de la generalidad de los procesos físicos que impliquen colisiones entre partículas, y emisión de otras partículas como producto detectable, señala que hay una aprobación consuetudinaria de dicha noción, al punto de que su escogencia es natural y hasta automática.

Luego, esto implica que hay que establecer un modelo físico para el objeto que se desea estudiar, en este caso para las capas electrónicas internas, que no necesariamente tiene que ser congruente con la realidad física establecida, y más aún, pudiera alejarse a propósito de esta realidad, pero en procura de que, como modelo, resulte muy funcional dentro de los términos que definen la sección eficaz. Esto no debe entenderse como equivocado, ya que dicho alejamiento de la realidad física es rápidamente corregido por la manera como se diseña y ejecuta el proceso de medición, y por la manera como los datos obtenidos son interpretados. Es decir, como ya se señaló, el investigador entiende que las secciones eficaces no son estructuras geométricas sino expresiones probabilísticas, y es que en el propio diseño del experimento, la forma geométrica de dichas capas electrónicas pierde relevancia, siendo más importante el registro de la cantidad de rayos X característicos emitidos en función de los electrones incidentes.

Para ilustrar esto mejor, véase el relato de lo que, en términos generales, fueron las actividades planteadas en este trabajo:

Idealmente, para medir la probabilidad de ionización de alguna capa interna de un átomo dado, en función de la energía de los electrones incidentes, se tomaría este átomo y se haría incidir en él un electrón de energía determinada, repitiendo esto gran cantidad de veces, y registrando cualquier fotón X característico emitido de estas capas internas. Esto se repetiría para un rango dado de energías del electrón. En la práctica, lo más cerca que los investigadores pueden aproximarse a este experimento ideal, es haciendo incidir un haz de electrones de una energía dada, y una corriente determinada y estabilizada en el tiempo de la mejor forma que el equipo experimental lo permita, sobre una película muy delgada y de gran pureza, formada por el elemento del cual se desea conocer la sección eficaz. Luego, se deberá medir con el detector más apropiado, el número de rayos X característicos emitidos por el espécimen por acción del bombardeo electrónico, que puedan recogerse durante un tiempo determinado, dentro del ángulo sólido de captación del detector, el cual deberá permanecer invariable.

Entonces, de aquí se observa que el proceso de medición de las secciones eficaces de producción de rayos X, o de ionización de capas electrónicas internas, es un procedimiento mayormente estadístico que busca comparar la razón de la intensidad de la radiación característica emitida por la muestra de material, que es medible con los instrumentos de laboratorio que se tienen a disposición, con la intensidad del agente de excitación, que es el haz electrónico de una energía determinada, para un rango dado de energías de los electrones incidentes. En los próximos capítulos se profundizará en detalle, en las múltiples nociones revisadas en estos comentarios generales.

Sobre los antecedentes de esta investigación

Ciertamente, el comportamiento y los valores medidos de las secciones eficaces de ionización de las capas electrónicas internas, en particular por bombardeo electrónico, han sido objeto de numerosas investigaciones, tanto desde la perspectiva puramente teórica como desde la experimental. Ocurre que los valores de estas secciones eficaces son requeridos en microanálisis por sonda de electrones, espectroscopía Auger, espectroscopía por pérdidas de energía de electrones, en la optimización del funcionamiento de generadores de rayos X para aplicaciones médicas y de investigación. Incluso, también son necesarios estos datos en aplicaciones poco comunes como en astrofísica, física del medio ambiente, y en diagnosis de reacciones de fusión (reactores experimentales de fusión) donde se pierde energía en producción de rayos X.

Sin embargo, sorprendentemente, es posible encontrar a menudo inconsistencias entre los conjuntos de datos aportados por diferentes autores. A veces, estas inconsistencias son mayores que las incertidumbres experimentales reportadas (An et al., 2003). Esta situación es un indicativo de las múltiples dificultades que deben ser afrontadas en la medición de secciones eficaces de ionización, y también vuelve difícil evaluar la fiabilidad de los modelos teóricos y empíricos. Estas investigaciones han sido ejecutadas desde diferentes perspectivas, obteniéndose contribuciones de distinta naturaleza; vale decir nuevamente, desde el enfoque teórico y también experimental. En el caso de este trabajo, se ha tenido acceso a una variada colección de antecedentes, que da fe de esta heterogeneidad; mencionamos algunos:

Powell (1976), recopila y compara gráficamente y a través de ajustes usando técnicas adecuadas, una serie de datos de secciones eficaces de ionización obtenidas según cálculos basados en distintos modelos teóricos y semiempíricos, y a través de medidas experimentales. Su objetivo es aportar información útil para el análisis cuantitativo de átomos ligeros con microanálisis por sonda de electrones y con espectroscopía de electrones Auger. Hombourger (1998), propone una expresión empírica para describir las secciones eficaces de ionización de las capas K por impacto electrónico, sobre un amplio rango de números atómicos, desde Z = 6 hasta Z = 79, y también para un amplio rango de energías de los electrones. Este investigador basa su estudio en el análisis de los datos existentes adquiridos experimentalmente, y obtiene una descripción mejorada de las secciones eficaces cerca del umbral de ionización, superando a otros modelos con los cuales se compara. En esa misma línea, Talukder, Bose y Takamura (2008) también proponen un modelo empírico para el cálculo de las secciones eficaces de ionización de las capas K, para un mayor rango de elementos, desde Z = 1 hasta Z = 92, ofreciendo además, como ventaja de su modelo, una gran

sencillez y facilidad para su uso, siendo útil al momento de requerirse una rápida generación de datos.

Desde el punto de vista de los trabajos experimentales, se encuentran investigaciones variadas. Una simple pero muy útil investigación es una recopilación de datos organizados por Long et al. (1990), en forma de tablas que van desde el carbono hasta el uranio, donde se publican secciones eficaces de ionización de capas K, todas derivadas experimentalmente. Se encuentran también algunas que tocan el tema de la medición de las secciones eficaces indirectamente, aunque de forma muy ilustrativa, como en Tawara, Harrison y De Heer (1973), quienes miden las secciones eficaces de ionización de capas K de varios átomos, con el objeto de, mediante comparación con datos obtenidos de emisión de electrones Auger, deducir el rendimiento en fluorescencia de estas capas.

Por otra parte, también se localizaron investigaciones que, aunque poseyendo objetivos muy parecidos, dan cuenta de procedimientos experimentales notablemente diferentes: An et al. (2003) obtienen las secciones eficaces de ionización de las capas K para el titanio y el cromo, tomando algunas medidas que, en principio, se plantean como mejoras para la precisión de sus datos, usando películas delgadas de dichos elementos evaporadas sobre sustratos de aluminio de espesor considerable, lo que les lleva a medir el espesor de sus películas usando la técnica de la espectroscopia por retrodispersión de Rutherford (RBS por sus siglas en inglés); los rayos X característicos son detectados mediante el uso de un detector de silicio dopado con litio, Si(Li).

Shima et al. (1981), ofrecen las mediciones de las secciones eficaces de ionización de las capas K para el cobre, el germanio y la plata, y de la capa L para el oro; ellos utilizan un arreglo experimental "artesanal" en el sentido de que es construido por ellos para ese fin (es decir, no utilizan una sonda de electrones comercial), mediante el adecuado acoplamiento de partes individuales como un cañón de electrones, un detector de silicio dopado con litio, un sistema de bombas y una cámara de vacío, y con la particularidad de colocar el espécimen en un ángulo de 45° respecto al haz de electrones y al eje del detector.

Peng et al. (1998), obtienen el comportamiento de la sección eficaz de ionización de la capa K del Niobio para un rango de energías de los electrones impactantes, entre

20 y 34 keV. Aquí, se deposita una película de niobio sobre un sustrato de aluminio (papel de aluminio), mediante la técnica de pulverización catódica, siendo medido el espesor del espécimen mediante una balanza con precisión de 10⁻⁵ gramos. El grosor y la densidad del sustrato hicieron necesaria una corrección de las medidas de las intensidades de los rayos X, debido a las ionizaciones producidas por electrones retrodispersados por el sustrato.

Finalmente, se cita el trabajo de Llovet, Merlet y Salvat (2000), quienes obtienen el comportamiento de las secciones eficaces de ionización de las capas K de los elementos cromo, níquel y cobre, para un rango de energías de los electrones impactantes desde 6,5 keV hasta los 40 keV. En este trabajo, se elaboran las muestras a través de la técnica de evaporación térmica, siendo depositados estos metales en forma de películas delgadas sobre un sustrato de carbono, que a su vez, también es una película delgada, pero capaz de autosoportarse. A diferencia de los anteriores, estos investigadores utilizan una microsonda de electrones comercial (un EPMA Cameca SX-50), para llevar a cabo sus mediciones a través de un espectrómetro de rayos X dispersivo en energía (EDX).

En el caso de esta investigación, es evidente que resultó más importante la revisión de trabajos antecedentes, del estilo de los últimos cuatro citados. Esto porque se pretendió aquí ejecutar la medición de las secciones eficaces de producción de rayos X característicos de las capas internas, por bombardeo con electrones energéticos, para una variedad de átomos. Es decir, los fines generales de esta investigación concuerdan con los de las anteriormente citadas.

Sobre la definición de los objetivos de esta investigación

Los apartados anteriores permiten intuir cuáles han sido los objetivos planteados en este trabajo. Se puede afirmar que el objetivo fundamental de esta investigación es lograr medir la dependencia de las secciones eficaces de producción de rayos X de las capas electrónicas internas, para un conjunto de elementos dados, como función de la energía de los electrones incidentes; pero esta meta no es alcanzable si no se logran otras necesariamente anteriores.

El primer y más importante problema en presentarse al intentar lograr un objetivo primario como éste, es el desarrollo de un montaje experimental adecuado, que minimice los factores causantes de incertidumbre de manera razonable, y utilizando las distintas capacidades tecnológicas y herramientas disponibles. Puede decirse que ambas cosas son la misma, es decir, que medir dichas secciones eficaces implica elaborar un montaje experimental para ello; pero en el caso de esta investigación, se encontró que era posible recurrir a múltiples métodos para ejecutar estas mediciones, con diferentes ventajas y desventajas. En este caso, desarrollar dicho montaje experimental resultó ser una tarea extensa, lograda a través de la combinación de una labor de investigación documental, con un trabajo práctico de ensayo y error en la determinación de la manera más adecuada de elaborar las muestras experimentales, caracterizarlas, etc. (los detalles de este desarrollo se expondrán en un capítulo posterior).

Por otra parte, la escogencia de los tipos específicos de secciones eficaces de producción de rayos X a medir, se inspiró en la precedente revisión documental, que expuso la existencia de una mayor cantidad de trabajos dirigidos a las secciones eficaces relacionadas con las capas electrónicas K (mayormente secciones eficaces de ionización de estas capas K), siendo mínima la aparición de publicaciones que trataran otras capas internas. Por ello, se decidió destinar los esfuerzos a trabajar sobre las capas electrónicas L y M, en elementos donde dichas capas existieran como internas. Por supuesto, se tomó también en cuenta para la escogencia de dichos elementos, su disponibilidad, y la posibilidad de captación de sus rayos X característicos por el detector tenido al alcance.

Dicho lo anterior, conviene puntualizar las metas de este trabajo de la siguiente manera:

Objetivo General:

Determinar las secciones eficaces de producción de rayos X por bombardeo electrónico de las capas internas de los elementos escogidos, como función de la energía de los electrones incidentes.

Objetivos Específicos:

Primero, desarrollar un método que permita medir las secciones eficaces de producción de rayos X característicos tipo L y M (según corresponda) de los elementos

Au, Ta y Mo, que disminuya los factores de incertidumbre. Esto implica la elaboración de las muestras más adecuadas, así como de otros accesorios de medición.

Segundo, obtener los datos de las intensidades de los picos característicos internos tipo L y M (según corresponda) de los elementos Au, Ta y Mo, a través de su medición como función de la energía de los electrones incidentes, utilizando EDX; y determinar las secciones eficaces de producción de rayos X característicos correspondientes, mediante el análisis de esta información.

Capítulo II

Prolegómenos alrededor de las secciones eficaces de producción de rayos X

La noción de *sección eficaz* que, generalmente, es revisada por primera vez por los estudiantes en las lecciones de *Mecánica*, en el tópico de *colisiones*, resulta ser una herramienta muy útil en el desarrollo de una diversidad de modelos teóricos que explican fenómenos físicos particulares, en disciplinas sin inmediata relación: esta noción es utilizada, con la debida contextualización, en áreas disímiles como Física Atmosférica, Tecnología del Radar, Balística de Impacto, Aerodinámica, Física Nuclear, Telecomunicaciones, Ingeniería Estructural, Microscopía Analítica, etc., siendo extensa la colección de lugares que faltaría por mencionar. En algunos casos se recurre a esta noción como núcleo para el desarrollo de un cuerpo teórico; en otros casos sólo como un concepto auxiliar, que facilita el desarrollo de un cuerpo teórico. Algunas veces se requiere su detallado conocimiento para poder elaborar estrategias al diseñar experimentos; y en otros momentos es la sección eficaz misma, sujeto de un procedimiento experimental, para determinarla.

Debido a los objetivos de esta investigación, se consideró conveniente incluir un capítulo donde se procura construir el concepto de *sección eficaz de ionización* de las capas electrónicas internas de los átomos, que evidentemente resulta una especialización muy singular de la noción de sección eficaz, partiendo de conceptos más generales y de menor complejidad. Por ello, en este capítulo se expondrá una necesaria revisión de la noción generalizada de sección eficaz, revisando el caso macroscópico de las secciones eficaces de colisión o impacto, para luego observar cómo este concepto es contextualizado, y definir otro tipo de sección eficaz de ionización.

Secciones eficaces desde la perspectiva geométrica

Una definición general de la sección eficaz.

Tratar de conceptualizar la noción de sección eficaz en su enunciado más general, puede ser una empresa de gran dificultad, tal vez mayor que cuando se hace dentro de un contexto bien delimitado. Las secciones eficaces siempre vienen acompañadas de un "apellido", es decir, de un término que las designa como propias de un determinado fenómeno (por ejemplo, las ya mencionadas secciones eficaces de radar o de colisión), de manera que los estudiantes o los investigadores rápidamente visualizan la idea que se desea transmitir, o la manera en que la información que se proporciona pueda ser útil.

Intentar conceptualizar de forma general la noción de sección eficaz, implica recurrir al primer contexto en que corrientemente es abordada, que es la perspectiva geométrica. Así, es ventajoso revisar el término que es utilizado para llamarla en inglés, *cross section*; término que con cierta literalidad puede ser traducido como *sección transversal*. Luego, según Larousse-Bordas (1996), una de las acepciones de la palabra *transversal* es "Perpendicular a una dirección principal." Por ello, se puede ensamblar un primer concepto diciendo que una sección eficaz es una *sección perpendicular a una dirección principal*, donde se observa que esta definición es puramente geométrica, y es equivalente a la definición de sección transversal. Sin embargo, esta construcción conceptual presenta una cuota de incertidumbre, por lo que es bueno corresponder el término "dirección principal" con *dirección determinada* o *dirección señalada*, para insistir en que dicha dirección puede ser escogida arbitrariamente.

Ahora, es conveniente ver cómo esta definición es aplicada en casos particulares. Véase el siguiente ejemplo con una *esfera* de radio R. Una esfera puede ser seccionada por infinitos planos, que la corten atravesando cualquier parte de su volumen, pero se considerarán como secciones transversales aquellos cortes cuyos planos generadores pasen por el centro de la esfera. Luego, debido a la simetría de la esfera, la sección eficaz así definida será cuantitativamente la misma, sin importar la dirección señalada como principal, o sea, para cualquier plano cortante que pase por su centro. Esto quiere decir que, si a la esfera se le otorga un eje bien determinado, como por ejemplo un eje de rotación, no importará el ángulo formado por este eje y el plano cortante, la sección eficaz de la esfera siempre será la misma, por ser en este caso equivalente a la sección transversal.

Ahora, puede verse cómo la sección transversal-eficaz de la esfera es una región bidimensional circular cuyo radio es el mismo que el de la esfera. Esto es una ventaja al momento de cuantificar el área de esta sección eficaz, ya que no hace falta medir sino calcular a través de una ecuación sencilla (ver figura 1).



Figura 1. Sección transversal-eficaz de una esfera.

Véase seguidamente otro ejemplo con una geometría más compleja, un *cilindro* finito de radio R y longitud L. Se pueden señalar como ejes principales uno normal a los extremos del cilindro, y otro normal al cuerpo del mismo. Para el primer eje, la sección transversal-eficaz del cilindro resulta el área de un círculo de radio R, debida al corte del cilindro por un plano normal a dicho primer eje, a cualquier altura del mismo. Para el segundo caso, con el eje principal normal al cuerpo del cilindro, la sección transversal-eficaz será el área de un rectángulo de lados L y 2R, que resulta del corte del cilindro por un plano que necesariamente debe pasar por el centro de simetría del cilindro.



Figura 2. Secciones transversales-eficaces de un cilindro.

Sin embargo, es claro que la facilidad para calcular estas dos secciones transversales-eficaces en el cilindro, es debida a la arbitrariedad en la escogencia de las direcciones principales o de corte. Para el caso de la esfera, se vio que la dirección del corte carecía de importancia ya que el área de cualquier sección transversal-eficaz era la misma, y se podía calcular. En el caso del cilindro, y de cualquier objeto de geometría compleja, solamente mediante la asignación arbitraria de las direcciones de corte es posible encontrar secciones eficaces equivalentes a las secciones transversales, con la posibilidad agregada de calcularlas mediante sencillas ecuaciones. Si se hubiese asignado para el cilindro una tercera dirección de corte formando un ángulo respecto a las dos primeras direcciones, se tendría que la definición de sección eficaz dada, falla. En la práctica y para casi todos los casos, las facilidades aquí ejemplificadas no se dan, y la primera definición de sección eficaz expuesta, que es equivalente a la definición de sección transversal, resulta insuficiente por cumplirse sólo en casos particulares.

Es necesario encontrar entonces una definición de sección eficaz, aún desde la perspectiva geométrica, que pueda ser aplicable en todos los casos. Ésta se tratará en el siguiente apartado.

Sección eficaz de colisión o impacto.

Se tiene aquí un primer tipo de sección eficaz portando un término que la designa como propia de un determinado fenómeno. Como ya se mencionó, este punto trata de colisiones o impactos a escala macroscópica, y dentro del modelo clásico, cosa que se hará evidente al plantear los ejemplos característicos siguientes. Es bueno aclarar que los términos *colisión* e *impacto* pueden ser usados como sinónimos o como designaciones de fenómenos diferentes, según el contexto, o según la conveniencia. Usualmente, se denomina colisión al choque entre dos objetos que se mueven independientemente (como la colisión entre dos vehículos); y se denomina impacto al choque de un objeto en movimiento, contra uno que es estático respecto al observador (como el impacto de una pelota arrojada contra una pared). Por obvias razones, el tratamiento dado a estas secciones eficaces es el mismo, pues son dos manifestaciones de un mismo fenómeno, y se tratarán en este apartado como sinónimos, no así en los próximos.

Supóngase una diana o blanco con forma circular de radio R, hacia la cual son disparados proyectiles de dimensiones lo suficientemente pequeñas en comparación con la diana, como para ser considerados objetos puntuales. El tirador se ubica justo frente a la diana, a una distancia apropiada, y observa que la misma es un círculo de radio R. Luego, el disparo se considerará efectivo si y sólo si el proyectil impacta en cualquier lugar del círculo de radio R, por lo que se puede afirmar que dicho disparo es eficaz en un área delimitada que mide πR^2 . Esto es, el área del círculo.

Ahora, la diana es un objeto macroscópico que, para efectos prácticos, puede considerarse bidimensional. Sustitúyase ésta por una esfera de radio R. Luego, el tirador ubicado frente a la esfera, a una distancia apropiada, visualizará aquella como un círculo de radio R, por lo que para hacer efectivo un disparo en algún lugar de la superficie visible de la esfera, que obviamente es una estructura tridimensional, deberá el tirador actuar de la misma manera como en el caso de la diana, o sea, apuntándole a un círculo de radio R. Así, también se puede afirmar que dicho disparo es eficaz en un área que mide πR^2 . Esto es, el área de un círculo, que será considerada como la *sección eficaz de impacto de la esfera*. Véase la siguiente figura.



Figura 3. Diana y esfera como blancos de tiro. Ambos poseen la misma sección eficaz.

Se plantea ahora otro ejemplo. En iguales circunstancias, sustitúyase la diana y la esfera por el cilindro de altura L y radio R, y colóquese éste en varias posiciones, tal y como se ve en la figura 4. La sección eficaz de impacto quedará determinada según la posición del cilindro respecto a la dirección de la que proviene el proyectil; y la forma

de esta sección eficaz que es visualizada por el tirador, será la proyección del cilindro, diferente según el caso, en un plano normal a la dirección de los proyectiles.



Figura 4. Cilindro como blanco en tres posiciones diferentes.

Así, se observa que para las primeras posiciones, la sección eficaz de impacto es tal, que puede ser calculada con sencillas ecuaciones. No ocurre lo mismo para la tercera posición. En la primera posición, el tirador ve al cilindro como un rectángulo, y se puede afirmar que el disparo es efectivo en un área que mide 2RL. En la segunda posición, el tirador mira un círculo, siendo el disparo efectivo en un área que mide πR^2 . Y en la tercera posición el disparo es efectivo en un área que no puede calcularse a priori, y que probablemente deba medirse.

Para la mayoría de los casos, en la práctica debe procederse como en el caso del cilindro en su tercera posición; esto es, los objetos tridimensionales deben proyectarse en dos dimensiones para formar una silueta, de la cual se extraerá la información de la sección eficaz, midiendo su área. Véase el caso de una aeronave (figura 5), que puede considerarse un cuerpo con una geometría altamente compleja. En la imagen se observa dicho avión de frente, y luego su silueta aproximada, cuya área es la medida de la sección eficaz de impacto que observaría otro avión que intentara derribarle, disparando desde esa dirección. Es claro que un cambio en la posición de la aeronave implicaría un inmediato cambio en su proyección bidimensional, su silueta, y su sección eficaz.



Figura 5. Aeronave y su sección eficaz de impacto.

Los ejemplos revisados permiten elaborar una serie de afirmaciones y conclusiones. A partir de ellos se puede desarrollar una definición general de sección eficaz, como *el área de la proyección bidimensional de un cuerpo en una dirección definida*; observándose que esta definición continúa ubicándose dentro de la perspectiva geométrica. Luego, la sección eficaz de colisión o impacto, a escala macroscópica, es *el área de la proyección bidimensional de un cuerpo dentro de la que la colisión o el impacto son efectivos, en una dirección definida*.

Además, en el caso de la sección eficaz de colisión o impacto, se observa que ésta es identificada directamente a partir de la estructura física real del objeto; esto es, es una propiedad intrínseca de aquel, que puede ser "tocada con las manos", y que clásicamente se puede considerar una constante (estos comentarios son altamente relevantes para el entendimiento de otro tipo de secciones eficaces, que son construidas a partir de suposiciones, y que no son constantes, como se verá en apartados posteriores).

Para finalizar, véase que los ejemplos aquí citados fueron desarrollados a partir de una aproximación fundamental, según la cual los proyectiles eran lo suficientemente pequeños en comparación con los blancos, como para ser considerados puntuales, y que su energía no era relevante para saber si hacían impacto o no en el blanco. Esto permite que el área medida de la sección eficaz sea determinada a partir del estudio del cuerpo que es impactado, sin tomar en cuenta la geometría del proyectil. Las secciones eficaces en sus diferentes designaciones son, en su gran mayoría, análogas a la aquí expuesta. En términos generales se considera que una cierta entidad incidente o proyectil, que se supone puntual, impacta un cierto blanco u objetivo poseedor de una estructura interna; luego, la sección eficaz designada sólo dependerá de cómo la entidad incidente interactuó con el objetivo (un neutrón o un protón impacta un núcleo; un electrón impacta una molécula o un átomo; un fotón impacta un átomo, etc.). Sin embargo, se consideró conveniente exponer un caso en el cual las características (en este ejemplo las geometrías) de ambos cuerpos sean tomadas en cuenta para determinar la sección eficaz. Véase el próximo apartado.

Sección eficaz de colisión microscópica.

Tal tipo de sección eficaz esta asociada a las colisiones entre moléculas en un gas. Es instructivo el ejemplo propuesto en Alonso y Finn (1995), para ilustrar esta sección eficaz, y será citado y comentado acá.

En este ejemplo se propone que, en un volumen indeterminado V, se tienen n moléculas genéricas, y a cada una de ellas se le asocia la propiedad de un radio r. señalan Alonso y Finn que "...no queremos decir que las moléculas sean esféricas, sino que, debido a su rápido movimiento de rotación, actúan efectivamente como esferas" (p. 397). Más aún, afirman que dichas moléculas "...actúan como bolas de billar" (p. 397). Así, se tiene un número n de esferas chocando elásticamente entre ellas.

Luego, cada esfera posee un radio r, por lo que para tocarse, dos esferas cualesquiera deberán situar sus centros a una distancia menor a la suma de sus radios, 2r. En ese ambiente, cada molécula apantalla un área de radio 2r dentro de la cual ocurriría una colisión, si y sólo si el centro de otra molécula se dirige hacia esa área. Véase la figura 6.



Figura 6. Condición para que dos moléculas colisionen.

Entonces, se observa que la condición necesaria para que dos moléculas colisionen es que sus centros se distancien en menos de 2r. Cada molécula poseerá así una sección eficaz de colisión microscópica igual a $\sigma = \pi (2r)^2 = 4\pi r^2$.

De este ejemplo se pueden extraer dos conclusiones, útiles para tener en cuenta en lo posterior. En primer lugar, si el caso es tal que necesariamente hay que considerar la estructura de ambas entidades interactuantes, no pudiéndose despreciar una de ellas como puntual, entonces la definición de sección eficaz como proyección bidimensional de un cuerpo, fracasa. No obstante en la práctica, esta clase de casos son muy singulares, y mayormente los sistemas a estudiar son del tipo proyectil-blanco, por lo que se puede decir que la definición anterior es, verdaderamente, la más útil.

La segunda conclusión está basada en que se tuvo que hacer la suposición fundamental de considerar las moléculas como esferas. Ciertamente no lo son, pero su comportamiento es tal que resulta razonable este tratamiento y, seguramente, si se planteara un experimento para medir la sección eficaz de colisión microscópica de un gas real, el investigador se encontraría con la posibilidad de explicar sus resultados según este modelo. En los anteriores ejemplos de la esfera macroscópica, el cilindro y la aeronave, las secciones eficaces fueron determinadas directamente de la estructura física real, tangible y mensurable de los cuerpos, por lo que la forma de estas secciones eficaces pueden proporcionar información claramente relacionada con esta estructura. Pero por el contrario, con las moléculas se tuvo que suponer una estructura irreal pero razonable para, a partir de allí, elaborar los cálculos.

Entonces, en ocasiones (la mayoría de ellas), se debe recurrir al despliegue de suposiciones similares a ésta, en función de lograr adecuar el abordaje del problema a estudiar, a la noción de sección eficaz; unas veces se *aproxima* una estructura física real pero compleja, a otra ideal y simple; otras veces se *sustituye* una estructura real, compleja e indeterminada, a otra ideal y simple. Como ejemplo, tenemos la sección eficaz de absorción de neutrones por un núcleo atómico, donde una estructura que se puede modelar como un conglomerado de protones y neutrones, que es el núcleo, se aproxima a la forma de a una esfera maciza y uniforme de radio R, variable en función de las energías asociadas a los neutrones. Otro ejemplo, uno próximo a esta investigación, la sección eficaz de ionización de las capas internas de los átomos, donde

se suponen estas capas como estructuras esféricas huecas de radio r, "cortezas de carga", cuyo radio varía de acuerdo a la energía asociada al agente de excitación, que puede ser un electrón o un fotón.

Secciones eficaces desde la perspectiva fenomenológica

En el título anterior, se expusieron aspectos relevantes de la noción de sección eficaz, considerando ésta como un producto de la geometría de las estructuras tratadas. Ya sea que estas geometrías fuesen reales o supuestas, la determinación de las secciones eficaces, su forma y mensura, estaban íntimamente relacionadas con dichas estructuras, siendo en cierta medida las secciones eficaces un reflejo de aquellas. Es posible enfocar el tema desde otro punto de vista, que es el *fenomenológico*, donde aunque también es importante recurrir a suposiciones geométricas, éstas están supeditadas al objetivo de construir un modelo teórico contextualizado, capaz de absorber apropiadamente la noción de sección eficaz; y es que desde la perspectiva fenomenológica, las secciones eficaces son una manera de cuantificar la probabilidad de ocurrencia de fenómenos o procesos.

Sección eficaz como medida de probabilidad.

En la mayoría de las áreas donde se recurre a la noción de sección eficaz, se sobreentiende ésta como una forma de expresión del más abstracto concepto de *probabilidad*. Esta equivalencia es directamente señalada en IUPAC (1997), donde se afirma que la sección eficaz de ionización de un átomo se puede definir como una medida de la probabilidad de que un proceso de ionización dado pueda ocurrir, cuando un electrón o un fotón inciden e interactúan con un átomo o molécula. Véase también Eisberg y Resnick (2004), donde se señala que, para los diferentes procesos de absorción y dispersión de fotones por átomos, efectos fotoeléctrico, Thomson, Compton y producción de pares, las secciones eficaces asociadas a dichos procesos, son una medida de "…qué tan probable es que estos procesos ocurran, para un conjunto de circunstancias dadas" (p. 70).

Las secciones eficaces son áreas, o sea, estructuras bidimensionales de forma y límites definidos y magnitudes mensurables; por tanto, son reportadas en unidades de área (m² en el S.I.). Por el contrario, las probabilidades son intangibles, y de hecho adimensionales. Así, en un primer acercamiento, ambas nociones parecieran ser incompatibles, y relacionarlas luciría incongruente. El nexo que posibilita su unión y su equivalencia viene dado por el entendimiento del contexto; es decir, recurrir al *sentido común* para observarles en su paralelismo, y lograr entender una como manifestación de la otra. Véase el siguiente ejemplo, enmarcado en la pasada perspectiva geométrica, para clarificar esta idea.

Se retoma el caso del tirador, esta vez disparando a una diana elaborada como dos círculos concéntricos, uno de radio R y otro de radio r, donde R > r (figura 7). También, haciendo lo propio con dos esferas de radios iguales a los de las dianas (figura 8).



Figura 7. Diana en forma de dos círculos concéntricos, R>r.



Figura 8. Dos esferas como blancos, R>r.

Es claro que el tirador necesitaría esforzarse más para lograr un disparo efectivo en la diana y en la esfera de radios menores, que en las más grandes. Pero si el tirador decide disparar con el mismo esfuerzo para ambos tamaños de los objetivos (esto es, igualando las condiciones en ambos experimentos), entonces es natural pensar que los disparos con mayor probabilidad de resultar efectivos, serán aquellos dirigidos hacia los blancos de mayor tamaño. Entonces, el blanco que ostenta mayores dimensiones, o mayor sección eficaz de impacto, es el blanco más probable de ser impactado; esta afirmación que resulta natural, propia del *sentido común*, es el nexo que se establece entre el área que es la sección eficaz, y la idea de probabilidad de que algún evento ocurra.

Más aún, este nexo puede ser calificado teórica y empíricamente para encontrar la forma de esta relación. Se puede plantear un experimento en esa dirección. Se tiene al tirador efectuando, en iguales condiciones, un número grande e igual de disparos hacia n dianas, una por vez, que crecen en radio, de manera que $R_1 < R_2 < ... < Rn$.



Figura 9. Sucesión de dianas de radio creciente.

Un investigador encontraría que, del total de disparos en cada caso, el número de disparos que efectivamente impactarían las dianas, sería proporcional al cuadrado del radio de las dianas, planteándose así una relación entre la probabilidad de que un disparo sea efectivo, y la magnitud de la sección eficaz de impacto de la diana, $P_{imp} \sim R^2$

Pero este último ejemplo aporta nuevos elementos a la discusión, que en adelante determinarán su trazado. Aquí, la geometría del cuerpo que es impactado parece perder jerarquía, siendo más importante ahora el registro de los disparos que efectivamente alcanzaron el blanco, y su comparación con el número total de disparos efectuados. Esta razón de disparos eficaces a disparos totales, al ser relacionada con las magnitudes geométricas del blanco, cualesquiera que estas sean, sería lo que proveería información acerca de la sección eficaz del blanco, en este caso de impacto.

Pero en general, esta postura transforma la determinación de la sección eficaz, de un anterior procedimiento estrictamente geométrico, que requiere información solamente de la estructura real o supuesta del cuerpo, a uno mayormente estadístico (en el sentido estadístico análogo al que se usa para tratar al fenómeno del decaimiento radiactivo), donde la estructura real o supuesta del cuerpo tiende a ser generalizada, y donde el protagonismo es tomado por la relación establecida entre los entes de estimulación (proyectiles, electrones, fotones, ondas de radar, etc.), y la producción cierta de determinado fenómeno (diana impactada, ionización, fotoelectricidad, eco de radar, etc.). Esto es, la discusión se replantea desde la perspectiva geométrica hacia la perspectiva fenomenológica.

Sección eficaz de radar.

Es éste un caso muy ilustrativo e interesante acerca de las últimas afirmaciones expresadas. En primer lugar, a diferencia de la mayoría de los ámbitos donde, en la práctica, se recurre a la noción de sección eficaz, éste es un ejemplo netamente macroscópico. Además, el ente de estimulación no es un proyectil o partícula sino una onda electromagnética (vista como tal desde el electromagnetismo clásico); pero el blanco a ser estimulado para que se produzca el determinado fenómeno (eco de radar), es un objeto material, tridimensional y mensurable (una aeronave).

Una descripción sencilla del fenómeno es la siguiente. Una antena emite ondas electromagnéticas en forma de pulsos, de amplitud y longitud de onda fijos. Estos pulsos se alejan radialmente desde la antena (en la tecnología más básica), a la velocidad de la luz. Cuando uno de estos frentes de ondas interactúa con un objeto material (aeronave) parte de este pulso es *reflejado* en la dirección contraria, es decir, se produce un *eco de radar*, que sería detectado por la antena receptora. Lo que ocurre es que, clásicamente, la radiación electromagnética incidente, ubicada en la frecuencia apropiada para producir resonancia, estimula el material que forma al blanco, a la aeronave, a emitir más ondas electromagnéticas con esta misma frecuencia; este eco es detectado con un retardo temporal, gracias al cual se puede deducir la posición del avión respecto de la antena. Sin embargo, es muy diferente la amplitud de las ondas reflejadas de la amplitud de las incidentes, esto es, la potencia medida del eco de radar es menor que la potencia medida del pulso emitido, por obvias razones.

Ahora, para iguales condiciones experimentales (frecuencia, amplitud del pulso, distancia antena-aeronave, condiciones climáticas, etc.), la potencia del eco de radar se puede variar haciendo cambios en la forma y en la naturaleza de los materiales con los que se ha fabricado el avión. Entonces, diferentes tamaños, arquitecturas y materiales reflejarán los pulsos incidentes en ecos de radar de diferentes potencias; no será igual la potencia del eco debido a un avión de pasajeros, al proveniente de una avioneta, ni será igual la potencia del eco producido por un avión construido en aluminio, al que se origina de uno elaborado en materiales compuestos. Luego, en el ámbito de las tecnologías de radar, se introduce el concepto de *sección eficaz de radar* como una herramienta sencilla y general para caracterizar estas diferencias. Barton y Leonov (1998) señalan la siguiente ecuación como modelo:

$$\sigma = 4\pi \frac{Ps}{Pi}$$

donde *Ps* es la potencia reflejada desde el blanco hacia el radar por unidad de ángulo sólido, y *Pi* es la potencia por unidad de área en un frente de ondas incidente.

Esta ecuación proporciona una medida de la capacidad reflectiva de un blanco de radar. Más aún, puede interpretarse como "el área ficticia que, interceptando una parte de la potencia incidente en el blanco, si radiase de forma isotrópica daría lugar a un eco en el radar de igual potencia que el producido por el blanco real" (Apuntes de Radar, s.f.).

La utilidad de este concepto así planteado, es que aunque la sección eficaz de radar de cualquier blanco depende del tamaño, arquitectura y materiales constitutivos de éste, para determinar dicha sección eficaz no hay que tomar en cuenta directamente estos parámetros, sino basta con *las potencias incidente y reflejada*, que *pueden medirse* electrónicamente a través de los propios equipos de emisión-recepción de radar. Así, se está en presencia de una aplicación de la noción de sección eficaz, que no necesita conocer ni medir al objeto que provoca el fenómeno (la aeronave), sino solamente observar y registrar al fenómeno (el eco de radar) que se produce. Por lo tanto, éste es un ejemplo de la utilización de dicha noción, desde la perspectiva puramente fenomenológica. Finalmente, aunque no se ha mencionado aquí el concepto de probabilidad, es claro que se encuentra presente, aunque de manera encubierta, ya que una menor o mayor sección eficaz de radar de una aeronave dada, implica una menor o mayor probabilidad de detección equivalente. Bajo ciertas condiciones el concepto de probabilidad se hace explícito; por ejemplo, cuando el blanco se encuentra en el límite del radio de detección del equipo, donde el eco tiende a confundirse con el ruido; también en el caso de aviones que son construidos deliberadamente para tener una baja detectabilidad.

Sección eficaz de ionización de átomos.

Como ya se señaló, la sección eficaz de ionización de un átomo se puede definir como una medida de la probabilidad de que un proceso de ionización dado pueda ocurrir cuando un electrón o un fotón incide e interactúa con dicho átomo (IUPAC, 1997). Esta definición *oficializada*, es meridiana en la intención de entender desde la noción probabilística, una medida de área.

En ese orden, una definición básica es dada por Considine (1976, citado en Goldstein et al., 1984) en forma de un sencillo modelo que señala que:

$$\sigma = \frac{N}{n_{t}n_{i}}$$

donde *N* es el número de ionizaciones por unidad de volumen de una muestra, n_t es el número de átomos blancos por unidad de volumen en la muestra y n_i es el número de partículas incidentes por unidad de área de muestra expuesta. En este caso se sobreentiende que los átomos se encuentran arreglados en la muestra de alguna manera, con un volumen total asociado, que expone una superficie hacia los agentes de ionización, pero sin la necesidad explícita de conocer este arreglo. Así, es claro que este modelo se ubica en la perspectiva fenomenológica, que procura el registro de ocurrencia del fenómeno tratado (número de ionización resulta un procedimiento mayormente estadístico.

Luego, la probabilidad de ocurrencia de un evento de ionización es proporcional a un área o sección transversal respecto a la trayectoria de las partículas incidentes, electrones o fotones. Dicha área será determinada según la relación de ionizaciones efectivas, partículas ionizantes y átomos totales que se intentan ionizar.

Por supuesto, es posible definir secciones eficaces de ionización para procesos particulares (la probabilidad de que un proceso de ionización específico ocurra), o secciones eficaces de ionización para varios procesos diferentes simultáneamente (probabilidad de que alguno de esos procesos de ionización específicos ocurra). Es evidente que el segundo tipo de secciones efectivas será mayor en magnitud que el primer tipo (Goldstein et al., 1984).

En el caso de este trabajo, puesto que las ionizaciones originan emisión de rayos X, se toca directamente las secciones eficaces de ionización, para procesos de ionización específicos: la ionización de las capas electrónicas internas de una variedad de átomos, por impacto de electrones energéticos (El término *electrones energéticos* se refiere a electrones acelerados hasta energías que permitan ionizar a las capas internas de los átomos). Así, se procura *hurgar* dentro de la estructura electrónica interna de los átomos, la cual se puede suponer inalterable respecto al estado de su capa más externa, de electrones de valencia; ello implica que, para un átomo dado, también se puede suponer que la sección eficaz de ionización de alguna capa interna será constante, en independencia de la forma de asociación de dicho átomo con otros (si forma parte de una molécula o de un arreglo cristalino). Entonces, se puede afirmar que la sección eficaz de ionización de intrínseca del átomo en cuestión.

Aunque ya es manifiesto que la determinación de este tipo de secciones eficaces es un procedimiento estadístico, originado en la perspectiva fenomenológica de aproximación al problema, es posible e ilustrativo abordarlo también desde la perspectiva geométrica. Para ello se plantean algunas aproximaciones, viables a partir de la afirmación anterior de la sección eficaz de ionización de una capa interna, como una propiedad intrínseca del átomo.

Tratar el problema como geométrico, implica que la sección eficaz corresponde a un área existente, que puede medirse en forma literal. Por lo tanto, esta área estaría asociada a alguna estructura electrónica interna de los átomos, materialmente dispuesta en un volumen, y describible tridimensionalmente. Un modelo muy sencillo, pero suficiente para el objetivo planteado, sería considerar al átomo como un núcleo puntual, portador de toda la carga positiva, rodeado de múltiples "cascarones" de carga negativa, esféricos y concéntricos con el núcleo. Estos cascarones corresponderían con las capas electrónicas K, L, M,...



Figura 10. Modelo del átomo como "cascarones" de carga.

El fenómeno de la ionización consistiría en la excitación de alguna de las capas de carga, debido a la interacción con un electrón acelerado hasta una energía suficiente o mayor para producir la ionización (la manera como se detecta esta ionización es irrelevante en este análisis). Para que este modelo sea funcional, es evidente que dicho electrón tendrá la capacidad de atravesar algunas capas sin interactuar con éstas, dirigiéndose hacia las más internas.

Bajo estas condiciones geométricas, la sección eficaz de ionización de cada capa será el área de su sección transversal, o sea, un área circular de cierto radio r. Como, empíricamente, se conoce que la probabilidad de ionización de estas capas es dependiente de la energía de los electrones impactantes, en este modelo esto sería el equivalente a una dependencia de dicha sección transversal, o sea, de dicho radio r, con esta energía de los electrones impactantes. Así, se tendría entonces un átomo compuesto por cascarones esféricos de carga, cuyos radios variarían según la energía de la estimulación.

En la práctica, las secciones eficaces de ionización de las capas K y L tienen un orden de magnitud típico, cercano a los 10^{-28} m². Se toma de la Física Nuclear el *barn*

como unidad para expresar las secciones eficaces de ionización, de producción de rayos X, y otras similares. Esta unidad está definida como:

$$1barn = 10^{-28} m^2$$

y es utilizada en esta investigación. Vale decir que el *barn* no es una unidad propuesta por el Sistema Internacional de Unidades; sin embargo, las distintas publicaciones internacionales la aceptan debido a que su uso es muy cómodo y extendido.

Finalmente, es obvio que este modelo es irreal, y corresponde a un intento simple de visualizar el problema geométricamente. La sección eficaz de ionización de un átomo sólo puede determinarse mediante procedimientos estadísticos, esto es, desde la perspectiva fenomenológica del problema.

Capítulo III

Algunos tópicos teóricos y tecnológicos relacionados con esta investigación

En este capítulo se explorará una colección de materias que son de inmediata relación con los diferentes elementos de este trabajo. Su conocimiento es naturalmente utilitario; por lo tanto, se verá que estos conceptos serán revisados en función de su relevancia para la exposición de los detalles de la investigación. En los casos menos importantes algunos tópicos sólo serán mencionados.

Sobre los Rayos X

Son radiaciones en el espectro electromagnético cuyas longitudes de onda, λ , están ubicadas generalmente alrededor de 1,0 Å. Estos muestran el comportamiento que es típico de las ondas transversales, como polarización, interferencia y difracción; pero también se les puede asociar un carácter corpuscular, considerándolos como fotones con una energía E=hc/ λ . En esta investigación, será más útil inscribir a los rayos X en la segunda definición.

Producción de rayos X.

Para comprender los procesos que desembocan en la producción de rayos X, es bueno identificar las formas de interacción de los electrones con la materia, cuando éstos son acelerados en un haz y dirigidos hacia un blanco. Las formas de interacción se pueden diferenciar en dos clases:

Las *interacciones elásticas*, donde algunos electrones propios del haz son dispersados, de manera tal que estos cambian su dirección inicial, pero sin llegar a modificar apreciablemente su energía, pudiéndose afirmar que esta energía es prácticamente la misma con la que fueron proyectados (el cambio es menor a 1eV). Así, se dice que este tipo de interacción es desviadora, y es ocasionada por la atracción que experimentan algunos electrones con los núcleos de los átomos de la muestra-blanco, pese a ser apantallada por la nube de electrones. En Goldstein et al. (1984), se señala que las interacciones elásticas tienen una pronunciada dependencia con el número atómico Z, demostrándose esto con el aumento del número de electrones que son

retrodispersados al incrementarse Z. También se señala que ocurre un efecto contrario, de disminución de electrones retrodispersados, al incrementarse la energía del haz incidente.

El segundo tipo de interacción de los electrones acelerados con la materia, son las *interacciones inelásticas*, así llamadas porque los electrones del haz transfieren gran parte de su energía a los átomos y a los electrones del blanco, por lo que la energía cinética de los primeros decrece. En este tipo de interacción, pueden tener lugar un número de posibles procesos, originados en esta transferencia de energía. Goldstein et al. (1984) señala los que son más importantes en el ámbito de la microscopía electrónica, el microanálisis y la espectroscopía: la excitación de plasmones, la excitación de electrones de los átomos, y la producción de radiación de frenado.

Algunos de estos procesos terminan generando un número de señales que pueden detectarse y medirse, siendo útiles para la obtención de información acerca de la muestra. Estas señales pueden ser: electrones secundarios, rayos X de frenado, rayos X característicos, electrones Auger, catodoluminiscencia (emisión en el infrarrojo, en el visible y en el ultravioleta). En el ambiente de esta investigación, se revisará lo tocante a la producción de rayos X de frenado y rayos X característicos.

Los rayos X de frenado, también conocidos como *Bremsstrahlung* y como *continuo de rayos X*, son causados cuando un electrón del haz es desacelerado al interactuar coulombianamente con un átomo, principalmente con su núcleo, ocurriendo que la energía cinética que el electrón pierde, aparece en forma de radiación como un fotón de rayos X. La energía de este fotón vendrá dada por

$$hv = K - K$$

donde K y K' son las energías cinéticas del electrón antes y después del choque, respectivamente.

Debido a que los electrones del haz incidente pueden perder diferentes cantidades de energía en las colisiones, y un determinado electrón podrá alcanzar el punto de reposo solamente después de muchas de ellas, entonces los rayos X producidos de esta manera por muchos electrones del haz, se podrán visualizar como un espectro continuo.

Eisberg y Resnick (2004) señalan que el proceso de producción de rayos X de frenado se puede considerar como un efecto fotoeléctrico inverso, ya que aquí se está creando un fotón cuya energía e impulso provienen de la colisión de un electrón y un núcleo; o sea, el proceso termina con la producción de fotones en vez de su dispersión o absorción por la materia. Además, este proceso no se circunscribe a los tubos de rayos X, sino que puede estar presente en la naturaleza, en cualquier evento que implique que los electrones choquen con la materia, como en la atmósfera al ser impactada por rayos cósmicos, en los cinturones de radiación de van Allen, y en el frenado de electrones que emergen de núcleos radiactivos.

El otro tipo de señal detectable y medible debida a interacciones inelásticas electrón-materia, son los ya mencionados rayos X característicos. Por su importancia para este trabajo, se les tratará en el siguiente apartado.

Rayos X característicos.

Estos son originados en las interacciones inelásticas que ocurren entre electrones del haz incidente, y los electrones de las capas internas de los átomos del blanco. Un electrón del haz puede tener la oportunidad de transitar lo suficientemente cerca de algún electrón ubicado en alguna capa interna; debido a la interacción coulombiana entre estos electrones, el electrón atómico podrá recibir suficiente energía del electrón del haz como para salir de su muy negativo nivel de energía y escapar del átomo. Así, dicho átomo habrá de quedar en un estado de excitación muy alto, y por lo tanto, con una también alta tendencia a procurar su estado base nuevamente; eventualmente esto ocurre mediante la emisión de fotones correspondientes a su espectro de líneas de rayos X. Goldstein et al. (1984) señalan que este proceso de relajación del átomo ocurre en un tiempo del orden de los picosegundos después de la ionización.

El proceso de relajación está definido por la transición de electrones de una capa a otra, y en un posible resultado de dicha transición, el exceso de energía que el átomo excitado porta, puede ser liberado en la forma de un fotón. Así, la energía de este fotón será igual a la diferencia de energías entre los niveles electrónicos involucrados en la transición.
En la práctica, el espectro total de rayos X emitido por una muestra que es bombardeada por un haz electrónico, estará formado por un espectro de líneas discretas, correspondiente a los fotones característicos, superpuesto a un *fondo* continuo correspondiente a la radiación de frenado. El espectro de líneas discretas es realmente el espectro de líneas características de rayos X del tipo particular de átomos que forman el material del blanco. Así, este espectro es de interés práctico y teórico, ya que proporciona información usada en la caracterización de materiales, y además provee información sobre las energías de los electrones de las capas electrónicas internas de los átomos.

La distribución de los electrones de los átomos en las mencionadas capas electrónicas, es un modelo muy útil de definición espacial y energética de los electrones. Se parte de la idea de que los electrones ocupan posiciones alrededor del núcleo, en capas esféricas acordes con la energía asignada a cada electrón, donde a medida que el radio es menor, implica un nivel energético más negativo. Por ejemplo, si se extrae un electrón de la capa 1s de un átomo, el proceso de desexcitación provocará que algún electrón de una capa de energía menos negativa, tal vez un electrón de la capa 2p, se traslade hacia el "agujero" dejado por el primer electrón. Luego, la energía se conservará por la emisión de un fotón cuya energía será igual a la disminución de la energía de excitación del átomo, equivalente a la diferencia entre las energías asociadas con un electrón de la capa 2p y otro de la 1s. En el ámbito de la espectroscopía de rayos X, estos niveles de energía se identifican con otra notación (paralela a la notación clásica), donde el número cuántico principal n se especifica con una letra de acuerdo con la siguiente tabla (Eisberg y Resnick, 2004):

n	1	2	3	4	5	
Notación	K	L	М	Ν	0	
espectroscópica						

Tabla 1. Notación espectroscópica para n.

Así, el espectro de líneas de emisión de rayos X puede representarse en términos de los niveles de energía, mediante un diagrama como el de la figura 11 (Attwood et al., 2001). Allí se observan las posibles transiciones para un átomo con Z > 50. Éstas son

líneas de emisión características K, L, M, donde se visualizan las líneas más intensas $K\alpha_1, K\alpha_2, K\beta_1, L\alpha_1, L\alpha_2, L\beta_1, L\beta_2, L\gamma_1, y M\alpha_1$.



Figura 11. Diagrama de transiciones entre niveles de energía para un átomo.

De este diagrama se pueden identificar *familias de rayos X característicos*; es claro que con el aumento o disminución del número atómico del blanco, el diagrama irá creciendo o se simplificará, esto es, la complejidad de las familias es función del número atómico Z. Goldstein et al. (1984) ejemplifican esto señalando que el carbón, con dos electrones en la capa K y cuatro en la capa L, sólo puede producir rayos X del tipo $K\alpha$; el sodio, que posee un electrón en la capa M, puede también emitir rayos X del tipo $K\beta$; cuando se tienen elementos con un número atómico superior a 21, aparece la familia de los rayos X tipo L, y al llegar a un número atómico de 50, surgen los rayos X tipo M.

A esto hay que añadir que las diversas transiciones poseen diferentes *pesos*, es decir, dentro de una *familia* existen probabilidades relativas de formación de diferentes líneas a partir de la ionización de una capa electrónica dada. Esto significa que las distintas líneas del espectro poseerán distintas intensidades, lo que se traduce en diferentes alturas entre los distintos picos que forman el espectro, para una familia específica. Así, la altura de los picos $K\beta$ será de aproximadamente el 10 % de la altura de los $K\alpha$; y la altura de los picos $L\gamma$ será alrededor del 8 % de los $L\alpha$.

Por otra parte, todo lo expresado implica la existencia de *energías críticas de ionización* de las capas internas de los átomos. Ya que dichas ionizaciones ocurren cuando un electrón es removido de dichas capas, y como cada capa y subcapa posee una energía bien definida, entonces la energía necesaria para expulsar un electrón de una capa específica, también estará bien definida. Resulta obvio que cada capa y subcapa de un átomo dado, tendrá una energía crítica de ionización diferente.

Detección y medición de rayos X.

Existen varias maneras de detectar rayos X, y algunas tecnologías para su medición. La técnica más básica de detección, y la primera en usarse, en principio por accidente, fue la impresión de algún registro sobre película fotográfica; éste es un método químico, basado en la capacidad de los rayos X de promover ciertas reacciones en las sustancias que impregnan la película fotográfica. Más adelante, el descubrimiento de materiales fluorescentes permitió el desarrollo de instrumentos como el fluoroscopio. Los contadores Geiger-Müller permiten detectar y contar los fotones de longitudes de onda comunes a los rayos X, y bajo ciertas condiciones de diferencia de potencial aplicado al instrumento, se le puede convertir en un contador proporcional basado en gas.

Cuando se labora en el ámbito de la espectroscopía, es evidente que no basta con detectar rayos X, o medir la longitud de onda y la energía asociadas con algún fotón particular, sino que se propone la obtención de un espectro, lo más completo posible, de emisión de rayos X por parte de alguna muestra. Entonces, se requieren técnicas elaboradas para detectar y medir la intensidad de rayos X en una amplia banda de longitudes de onda de los mismos, lo que significa el desarrollo de tecnologías para ese fin. En esa dirección, se han perfeccionado equipos que procuran la obtención de espectros de rayos X mediante uno o más métodos, principalmente a partir de los microscopios electrónicos de barrido, donde el agregado de artefactos especializados les ha hecho evolucionar hacia lo que se denominan *microsondas de electrones*.

Ejemplo de esto es la clase de microsonda de electrones denominado EPMA (Electron Probe Micro-Analyzer), que incorpora dos tipos de espectrómetros: el WDX (espectrómetro dispersivo en longitudes de onda), y el EDX (Espectrómetro dispersivo

en energía). El WDX esta basado en el carácter ondulatorio de los rayos X, y utiliza el fenómeno de difracción que ocurre en un cristal analizador, donde incide una fracción de los rayos X generados en la muestra. Este cristal, que forma parte de una colección, está elaborado de manera tal que sus planos cristalográficos son paralelos a su superficie, y al interactuar con los rayos X, se cumple la conocida ley de Bragg:

$n\lambda = 2dsen\theta$

Luego, la muestra emisora de los rayos X, el cristal analizador y un contador proporcional, están acoplados en un dispositivo electromecánico con una geometría tal, que se logran obtener espectros a través de un "barrido" de longitudes de onda y medición de intensidades, que ocurre por el movimiento del dispositivo, construyéndose mediante la electrónica y el software apropiados, un diagrama que muestra las diferentes intensidades (picos) asociadas a las diversas longitudes de onda.

El EDX en cambio, basa su funcionamiento en el carácter corpuscular de los rayos X, donde un sistema encabezado por un detector de estado sólido es capaz de contar los fotones de rayos X, y además los discrimina según su energía, construyendo así un diagrama de intensidades de los fotones, en relación con estas energías. Este espectrómetro tiene la ventaja de no poseer partes móviles que deban accionarse durante su funcionamiento, pero tiene una menor resolución espectral que el WDX. Se le tratará en mayor detalle en la próxima parte.

Espectrómetro dispersivo en energía.

Es un dispositivo construido a partir de un detector en estado sólido de silicio dopado con litio, o Si(Li), que es la parte esencial del sistema espectroscópico, pero que debe estar asociado a una elaborada arquitectura mecánica, eléctrica, electrónica y de refrigeración, para su correcto funcionamiento. Así, dicho cristal deberá estar bajo vacío, para prevenir su contaminación y evitar la distorsión de la medición; entre el cristal y la muestra emisora deberá encontrarse una ventana de un material con muy bajo número atómico, como berilio o algún plástico muy resistente como Mylar. Deberá estar en contacto, a través de un dedo frío, con un reservorio de nitrógeno líquido que le mantendrá a baja temperatura para evitar su deterioro por migración del litio hacia su superficie, bajo efecto del potencial de operación, y para reducir el ruido en las señales

adquiridas. Para la adquisición efectiva de estas señales, el detector se acopla a un sistema electrónico que incluye (ésta es una descripción generalizada) un preamplificador dispuesto espacialmente cerca del cristal para evitar pérdidas en las señales por resistencia eléctrica, un amplificador, un conversor analógico-digital, un analizador multicanal, una computadora con el software apropiado para realizar el tratamiento de los datos obtenidos, y algunos dispositivos de seguridad.



Figura 12. Corte transversal del detector de Si(Li).

El proceso de detección y medición de los rayos X por este detector, descansa sobre el hecho de que cuando en el cristal incide y es absorbido un fotón, el pulso de voltaje producido es proporcional en altura a la energía de dicho fotón. Ocurre que el cristal de Si(Li) posee una estructura de bandas equivalente a la de silicio intrínseco, en la que la banda de conducción esta vacía mientras que la banda de valencia está llena. El fotón X es capturado a través de un proceso de absorción fotoeléctrica (Goldstein et al., 1984), donde resulta emitido un electrón energético que interactúa con los otros originando una cascada de electrones de menores energías, esto es creando pares electrón-hueco; los electrones son promovidos hacia la banda de conducción, dejando huecos en la banda de valencia. Así, bajo una diferencia de potencial aplicada, estos electrones y huecos son direccionados y colectados en electrodos en las caras opuestas del cristal (en la práctica, el proceso es mucho más complejo, y ocurre que en el propio cristal se producen electrones Auger o rayos X del Silicio, que a la larga son reabsorbidos liberando más portadores de carga).



Figura 13. Esquema del proceso de detección de rayos X por el cristal Si(Li).

En general, el número ideal de cargas que se crean al ser absorbido un fotón de energía E, dada en electronvoltios, es (Goldstein et al., 1984):

 $n = E / \varepsilon$

donde $\varepsilon = 3,8$ eV, es la energía promedio de excitación de un electrón de la banda de valencia a la banda de conducción. Esto significa que para una energía típica del fotón incidente, del orden de los keV, se obtendrían entre cientos a miles de electrones, para una carga del orden de los 10^{-16} coul; o sea, una carga extremadamente baja que requiere para su medición, de todo el arreglo mecánico, eléctrico, electrónico y de refrigeración al que ya se hizo referencia.

Sobre las Películas Delgadas

Es posible encontrar múltiples variaciones en la definición de estos objetos, adaptadas incluso según la disciplina en la que se les trate; se observa la expresión en biología, química, ingeniería de materiales y otros lugares, refiriéndose a estructuras similares pero no totalmente coincidentes. Así, se le puede conseguir en referencias a membranas proteínicas, pero también a coberturas metálicas.

En el contexto de esta investigación, se encontró una definición basada en magnitudes en Mattox (1998), que señala que las películas delgadas son capas de un espesor menor a "varios micrómetros", llegando a ser tan delgadas como unas "cuantas capas atómicas". Además, este autor advierte que cuando el espesor supera este límite de varios micrómetros, entonces es conveniente llamar "revestimiento" a dicha película. En

Goldstein et al. (1984) se aprecia una muy interesante conceptualización, que toma en cuenta la trama de los procesos de producción de rayos X, al señalarse que una película delgada posee un espesor tal que, en promedio, un electrón del haz sólo experimentaría un único acto de dispersión al atravesar dicha película.

También se ha encontrado durante la revisión de un buen número de publicaciones, que existe una intensión por parte de algunos investigadores, aunque no muy sólida ni constante, de usar el término *películas muy delgadas* (very thin films) para aquellas cuyos espesores se pueden enunciar en nanómetros, dejando el término usual de *películas delgadas* para las que poseen espesores de decenas de nanómetros o más.

Las tecnologías de fabricación de películas delgadas son muy variadas, empezando por la naturaleza de los procesos utilizados. Existen técnicas mayormente químicas para la fabricación de películas, como el depósito químico en fase de vapor, la oxidación térmica, o varias técnicas electroquímicas de deposición de películas. También existen técnicas puramente físicas como la evaporación por haz de iones, la pulverización por plasma, la ablación laser, la evaporación térmica y la pulverización catódica. En esta investigación se utilizó la última mencionada.

Pulverización catódica.

Lo que literalmente significaría volver polvo un cátodo, es un proceso físico en el que se produce la evaporación de los átomos de un material, no de manera térmica, sino mediante el bombardeo de éste por iones energéticos. Así, la pulverización catódica está causada principalmente por el intercambio de cantidad de movimiento entre los iones y los átomos del material, debido a colisiones. Sánchez (2006) describe que en este método de elaboración de películas, los iones formados en un plasma son acelerados hacia el material que se desea depositar, mediante un campo eléctrico. El plasma está formado por gases escogidos a conveniencia, en la mayoría de las aplicaciones se trata de gases nobles, ionizados por el fuerte campo eléctrico. El alto voltaje entre el cátodo y el ánodo provoca que los iones del gas del proceso golpeen el blanco con la energía suficiente para arrancar átomos de la superficie del cátodo mediante una acción de transferencia de cantidad de movimiento. Cuando el ión golpea la superficie del material, transfiere parte de su energía a los átomos que lo forman, y se produce

entonces una colisión en cascada. Las múltiples colisiones hacen posible que algunos átomos del material adquieran la suficiente energía para abandonar la superficie, alcanzar el sustrato y adherirse a él.



Figura 14. Transferencia de momento entre iones y átomos del cátodo.

Por cada ión incidente existirá un número de átomos catódicos efectivamente expulsados de la masa de material; este numero de átomos es una medida de la eficiencia del proceso, y es llamado el *rendimiento de la pulverización*, que dependerá de parámetros como las masas de los iones incidentes, su energía cinética, la presión en la recámara de pulverización, las masas de los átomos del blanco, sus enlaces, etc. En la práctica es posible manipular este rendimiento mediante una variedad de técnicas, que buscan principalmente modificar las propiedades del plasma; una forma es operar sobre la densidad de iones, en procura de optimizar las condiciones de pulverización, por lo que se han desarrollado formas de pulverización catódica que incluyen la generación del plasma a través de radiofrecuencias (Sputtering RF), y la asistencia de la pulverización por campos magnéticos (Sputtering Magnetrón). En esta investigación se recurrió a la próxima página una figura que muestra un esquema resumido del arreglo experimental para el Sputtering DC.



Figura 15. Pulverización catódica por campo eléctrico.

Por otra parte, para las películas delgadas elaboradas por éste u otros métodos, muchas veces se hace necesaria una caracterización de las muestras terminadas, siendo uno de los parámetros más requeridos el *espesor* de dichas películas. Son diversas las técnicas que se han desarrollado para determinar estos espesores, siendo su escogencia determinada por las necesidades de los investigadores y por las herramientas disponibles. Algunas de las técnicas implican la elaboración de "películas testigos", a partir de las que se obtendrán los espesores de las películas principales; en otras técnicas se pueden medir los espesores directamente de las películas principales. Las distintas técnicas aportan errores experimentales de diferentes magnitudes, requiriéndose en algunos casos correcciones significativas mediante la aplicación de herramientas de análisis matemático especializadas; como el caso de las técnicas de medición de espesores de películas a partir de la emisión relativa de rayos X entre dichas películas y algunas muestras de control, o del sustrato sobre las que fueron depositadas.

Existen otras técnicas de medición de espesores que permiten ejecutar mediciones directas, en el sentido de que se obtienen datos a partir de la caracterización estructural de las películas. Por ejemplo, en Peralta (2007), se elaboró una película testigo usando como sustrato un bloque de resina, que luego se cubrió con más resina de manera obtener un bloque mayor, en cuyo medio estaría el material de la película. Así, de este bloque se realizaron cortes finos por ultramicrotomía que permitieron evaluar el espesor de la película, a través de imágenes adquiridas en un microscopio electrónico de barrido. Esta técnica está limitada por el propio espesor de la película, siendo útil para medir espesores por encima de los 200 nanómetros. Cuando las películas tienen espesores

menores, incluso por debajo de 10 nanómetros, se puede recurrir para su medición directa, a un microscopio de fuerza atómica.

Microscopio de fuerza atómica.

Es un instrumento mecánico-óptico capaz de detectar fuerzas del orden de los nanonewtons. Al analizar una muestra, se registra continuamente la altura de su superficie por una sonda o punta cristalina de forma piramidal, que barre un área escogida de la muestra. La sonda va acoplada a un listón microscópico mejor conocido como "cantilever", muy sensible al efecto de las fuerzas, de alrededor de 100 µm de longitud. La punta se selecciona de acuerdo al tipo de muestra y a las propiedades que se desean obtener; ésta puede ser de diferentes materiales, donde las más comunes son de Nitruro de Silicio o de Silicio. La resolución del instrumento depende del radio de curvatura de la punta, y va desde varias decenas hasta menos de 1 nanómetro, lo que significa que permite distinguir detalles en la superficie de la muestra con una amplificación de hasta varios millones de veces.

Las fuerzas entre la punta y la muestra provocan la deflexión del "cantilever", simultáneamente un detector mide esta deflexión a medida que la punta se desplaza sobre la superficie de la muestra generando una micrografía de la superficie. Esto se hace a partir del cambio en el ángulo de reflexión de un haz de luz láser, que incide en el tope del "cantilever". La capacidad del instrumento de detectar fuerzas de tan baja magnitud que deflecten el "cantilever", permite que el detector tenga una muy alta resolución en el eje Z, que es en la que particularmente se interesa este trabajo. La fuerza interatómica que contribuye a la deflexión del "cantilever" es, típicamente, la fuerza de Van der Waals.

La naturaleza del proceso de medición de este aparato, lo hace ideal para determinar espesores de películas delgadas o muy delgadas. Para ello, se recurre a varias técnicas de elaboración de películas con presencia de "escalones", esto es, regiones donde el sustrato queda desnudo, sin deposición de película, inmediatas a regiones donde ha quedado totalmente cubierto por el material de la película, lo que significa que en un corte transversal de la imagen, la simple medición de la diferencia de alturas entre ambas superficies es igual al espesor de la película. Estos escalones pueden ser fabricados a través de máscaras simples, fotopolímeros, retiro mecánico parcial del material, etc. Véanse las siguientes imágenes, donde se observan un escalón y su corte transversal (Egidi et. al., 2004)



Figura 16. Película delgada con "escalón" y su corte transversal.

Capítulo IV

Desarrollo de la metodología experimental de esta investigación

Procedimiento experimental

Sobre el objeto de medición.

Esta investigación intentó medir las *secciones eficaces de producción de rayos X característicos* tipo L y M (según corresponda) de los elementos Au, Ta y Mo. Sin embargo, la generalidad de las publicaciones reportan sus mediciones en términos de *secciones eficaces de ionización* de capas electrónicas internas. Tal diferenciación puede ser origen de confusiones; por ello es conveniente aclarar que en principio, ambas magnitudes son formas de consideración de un mismo fenómeno, y no hay divergencia en los procedimientos experimentales.

Ocurre que en la mayoría de los casos donde se procura excitar las capas internas de los átomos por bombardeo electrónico, lo que realmente se mide son las secciones eficaces de producción de rayos X (salvo que el experimento explicite la medición de otro tipo de señal). Luego, los investigadores prefieren hacer la conversión de estos datos hacia las secciones eficaces de ionización, a través de un set de parámetros que incluye la tasa de emisión de rayos X, el rendimiento en fluorescencia y las probabilidades de transición Auger. Además, es claro que ambos tipos de secciones eficaces, de producción de rayos X y de ionización, dependerán de la naturaleza del agente de excitación (si es por fotones o por electrones) así como de la energía del mismo.

Por ejemplo, determinar la sección eficaz de ionización de la capa electrónica L, a partir de la detección de rayos X característicos L, implica tomar en cuenta el rendimiento en fluorescencia asociado al elemento en cuestión. A ello se debe sumar el hecho de que esta capa electrónica posee tres subniveles, por lo que el rendimiento en fluorescencia deberá definirse a partir de los rendimientos de cada subnivel individual, o sea, ω : ω_{L1} , ω_{L2} , ω_{L3} ; donde la forma en que se distribuyen estos rendimientos depende de la manera de excitación. Estos hechos dan cuenta de cierta dificultad al momento de ejecutar el análisis de los datos experimentales, ya que se necesitaría la

información de dichos rendimientos en fluorescencia, que pudiera ser inexacta o no encontrarse disponible. También, la dependencia de dichos rendimientos con la manera como ocurre la excitación de los átomos es otra dificultad, ya que los datos obtenidos a través de la excitación por fluorescencia de rayos X y los obtenidos a través de la excitación por bombardeo electrónico, no son transferibles (esto también es debido a la presencia de subniveles).

Por lo tanto, en el caso de esta investigación, debido a las herramientas disponibles, sólo se han medido las secciones eficaces de producción de rayos X característicos L y M por impacto electrónico, $\sigma_{RX;L,M}$, de los elementos en cuestión, como función de la energía de los electrones incidentes; lo que matemáticamente se puede expresar como el producto de las secciones eficaces de ionización, $\sigma_{L,M}$, por los rendimientos en fluorescencia correspondientes, $\omega_{L,M}$:

$$\omega_{L,M}\sigma_{L,M}(E) = \sigma_{RX;L,M}$$

Planteamiento del experimento.

Como se comentó en el primer capítulo, el desarrollo de un procedimiento experimental y consecuentemente de un montaje experimental, pasa por la definición, la delimitación y el entendimiento de dicho experimento en condiciones ideales, de manera que los investigadores puedan clarificar los objetivos, y trazar estrategias de aproximación del experimento real hacia el ideal, tomando en cuenta las herramientas disponibles.

Desde este punto de vista, para medir la probabilidad de producción de rayos X de alguna capa interna L o M de un átomo dado, en función de la energía de los electrones incidentes, idealmente se tomaría este átomo y se haría incidir en él un electrón de energía determinada, repitiendo esto gran cantidad de veces, y registrando cualquier fotón X característico emitido de estas capas internas. Esto se repetiría para un rango dado de energías del electrón. Luego, un análisis estadístico que observe cuántos fotones característicos fueron emitidos en función del número y la energía de los electrones incidentes, arrojaría el resultado de dicha probabilidad, y por tanto, de la sección eficaz de producción de rayos X en cuestión.

En la práctica, se determinó que lo más cerca que un procedimiento experimental puede aproximarse a esta idealización, es haciendo incidir un haz de electrones de una energía dada, y una corriente determinada y estabilizada en el tiempo de la mejor forma que el equipo experimental lo permita, sobre una película muy delgada y bastante pura, lo cual representaría pocos átomos, formada por el elemento del cual se desea conocer la sección eficaz. Luego, se deberá medir con el sistema más apropiado, un espectrómetro tipo EDX en este caso, el número de rayos X característicos emitidos por el espécimen por acción del bombardeo electrónico, que puedan recogerse durante un tiempo determinado, dentro del ángulo sólido de captación del detector, el cual deberá permanecer invariable.

Siendo éste el caso, en este trabajo se planteó el siguiente procedimiento experimental:

Para determinar la sección eficaz de producción de rayos X tipo L y M de los elementos seleccionados, $\sigma_{RX;L}$, $\sigma_{RX;M}$, se midió el número de fotones X característicos L, M, emitidos por el espécimen impactado con N_e electrones de energía E, que fueron colectados por el detector. Es decir, se procuró la construcción de curvas cuya forma vino dada según N_L(E), N_M(E), lo cual se denominó sección eficaz *adimensional*. Luego, la sección eficaz *absoluta*, o sección eficaz de producción de rayos X, vendrá dada por esta misma curva multiplicada por una constante, de donde se obtienen las unidades de área correspondientes a la sección eficaz. Así, la sección eficaz absoluta puede expresarse como (Shima et al., 1981; Peng et al., 1998; Llovet, Merlet y Salvat, 2000):

$$\omega_{L,M}\sigma_{L,M}(E) = \frac{4\pi}{NtN_e \epsilon\Delta\Omega} N_{L,M}(E)$$

donde:

Ne: número de electrones de energía E $N_{L,M}(E)$: número de rayos X característicos detectados N: concentración atómica del blanco $\omega_{L,M}$: rendimiento en fluorescencia $\Delta\Omega$: ángulo sólido relativo al detector t: espesor de la película delgada E: eficiencia del espectrómetro De esta ecuación debe notarse que casi todas las cantidades que forman la constante multiplicativa son prácticamente independientes de la energía de los electrones incidentes, por lo que los posibles errores en los valores adoptados para construirla contribuirán a la formación de una incertidumbre absoluta, que no afectará la forma de la curva. En ese sentido, sólo existiría la posible excepción del espesor *t* de la película; esta ecuación supone que los electrones penetran la película siguiendo una trayectoria totalmente recta, pero se sabe que, debido a las colisiones elásticas dentro de la película, la trayectoria por ellos recorrida, sí depende de la energía de los mismos. Sin embargo, este efecto es muy reducido gracias al mínimo espesor de la película, que ofrecería sólo algunas decenas de capas atómicas a los electrones incidentes. Para garantizar la despreciabilidad de este efecto, se simuló mediante un programa de cómputo basado en la técnica de Monte Carlo, el transporte de los electrones incidentes a través de las muestras; de ello se discutirá en un próximo apartado.

Además, de lo anteriormente dicho se desprende que el uso de películas delgadas como blanco, minimiza la aparición de electrones retrodispersados, que de otra manera agregarían una cuota de error significativa en la medición de la corriente del haz electrónico, y también minimiza la producción de ionizaciones secundarias, que son las causadas por electrones del haz, que previamente han ocasionado ionizaciones conservando luego suficiente energía como para producir una o varias nuevas ionizaciones. Si la muestra fuese macroscópica en sus tres dimensiones, entonces buena parte de los electrones del haz pudieran efectuar múltiples ionizaciones hasta perder totalmente sus energías, lo que produciría gran cantidad de fotones X generados por electrones que, siendo inicialmente del haz, ya no portarían la energía inicial.

Por último, esta ecuación también indica el muy importante hecho de que la sección eficaz de producción de rayos X medida *viene dada por átomo*, y no debe confundirse con la sección eficaz total de impacto asociada a la estructura de la muestra. Esto es, la magnitud aquí medida es intrínseca del elemento en cuestión, y por lo tanto, será constante sin importar la forma de asociación de dichos átomos con otros.

Montaje experimental

Por lo expuesto anteriormente, el desarrollo de esta investigación implicó la elaboración de una colección de muestras, en forma de películas delgadas, correspondientes a los elementos cuyas secciones eficaces se deseaban medir. También, implicó la elaboración de accesorios de medición, o el acoplamiento adecuado de ellos, de manera de garantizar una mínima incertidumbre en el acto de medición. Éstas y otras necesidades ameritaron actividades de exploración y experimentación previas a la definida como objetivo general de este trabajo; esto es, se puede identificar aquí una primera etapa destinada al desarrollo del montaje experimental, donde se articuló la investigación documental, la simulación de procesos físicos a través del software adecuado, e incluso dinámicas de ensayo y error, que dieron por producto el montaje experimental final.

Películas delgadas.

Al plantearse la utilización de películas delgadas como herramienta metodológica para esta investigación, surgió naturalmente la interrogante de qué tan delgadas estas películas deberían ser, para minimizar los efectos de dispersión elástica de los electrones al transportarse a través de la película, y de la consecuente aparición de electrones retrodispersados; pero con suficiente material depositado como para obtener una señal de rayos X característicos cómodamente medible. Para determinar esto se utilizó una colección de programas de simulación para microscopía electrónica y microanálisis, basados en la técnica de Montecarlo, desarrollados por David C. Joy y revisados por Kanda (1996).

Particularmente mediante el programa *Single Scattering Monte Carlo Simulation*, se ejecutó una larga serie de simulaciones donde se manipularon adecuadamente los parámetros variables, que eran la energía del haz de electrones y el espesor de la película delgada, para los elementos Au y Mo, de mayor y menor número atómico respectivamente. Primero, para espesores fijos de 100 Å, se varió la energía del haz incidente entre el respectivo umbral de ionización de la capa L y una energía de 39 keV; luego, se hizo lo propio para espesores de 50 Å. De cada simulación, se obtuvo información sobre el porcentaje de electrones retrodispersados y de electrones que

atravesaron el espesor completo de la película sin experimentar colisiones, lo que permitió construir una serie de curvas, como las que se muestran a continuación:



Retrodispersión y electrones sin colisionar en función de la energia

Retrodispersión y electrones sin colisionar en función de la energia



donde se puede apreciar como, con poca diferencia para ambos casos, el porcentaje de electrones retrodispersados para películas de 50 Å, decrece muy rápidamente con el aumento de la energía de los electrones hasta hacerse casi cero, y el porcentaje de electrones que atraviesan la película sin experimentar colisiones (o sea, con pérdida energética menor a 5 eV) en el interior de la película aumenta.

Luego, fijando la energía del haz electrónico cerca de la energía umbral de ionización y variando el parámetro del espesor de la película, se construyeron otras curvas que mostraban el comportamiento del porcentaje de electrones retrodispersados y de electrones que atraviesan el espesor completo de la película sin experimentar colisiones; aquí el caso del molibdeno:



Retrodispersión y Electrones sin colisionar en función del espesor de la película

de donde se puede ver que, para espesores menores a los 80 Å, serán retrodispersados menos de un 10 % de los electrones del haz, si estos poseen una energía de 4 keV, cercana al umbral de ionización de la capa L de los átomos de molibdeno. Es claro por las curvas anteriores que al aumentar la energía del haz electrónico, este porcentaje se reduciría rápidamente hasta hacerse casi cero.

La información mostrada por estas gráficas permitió concluir que, para los tres elementos, Au, Ta y Mo, mantener el porcentaje de electrones retrodispersados por debajo del 10 %, implicaba la utilización de películas de no más de 100 Å ó 10 nm, pero este porcentaje sería el peor de los casos, definido en la energía más baja del haz electrónico a utilizar, que sería cercana a la energía de umbral. Al aumentar la energía del haz, el porcentaje de electrones retrodispersados se reduciría hasta niveles despreciables, por lo que resultó razonable apuntar, en principio, a elaborar películas de espesores no mayores al 150 % de los simulados, o sea, espesores máximos de 15 nm (sin embargo, se lograron elaborar películas de espesores aún menores).

Además de aportar información para la construcción de estas gráficas, el programa de simulación citado también agrega la visualización cualitativa del comportamiento de los electrones del haz al transportarse por el interior de las películas, lo que permitió comparar la manera como los electrones atravesarían las películas en función del espesor de éstas; véase a continuación la significativa diferencia entre películas de Au de 10 nm y de 500 nm, al momento de ser impactadas por un haz electrónico de 20 keV.



Figura 17. Comparación del comportamiento de los electrones del haz dentro de dos películas de Au, de 10 y 500 nm.

Elaboración de las muestras.

Una vez estimado el espesor más conveniente para las películas, se inició la tarea de determinar la arquitectura y la mejor forma de elaboración de las muestras. Películas delgadas de estos espesores difícilmente podrían autosostenerse, y serían sensibles a cualquier manipulación; por ello, se vio la necesidad de depositarles sobre un sustrato que, pudiendo soportar dichos movimientos, no interfiriera con el paso de los electrones del haz. Así, se fabricaron sustratos de *carbón*, que debido a su bajo número atómico y a su baja densidad, y también debido a su capacidad para mantener la integridad estructural, es un material ideal para el sustrato.

Los sustratos de carbón consistieron en películas delgadas de espesor aproximado entre 50 y 100 nm, que gracias a la naturaleza del material, se comportan prácticamente como películas transparentes a electrones del rango de energías trabajado en esta investigación, de entre 5 y 30 keV (por comparación, el carbón tiene Z=6 y densidad de 2,34 kg/m³, mientras que el molibdeno, el tántalo y el oro tienen números atómicos 7, 12 y 13 veces superiores respectivamente, y densidades 4, 8 y 9 veces superiores respectivamente). Para elaborar estos sustratos, se evaporó carbón sobre la superficie de una lámina de mica recién clivada; se utilizó un evaporador en vacío *JEOL JEE-420*, mediante la técnica de evaporación por arco eléctrico con electrodos. Luego, recortando de esta lámina una porción necesaria, la película de carbón fue separada de la mica sumergiendo ésta en agua destilada en un ángulo aproximado de 45 grados. Ocurre que la superficie de la mica es hidrófila, y esta propiedad permite que el agua se infiltre en la interfaz entre la mica y el carbón, separándose este último, y pasando a flotar sobre la superficie del agua. En ese momento el sustrato pudo ser recuperado.

Los sustratos de carbón necesitaron a su vez un soporte adecuado; se recurrió a rejillas de cobre del tipo de las utilizadas en microscopía electrónica de transmisión (TEM), de 3 mm de diámetro. Así, buena parte del material de las muestras cubriría los orificios de las rejillas, permitiendo el paso de los electrones del haz a través de la película. Se determinó luego de varias pruebas que las rejillas más adecuadas eran las de 100 *mesh*. La película de carbón fue recuperada sumergiendo en el agua destilada donde flotaba, varias de estas rejillas colocadas en un soporte a manera de plataforma, y luego alzando éste fuera de la superficie del agua, desde abajo del carbón; al hacer esto

lentamente, se podía obtener una película de carbón con pocas grietas. Esta técnica permite la fabricación de muchos sustratos para su posterior almacenamiento.

A partir de allí, se pudieron empezar a depositar las películas activas de Au, Ta y Mo sobre los sustratos de carbón. Para ello se recurrió a la técnica de pulverización catódica por campo eléctrico. Se elaboraron cátodos de aquellos materiales, recortando círculos a partir de láminas correspondientes. Se utilizó un *cubridor iónico DC* con circuito de refrigeración para los sustratos, presente en el laboratorio de Física de Superficies, que genera el plasma a partir de gas argón. Un considerable número de pruebas, permitió definir las condiciones físicas más adecuadas para la pulverización de dichos cátodos, apuntando al espesor predefinido. Estas condiciones fueron:

Voltaje aplicado: 600 voltios

Corriente del plasma: 7 miliamperios

Presión de argón en la recámara: 8x10⁻² milibares

Al fijar estas condiciones, el espesor de las películas pudo controlarse a través de los tiempos de pulverización. En procura de obtener películas de similares espesores, estos tiempos se calcularon a partir de los coeficientes de desempeño de pulverización catódica publicados por Institut für Angewandte Physik (página web consultada en septiembre, 2009):

Tántalo: 0,488 átomos Ta / ión Ar

Molibdeno: 0,632 átomos Mo / ión Ar

Oro: 1,808 átomos Au / ión Ar

Las condiciones citadas fueron determinadas en función de ofrecer una lenta formación de las películas, de entre 6 y 18 minutos según los casos, de manera de tener un buen control sobre proceso de pulverización; ello fue posible también gracias a que estas condiciones eran fácilmente repetibles, y se mantenían altamente estables durante todo el tiempo de deposición.

A continuación, una fotomicrografía electrónica de una de las muestras (película activa sobre sustrato de carbón, sobre rejilla de cobre) que se ha manipulado digitalmente en su brillo y contraste para poder apreciar la estructura de la rejilla, y sobre ella, una muy delgada película de material activo, fracturado en algunas partes, e intacto sobre otras.



Figura 18. Muestra de material activo sobre rejilla.

Accesorios de medición.

El desarrollo del montaje experimental requirió de artefactos anexos para la medición de magnitudes que no se pueden obtener de las muestras principales. En primer lugar, de la ecuación para la obtención de la sección eficaz absoluta de producción de rayos X característicos, se observa como parámetro el número de electrones de energía determinada que impactan la muestra, Ne; pese a que los equipos de microscopía electrónica y microanálisis comerciales ofrecen la corriente del haz electrónico como información, en este caso se requirió determinarla con la menor incertidumbre posible. Por ello se fabricó una *celda de Faraday* tal que la muestra se colocara sobre su entrada, y al ser atravesada por los electrones del haz, estos fueran totalmente colectados por la celda. Luego, para medir la corriente de dicho haz se acopló un electrómetro al microanalizador utilizado en esta investigación; así, el número de electrones se determinó a través de la corriente medida por el electrómetro, y el tiempo vivo dado por el espectrómetro.

Para fabricar la celda de Faraday, se recortó de una barra de grafito de 10 mm de diámetro, un segmento de 15 mm de largo, al cual se le perforó un orificio de 2,6 mm de diámetro y cerca de 12 mm de profundidad. De esta manera la profundidad de este orificio sería unas cinco veces su diámetro, para garantizar el efecto deseado de retención de todo electrón entrante, y ausencia de electrones secundarios que se escapen de la celda. Se escogió el grafito por ser conductor y generar rayos X característicos de

muy baja energía, que no interfirieron con los picos característicos de los elementos estudiados.



Figura 19. Esquema de la celda de Faraday utilizada.

En segundo lugar, también de la ecuación para la obtención de la sección eficaz absoluta de producción de rayos X característicos, se observa como parámetro el espesor de las películas activas, t. En principio se plantearon varios métodos para la medición del espesor de estas películas, pero debido a que éste era mínimo, se concluyó que la mejor y más sencilla manera de medirle era a través de un *microscopio de fuerza atómica*, como se señalara en el capítulo anterior. En ese sentido, se experimentó para encontrar la mejor manera de elaborar los escalones de las películas activas, tratando de fabricarlos sobre pequeñas pastillas de silicio monocristalino (cuya superficie se supone un plano atómico, siendo muy lisa y uniforme), utilizando como máscaras otros fragmentos de silicio, rejillas de cobre y cinta adhesiva. Se determinó que la técnica más eficaz para fabricar dichos escalones fue usando la cinta adhesiva, cubriendo con ella una porción de la superficie del silicio, y dejando el resto desnudo. Luego de la deposición adecuada, lo que dejaba un escalón de material depositado de suficiente calidad como para permitir medir directamente el espesor de la película.

Para medir la altura de estos escalones, que sería igual al espesor t de las películas, se utilizó un *microscopio de fuerza atómica marca AGILENT*, y su respectivo *programa analizador Gwyddion* bajo licencia de la empresa AGILENT. A través de dicho programa se realizó el análisis de los datos adquiridos por el microscopio, lo que consistió en el mejoramiento de la información por el retiro de los diversos tipos de

"ruido" presentes, el retiro del efecto de curvatura, el establecimiento de planos base, etc. y se obtuvo el espesor de las películas a partir de perfiles. A continuación, parte de los datos adquiridos para el caso de la película de oro sobre silicio; se observan una imagen bidimensional y una tridimensional del escalón, y un parte del perfil del mismo:



Figura 20. Imagen bidimensional del escalón.



Figura 21. Imagen tridimensional del escalón.



Figura 22. Perfil del escalón.

En la última figura, que muestra parte del perfil del escalón, se ha efectuado un acercamiento al centro de dicho perfil, para apreciar mejor la región donde se logra visualizar la diferencia de alturas; allí se observa una estructura con forma de pico, que fue originada durante el proceso de deposición del material sobre la muestra testigo. En ese lugar se encontraba un lateral de la cinta adhesiva que también fue cubierto por el oro; así, al retirar la cinta y siendo la película de un espesor muy pequeño, esta parte del material que llegó a cubrir el lateral de la cinta permaneció en su lugar de crecimiento. Esta estructura puede considerarse como una interfase entre el silicio y la película de oro, por lo que el procedimiento de medición del espesor debe hacerse en las regiones internas de la película, sin tomar en cuenta este borde. Las proporciones de esta estructura se minimizan para películas de espesores mucho mayores que las utilizadas en este trabajo.

En el caso de este escalón, la determinación del espesor de la película consistió en la comparación de las alturas promedio de dos regiones del perfil: una primera región correspondiente a la superficie del silicio desnudo, y una segunda región correspondiente a la película depositada sobre el silicio. Estas alturas promedios fueron determinadas y comparadas por el programa analizador Gwyddion.

Montaje experimental final.

En este contexto, el montaje experimental final fue la articulación de las muestras terminadas, los accesorios de medición, el equipo microanalizador (que incluye al espectrómetro), en función del procedimiento experimental ya definido.

Como equipo microanalizador se utilizó un microscopio electrónico con espectrómetro tipo EDX incorporado, modelo *JEOL-5910 Pioneer*. Éste estaba unido a un electrómetro analógico *KEITHLEY Instruments* modelo portátil, muy sensible, capaz de medir corrientes del orden de los picoamperios, a través del cual se registraría la corriente del haz electrónico. Las muestras de películas delgadas de Au, Ta y Mo se fijaron en las celdas de Faraday, y se introdujeron éstas en la recamara del microscopio, que se encontraba bajo un estado de *alto vacío*.

Allí, a través de la imagen formada por electrones secundarios, se realizaba una primera revisión de las muestras para localizar regiones de las películas que estuvieran

intactas, de manera de definir un lugar de medición. Seguidamente, se hacía un acercamiento hacia este lugar, mediante un aumento de x4000, lo que definía un área de barrido de aproximadamente 500 μ m² (un rectángulo de 25 μ m por 20 μ m). Este microanalizador tenía la ventaja de poder adquirir los espectros de rayos X mientras el haz electrónico barría muy rápidamente el área fijada, de manera que las posibles irregularidades en la superficie de las películas se promediaban; además, al no fijarse el haz electrónico en un punto particular, el riesgo de destrucción por calentamiento de la película era reducido. Es fácil aproximar este rápido barrido del haz sobre la superficie escogida de la muestra, a un modelo en que la sección transversal del haz es la misma que el área de barrido, distribuyéndose la corriente de electrones en esa área.

La adquisición de los espectros de rayos X se ejecutó durante un tiempo vivo de 2000 y 1600 segundos para cada energía escogida de los electrones del haz, dependiendo de la muestra. Los tiempos muertos oscilaron entre 10 % a 14 % del tiempo vivo en todos los casos. Otros parámetros fijados en este montaje experimental fueron:

Ángulo de despegue del detector de Si(Li): 35°

Distancia de la ventana del detector a la muestra: 44 mm

Ángulo sólido de detección $\Delta\Omega$: 0,0052 sR

Eficiencia del detector E: 1 (para el rango de energías de los picos de interés)

Capítulo V

Secciones eficaces de producción de rayos X característicos por impacto electrónico Resultados

Adquisición de los espectros

La dinámica de trabajo en el laboratorio consistió en la adquisición de espectros de emisión de rayos X del Au, Ta y Mo, para un rango de energías de los electrones incidentes desde cerca de los respectivos umbrales de ionización de las capaz L y M según corresponda, hasta los 30 keV, y también la medición de las corrientes del haz electrónico. Se identificaron de estos espectros los picos de interés:

Para el Au, los picos Au-L α (9,713 keV), Au-L β (11,442 keV), Au-M α (2,122 keV). Para el Ta, el pico Ta-M α (1710 keV).

Para el Mo, los picos Mo-Lα (2,293 keV), Mo-Lβ (2,394 keV).

Véanse los espectros completos con los picos de interés señalados en las siguientes gráficas:







Espectro del Ta (Haz electrónico de 30 keV, tiempo vivo 1600 s, corriente 3,30 nA)

Espectro del Mo (Haz electrónico de 30 keV, tiempo vivo 1600 s, corriente 1,45 nA)



Ahora, véanse los picos de interés a través de un acercamiento:



Zoom de Picos Cu-Kb y Au-La,Lb (Haz electrónico de 30 keV, Tiempo vivo de 2000 s)







Zoom del pico Ta-M (Haz electrónico de 30 keV, Tiempo vivo de 1600 s)

Zoom del pico Mo-L (Haz electrónico de 30 keV, Tiempo vivo de 1600 s)



Se observan también los picos característicos Cu-Ka y Cu-KB; que provienen del cobre de las rejillas. Estas emisiones parásitas son mayormente producidas por el fenómeno de fluorescencia de rayos X; en el caso de las gráficas mostradas, estas emisiones se observan con gran intensidad debido a dos razones: por ser estos espectros adquiridos justamente en la energía más alta posible para los electrones del haz, dentro de las condiciones experimentales de esta investigación, que fue de 30 keV; y además, por ser la masa total del cobre presente, mucho mayor que la masa total de las películas delgadas de las muestras. En estas condiciones se produce radiación de frenado con una energía de hasta 30 keV, fundamentalmente proveniente del grafito de las celdas de Faraday, pues la mayoría de los electrones incidentes atraviesan las películas delgadas, impactando en la superficie interna de dichas celdas (es claro que también se produce radiación de frenado en el material de las muestras, aunque en cantidades despreciables). Esta radiación provocaría la emisión de rayos X característicos del cobre por fluorescencia; la magnitud de esta fluorescencia se reduce al disminuir la energía de los electrones incidentes. No se descarta que algunos electrones del haz sean dispersados en la dirección de la estructura de cobre, pero en una cantidad también despreciable, debido a que dicha estructura se encuentra en el mismo plano de las películas delgadas, y la proporción de electrones retrodispersados disminuye dramáticamente al aumentar la energía de los electrones incidentes, como se vio en el capítulo pasado; estos hechos sustentan la afirmación del fenómeno de fluorescencia como origen de los picos del cobre.

Luego, es claro de las gráficas mostradas que *la presencia de estos picos característicos del cobre no afecta el proceso de análisis de la información obtenida*, ya que se encuentran alejados de las regiones del espectro propias de los picos de interés para esta investigación, por lo que no hay solapamiento.

Los espectros adquiridos se distribuyeron según la energía del haz incidente, así:

Para el Au: 12 keV, 15 keV, 20 keV, 25 keV, 30 keV. Estos espectros fueron adquiridos durante un tiempo vivo de 2000 segundos.

Para el Ta: 5 keV, 10 keV, 15 keV, 20 keV, 25 keV, 30 keV. Estos espectros fueron adquiridos durante un tiempo vivo de 1600 segundos.

Para el Mo: 5 keV, 10 keV, 15 keV, 20 keV, 25 keV, 30 keV. Estos espectros fueron adquiridos durante un tiempo vivo de 1600 segundos.

A través de las corrientes medidas en cada adquisición y los tiempos vivos, se determinaron los números de electrones incidentes totales, para cada caso.

Análisis y tratamiento de la información obtenida

Una vez adquiridos todos los espectros, se procedió a trabajar sobre estos datos para determinar las secciones eficaces de producción de rayos X. Para ello, se recurrió a la aplicación ORIGIN 6.0; además se utilizó como herramienta auxiliar la aplicación Microsoft EXCEL 2003.

En principio debe señalarse que se observa la presencia de "ruido" en una magnitud considerable en todos los picos de interés, pero principalmente en aquellos picos adquiridos cuyas intensidades son pobres (Mo-L, Au-L β). La causa de esto es precisamente la poca altura de dichos picos, originada en la cantidad mínima de material con que fueron elaboradas las muestras. Sin embargo, este efecto no interfirió significativamente en el análisis de la información adquirida.

Así, en una primera acción, se procuró determinar las secciones eficaces adimensionales de producción de rayos X característicos; esto es, recuperar directamente de los espectros las intensidades al área de los picos de interés como función de las energías de los electrones incidentes. Para lograrlo, dichos picos fueron aislados digitalmente del resto del espectro, para después establecer una línea base correspondiente al fondo continuo, lo cual se ejecutaba automáticamente por el programa o manualmente por el investigador, según lo permitiera la forma del pico en cuestión. De esta manera, para un pico particular el área se obtenía mediante integración, limitada por la curva del pico y la línea base establecida. A continuación un ejemplo de este procedimiento, donde se aísla el pico Au-M α y se establece una línea base que limita el área de integración:



Luego, el resultado de la integración es igual al número de fotones X característicos *efectivamente detectados por el espectrómetro*, para esa energía de los electrones del haz, N(E); esta información ofrece una idea del comportamiento de las secciones eficaces con respecto a la variación en la energía de los electrones incidentes. Para obtener las *secciones eficaces absolutas de producción de rayos X característicos*, se debe recurrir a varios parámetros de diversa naturaleza, como la concentración y el espesor del material de la muestra, el número de electrones impactantes, la geometría del sistema de detección y su eficiencia, de donde se obtendrán además las unidades de las secciones eficaces (barn). Así, recordando la ecuación vista en el capítulo anterior (Shima et al., 1981; Peng et al., 1998; Llovet, Merlet y Salvat, 2000):

$$\sigma_{RX;L,M} = \omega_{L,M} \sigma_{L,M}(E) = \frac{4\pi}{Nt N_e \epsilon \Delta \Omega} N_{L,M}(E)$$

donde, como se señalara, la forma de la curva viene dada por el factor N(E), y el resto corresponde a una constante multiplicativa que busca generalizar la información medida

por el espectrómetro. Se interpreta de esta ecuación que el factor $4\pi/\Delta\Omega$ permite expandir el fenómeno para tomar en cuenta los fotones emitidos en direcciones distintas a las del detector, suponiendo que esta emisión es isotrópica. El factor 1/Ne verifica que la sección eficaz calculada vendrá dada por electrón incidente. Y el factor 1/Nt, donde N es la concentración de los átomos de la muestra y t el espesor, indica una idea de la distribución espacial genérica de los átomos del blanco, necesaria para estimar el número de ellos que se encuentran relativamente expuestos al bombardeo electrónico.

Resultados

Primero, se muestran dos parámetros necesarios en las labores de cálculo de las secciones eficaces absolutas de producción de rayos X característicos por impacto electrónico, por elemento correspondiente, que se suman a los parámetros publicados en el capítulo anterior. El espesor de las películas se midió con un microscopio de fuerza atómica de la manera descrita en el capítulo pasado; la concentración de los átomos de las muestras se obtuvo de Attwood et al. (2001):

```
<u>Au</u>:

Espesor de la película: 6,8 nm

Concentración: 5,89x10<sup>28</sup> átomos/m<sup>3</sup>

<u>Ta</u>:

Espesor de la película: 5,5 nm

Concentración: 5,55x10<sup>28</sup> átomos/m<sup>3</sup>

<u>Mo</u>:

Espesor de la película: 4,1 nm

Concentración: 6,42x10<sup>28</sup> átomos/m<sup>3</sup>
```

El tratamiento de la información obtenida a través de las múltiples adquisiciones de espectros ya enunciadas, dio como resultado la siguiente colección de secciones eficaces de producción de rayos X característicos por impacto electrónico, de los elementos Au, Ta y Mo, donde la energía reducida se define como la razón de la energía de los electrones del haz en relación a la energía de ionización de la capa electrónica tratada; además, se ha agregado una línea de tendencia polinomial de segundo grado (esta línea de tendencia sólo procura servir como herramienta de visualización, no debe entenderse como un ajuste experimental de dichas medidas):

Energía de los	Energía reducida	Sección eficaz Au-La
electrones (keV)	$U=E/E_{L\alpha}$	(barn)
15	1,54	301
20	2,06	490
25	2,57	564
30	3,09	595

Sección eficaz de producción de rayos X tipo Au-La por impacto electrónico

Graficando estos resultados, obtenemos:





Energía de los	Energía reducida	Sección eficaz Au-Lβ
electrones (keV)	$U=E/E_{L\beta}$	(barn)
15	1,31	129
20	1,75	263
25	2,18	331
30	2,62	378

Sección eficaz de producción de rayos X tipo Au-L β por impacto electrónico



Sección eficaz de producción de rayos X Au-Lb por impacto electrónico

2,80
Energía de los	Energía reducida	Sección eficaz Au- Ma
electrones (keV)	$U=E/E_{M\alpha}$	(barn)
12	5,66	4032
15	7,07	3428
20	9,43	2950
25	11,78	2619
30	14,14	2327

Sección eficaz de producción de rayos X tipo Au-M α por impacto electrónico





Energía de los	Energía reducida	Sección eficaz Ta- Ma
electrones (keV)	$U=E/E_{M\alpha}$	(barn)
5	2,92	471
10	5,85	345
15	8,77	271
20	11,70	260
25	14,62	218
30	17,54	196

Sección eficaz de producción de rayos X tipo Ta-M α por impacto electrónico

Sección eficaz de producción de rayos X Ta-Ma por impacto electrónico



Energía de los	Energía reducida	Sección eficaz Mo-L
electrones (keV)	U=E/EL	(barn)
5	2,13	656
10	4,26	503
15	6,38	386
20	8,51	341
25	10,64	343
30	12,77	322

Sección eficaz de producción de rayos X tipo Mo-L por impacto electrónico

Sección eficaz de producción de rayos X Mo-L por impacto electrónico



En general, las formas de las secciones eficaces de producción de rayos X de capas electrónicas internas y, consecuentemente, las formas de las secciones eficaces de ionización, tienden a comportarse de manera muy similar a la siguiente figura (Goldstein et al., 1984):



Figura 23. Forma general de las secciones eficaces de ionización de capas internas como función de la energía reducida.

Se pueden identificar en esta figura tres regiones, según la energía; una primera región donde se observa un crecimiento muy rápido de la sección eficaz, partiendo de cero ionizaciones por debajo de una energía dada; una segunda región donde este crecimiento desacelera hasta alcanzar un máximo, para luego empezar a decrecer; y una tercera región donde el decrecimiento es sostenido al aumentar la energía del agente de excitación.

En el caso de este trabajo, se observó que las secciones eficaces de producción de rayos X medidas para el Au-L α y para el Au-L β se ubicaron en la primera región, lo que explica la forma creciente en la disposición de los datos obtenidos. En el caso del Au-M α , Ta-M α y el Mo-L, por el contrario se tomaron medidas dispuestas en la segunda y tercera región, por lo que se observa una conducta decreciente en dichos datos.

Conclusiones

Los distintos momentos que pueden diferenciarse dentro de este trabajo permiten plantear algunas conclusiones, que conviene clasificarlas como sigue:

Sobre la noción de sección eficaz como herramienta

Como se discutiera en los primeros capítulos, la noción general de sección eficaz tiene un origen rigurosamente geométrico, al punto de ser expresada en unidades de área. Luego, es tomada como herramienta conceptual, enormemente útil y popular en la formulación de hipótesis y en la construcción de teorías que abordan fenómenos del tipo *impacto entre partículas*, como un modo de expresar la probabilidad de que determinados fenómenos originados en estos impactos, tengan lugar.

En el ámbito de la medición de probabilidades de emisión de rayos X característicos originados por impacto electrónico, la noción de sección eficaz en la forma de *secciones eficaces de producción de rayos X característicos* resulta constructiva, ya que la manera como técnicamente son producidos los rayos X, es a través de la proyección de partículas estimulantes (los electrones) en la dirección de partículas blanco (los átomos del material a estudiar), de modo que en forma general puede hablarse de la probabilidad de que unas partículas colisionen con las otras (en el caso del fenómeno de fluorescencia, podría hacerse la misma interpretación, mediante la simple sustitución de los electrones por fotones).

Así, más puntualmente habrán de proponerse bajo este modelo, estructuras internas de los átomos, cuyas geometrías son cuantificables. Por ejemplo, en el caso de esta investigación se encontraron secciones eficaces de producción de rayos X tipo Au-La del orden de los cientos de *barn* (1 barn = 10^{-28} m²), que pudieran suponerse como círculos con radios del orden de los 10^{-13} m, que son unas mil veces mas pequeños que el radio atómico total, que es del orden de los 10^{-10} m. Como otro ejemplo podemos comparar la sección eficaz de producción de rayos X tipo Au-La para una energía de los electrones incidentes de 30 keV, que resultó de 596 barn en este trabajo, con la sección transversal de un átomo de Au neutro con un radio asociado de 1,5 x 10^{-10} m. Luego, la sección transversal geométrica del átomo de Au sería $\pi r^2 = 7,1 \times 10^{-20}$ m² = 7,1 x 10^8

barn; lo que representa un área cerca de un millón de veces mayor que la sección eficaz de producción de rayos X tipo Au-Lα que se logró medir en este trabajo.

Esta comparación da una idea inmediata de la probabilidad de producción del fotón X en cuestión, y en el caso de la medición citada deja ver que la ocurrencia del fenómeno de producción de un fotón X tipo Au-La, es muy poco probable (esto se verifica al observar que, para producir unas cuantas *decenas de miles de fotones* Au-La característicos, fue necesario exponer la muestra a bombardeo electrónico por 2000 segundos, para un total de *varios billones de electrones* impactantes, calculados a partir de la corriente del haz).

Sobre el procedimiento experimental

El procedimiento experimental estuvo orientado por el *planteamiento ideal de un experimento* para la determinación de secciones eficaces, y por la *ecuación* mostrada. Ciertamente, se determinaron las secciones eficaces de producción de rayos X característicos, pues son los rayos X los que efectivamente se midieron. Es posible *convertir* estos valores a secciones eficaces de ionización de capas electrónicas internas, si se dispone de la información de los rendimientos en fluorescencia ω correspondientes.

Dicho procedimiento experimental es muy útil porque es generalizable, de fácil comprensión, y de sencilla aplicación. Así, puede utilizarse para determinar otro tipo de secciones eficaces, como la de producción de electrones Auger, o la de producción de rayos x característicos de otras capas electrónicas. Además, con una adecuada reingeniería, puede utilizarse para determinar las secciones eficaces de producción de rayos X característicos por fluorescencia.

Sin embargo, este procedimiento experimental está limitado por la arquitectura de las muestras, ya que para poder descartar ciertos fenómenos que de otro modo lo anularían, principalmente el de retrodispersión de electrones del haz, las muestras deben elaborarse de una manera muy específica.

Sobre el montaje experimental y los accesorios de medición

En este punto se debe hacer referencia a las publicaciones revisadas, consideradas como investigaciones antecedentes a ésta, y mencionadas en el primer capítulo. Pese a que se pueden señalar mayores o menores semejanzas entre ellas y con esta investigación, todas coinciden en basar sus muestras experimentales en *sustratos macroscópicos* (láminas, bloques), y además en algunos casos, elaborados en un material con mayor número atómico que el carbono (aluminio en muchos casos). Esto obligó a dichos investigadores a incorporar a sus cálculos un *factor de corrección* por electrones retrodispersados desde el sustrato, que no pueden medirse sino calcularse a partir de suposiciones razonables, e incluso a partir de modelos teóricos como el llamado modelo de bipartición de transporte electrónico (An et al., 2003), lo que aumenta la incertidumbre en el acto de medición. En ese sentido, se consideró que las muestras experimentales desarrolladas y utilizadas en esta investigación *superan* a las referidas, por evitar la obligación de estas correcciones, disminuyendo la complejidad del análisis de los datos recuperados. Por ello, se recomienda para nuevos trabajos, el uso de muestras experimentales iguales o similares a las aquí utilizadas.

Por otra parte, en lo concerniente a la determinación de los espesores de las películas delgadas, la fabricación de los *escalones* y la medición de su altura a través de un microscopio de fuerza atómica, resultó ser una técnica poderosa para cumplir con ese objetivo, por su fiabilidad, rapidez, registro de la información, pero también por el hecho de que la elaboración de los escalones sobre pastillas de silicio monocristalino no requiere de mayor esfuerzo, ya que se demostró que basta con imponer sobre la superficie del silicio una máscara de cinta adhesiva, para luego de la deposición retirarle cuidadosamente y formar así el escalón.

Sobre el análisis de los datos y la formulación de los resultados

Primeramente, se hace referencia a la presencia de "ruido" en una magnitud considerable en todos los picos de interés, pero principalmente en aquellos picos adquiridos cuyas intensidades son pobres (Mo-L, Au-L β). Esto fue causado por la mínima cantidad de material con que se elaboraron las muestras, pero este efecto no es corregible desde esa dirección pues, como se explicó, es precisamente esa mínima cantidad de material lo que ofrece varias ventajas para el procedimiento experimental, que no pueden ser dejadas de lado. Entonces, se recomienda aumentar el tiempo de

análisis de las muestras considerablemente, de forma que la proporción de la altura de los picos a la fluctuación de la señal aumente también de manera considerable (Goldstein et al., 1984).

En cuanto a los resultados, se consideró que estos fueron solidarios con las expectativas en cuanto a sus órdenes de magnitud y a la forma de las curvas construidas dentro de la ventana energética de los electrones del haz. Sin embargo, se aprecia la necesidad de tomar un mayor número de mediciones dentro de esa misma ventana energética, para poder detallar aún más la forma de dichas curvas. Entonces, se recomienda realizar la adquisición de los datos avanzando en uno o dos kiloelectronvoltios por medición, en lugar de cinco (en el caso de esta investigación, esto no pudo hacerse debido a limitaciones logísticas).

Comentarios finales

Pese a que se afirmó que el objetivo general de esta investigación fue la determinación de las secciones eficaces de producción de rayos X por impacto electrónico de las capas internas de los elementos escogidos, como función de la energía de los electrones incidentes, fácilmente este objetivo pudo *sustituirse por el desarrollo de un método para determinar dichas secciones eficaces*, perdiendo relevancia la designación de los elementos escogidos, ya que gran parte de la investigación y de los esfuerzos dirigidos, tuvieron como meta la construcción de todo un procedimiento experimental (incluyendo aquí al montaje experimental) en esa vía.

Por todo ello, esta investigación recomienda la generalización de dicho procedimiento y montaje experimentales a otros elementos, y para otras capas electrónicas internas.

Además, por las características de las muestras aquí elaboradas, particularmente por sus espesores, también se recomienda reformular este experimento en el ámbito de la *microscopía electrónica de transmisión analítica*, ya que en ese contexto son típicos los espesores utilizados; además, se logrará la ventaja de poder expandir el rango de la energía del haz electrónico hasta valores cercanos a los 200 keV, característicos de este tipo de microscopía.

Referencias bibliográficas

Alonso, M., Finn, E. (1995). Física. Delaware: Addison-Wesley Iberoamericana.

- An, Z., Liu, M., Fu, Y., Luo, Z., Tang, C., Li, C. et al. (2003). Some recent progress on the measurement of K-shell ionization cross-sections of atoms by electron impact: Application to Ti and Cr elements. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B*, 207, 268-274.
- Attwood, D., Howells, M., et.al. (2001). *X ray data booklet*. Berkeley, Ca: Lawrence Berkeley National Laboratory.
- Barton, D., Leonov, S. (1998). *Radar technology enciclopedia*. Norwood, Ma: Artech House.
- Eisberg, R., Resnick, R. (2004). Fisica cuántica: Atomos, moléculas, sólidos, núcleos y partículas. México, D.F.: Editorial Limusa.
- Goldstein, J., Newbury, D., Chelín, P., Joy, D., Fiori, C., Lifshin, E. (1984). Scanning electron microscopy and X-ray microanalysis. New York: Plenum Press.
- Hombourger, C. (1998). An empirical expression for K-shell ionization cross section by electron impact. *Journal of Physic B: At. Mol. Opt. Phys.*, *31*, 3693-3702.
- Kanda, K. (1996). *Montecarlo modeling for electron microscopy and microanalysis*. Instrument Division, Hitachi, Ltd.
- IUPAC (1997). Compendium of chemical terminology. 2^{da} edición.
- Larousse-Bordas (1996). Diccionario escolar Larousse. México: Ediciones Larousse.
- Llovet, X., Merlet, C. & Salvat, F. (2000). Measurements of K-shell ionization cross sections of Cr, Ni and Cu by impact of 6.5-40 keV electrons. *Journal of Physic B: At. Mol. Opt. Phys.*, 33, 3761-3772.
- Long, X., Liu, M., Ho, F., & Peng, X. (1990). Cross sections for K-shell ionization by electron impact. *Atomic Data and Nuclear Data Tables*, 45, 353-366.
- Mattox, D. (1998). Handbook of physical vapor deposition processing: Film formation, adhesion, preparation and contamination control. Westwood, NJ: Noyes Publications.
- Peng, X., He, F., Long, X., Luo, Z. & An, Z. (1998). Cross section for K-shell ionization of niobium by electron impact. *Physical Review A*, *3*(58), 2034-2036.

- Peralta, M. (2007). Análisis cuantitativo de películas delgadas mediante EPMA-EDX. Trabajo de grado para optar al título de Licenciado en Física, mención Física Experimental. Universidad Central de Venezuela. Caracas.
- Powell, C. (1976). Cross sections for ionization of inner-shell electrons by electrons. *Reviews of Modern Physics, 1*(48), 33-47.
- Shima, K., Nakagawa, K. & Mikumo, T. (1981). Threshold behavior of Cu-, Ge-, Ag-k, and Au-L3 shell ionization cross sections by electron impact. *Physical Review A*, *1*(24), 72-78.
- Sputter yield calculator. Institut für Angewandte Physik, extraído en septiembre del 2009 de http://eaps4.iap.tuwien.ac.ta/surfase/script/sputteryield.html
- Talukder, M., Bose, S., Takamura, S. (2008). Calculated electron impact K-shell ionization cross sections for atoms. *International Journal of Mass Spectrometry*, 269, 118-130.
- Tawara, H., Harrison, K. & De Heer, F. (1973). X-ray emision cross sections and fluorescence yields for Light atoms and molecules by electron impact. *Physica*, 63, 351-367.
- Universidade de Vigo (s.f.). *Apuntes de Radar*. Edición electrónica: Departamento de Teoría do Sinal e Comunicacións.