

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

FACULTAD DE CIENCIAS

00362

lej.
1



UN NUEVO METODO DE CALIBRACION
DE UN SISTEMA DE DETECCION DE RAYOS-X
PARA EL ANALISIS PIXE.

TESIS

QUE PARA OBTENER EL TITULO DE
MAESTRO EN CIENCIAS
(FISICA)

PRESENTA

FRANCISCA ALDAPE UGALDE



UNAM – Dirección General de Bibliotecas Tesis Digitales Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS © PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

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

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

I N D I C E

INTRODUCCION

Pag.

CAPITULO I

ANTECEDENTES DEL METODO PIXE.

8

I.1 Antecedentes.

I.2 Breve historia del método PIXE en México.

I.2a. Desarrollo de la Técnica en el IFUNAM.

I.2b. Desarrollo de la Técnica en el ININ.

CAPITULO II

IONIZACION DE CAPAS INTERNAS. TEORIAS DE RAYOS-X.

13

II.1 Introducción de rayos-X y emisión característica.

II.2 Descripción de las principales teorías para calcular secciones transversales de ionización.

II.3 Sección Transversal para producción de rayos-X, σ_x .

CAPITULO III

FORMULACION DEL METODO PIXE.

28

III.1 Cálculo del número de rayos-X producidos.

III.2 Principios básicos del método PIXE.

III.3 Sensitividad del método.

CAPITULO IV

CALIBRACION DEL SISTEMA DE MEDICION DE RAYOS-X

43

IV.1 Determinación de los cinco parámetros.

IV.1a Región de baja energía.

- IV.1b Región de alta energía.
- IV.2 Desarrollo experimental.
- IV.2a Región de baja energía.
- IV.2b Región de alta energía.

CAPITULO V.

RESULTADOS Y CONCLUSIONES.

59

- V.1 Resultados.
- V.2 Conclusiones.

INTRODUCCION

El desarrollo en los años sesentas de los detectores semiconductores de Si(Li) de alta resolución, con filtros de entrada muy delgados y de electrónica de bajo ruido, ha hecho posible tener en la actualidad detectores de excelente resolución.

La combinación de inducir rayos-X por protones y el registro de los mismos con un detector de este tipo da por resultado una técnica de análisis multielemental de alta sensibilidad⁽¹⁾.

La eficiencia de detección de los detectores de alta resolución de Si(Li) y Ge(Li) es de primordial importancia para trabajos cuantitativos. Se pueden citar algunas investigaciones donde se requiere conocer con estimaciones reales de incertidumbre la eficiencia de detección⁽¹²⁾.

La medida de secciones transversales para la ionización de las capas más internas usando protones y iones pesados es importante para la confrontación de las teorías existentes. En los resultados reportados en la literatura, se establece que para medir en absoluto dichas secciones transversales se requiere de una curva de calibración bastante exacta.

En el caso de análisis de trazas de elementos por fluorescencia de rayos-X excitados con protones, aunque si bien

en este caso se puede usar un estándar externo, éste debe contener una cantidad conocida del elemento bajo investigación. Irradiando la muestra conocida y desconocida bajo condiciones idénticas de haz, la cantidad de la muestra desconocida puede ser obtenida por simple proporción. Esto supone que los blancos tienen una forma idéntica, esto es, la misma composición elemental y el mismo grueso. Cualquier variación en la muestra (composición, grueso, contaminantes) causan diferencias significativas en la producción de rayos-X.

El estándar debe ser usado cada vez que alguna condición experimental cambie, por ejemplo la energía del haz, y debe permanecer fijo cada vez que se repita la irradiación.

Lo anterior conduce a considerar que la probabilidad de cometer errores en el análisis cuantitativo a través de estándares es mayor que si se tiene una curva de eficiencia obtenida cuidadosamente.

La demanda en el uso de estos detectores ha ido en aumento debido a su excelente resolución por lo que se hace necesario un conocimiento preciso de la eficiencia de detección de los mismos.

Cada detector semiconductor resulta único en su respuesta en cuanto a eficiencia, debido a la imposibilidad de un control preciso en la fabricación de estos dispositivos. Las curvas de eficiencia proporcionadas por los fabricantes se calculan generalmente a partir de los coeficientes de ab

sorción de rayos-X. Esto es solo una estimación burda de la verdadera eficiencia ya que las especificaciones nominales de fabricación del grosor del contacto de oro, del grosor de la capa muerta del Silicio, del grosor del filtro de Berilio y de la profundidad de la deplesi3n de la regi3n activa, adem3s de la medida del grosor de un filtro adicional de mylar fueron utilizadas en el c3lculo de la eficiencia. Tales c3lculos no son lo suficientemente confiables ya que las especificaciones antes mencionadas pueden introducir errores de consideraci3n⁽²⁾. Por tanto las curvas de calibraci3n proporcionadas por los fabricantes deben considerarse solo como una aproximaci3n.

Se sabe que la eficiencia de esta clase de detectores es funci3n de la energ3a. En la regi3n de baja energ3a ($E < 10$ keV) la eficiencia se incrementa desde cero hasta que para valores cercanos a 10 keV es casi constante. Para energ3as entre 10 keV y 20 keV la respuesta en la eficiencia es aproximadamente constante y su valor es casi del 100%. Finalmente, para energ3as mayores de 30 keV, la eficiencia decrece logar3micamente con la energ3a.

Aunque los valores de la energ3a que delimitan estas regiones son caracter3sticos de cada detector, el comportamiento general es bastante similar para todos ellos. Una gr3fica t3pica de eficiencia contra energ3a tiene la forma mostrada en la figura 1. En dicha figura se muestra la influencia de

los diferentes filtros de un sistema de detección en la parte de baja energía. La parte de alta energía está determinada principalmente por el espesor de la zona sensitiva del detector.

Diversos grupos de investigadores⁽³⁻¹⁰⁾ se han preocupado por la determinación precisa de la curva absoluta de eficiencia de los detectores de Si(Li). Esto ha dado lugar al desarrollo de diferentes métodos tanto experimentales como semiempíricos para determinar la eficiencia de sus propios sistemas. Sin embargo, la mayoría de ellos coincide en señalar que éste es un problema delicado.

Generalmente la determinación experimental de la eficiencia se lleva a cabo utilizando fuentes radiactivas calibradas cuidadosamente^(11,12). Al utilizar sólo este procedimiento, la principal dificultad que se tiene es la carencia de fuentes radiactivas adecuadas que emitan fotones de baja energía (<10 keV) y cuando se dispone de éstas no siempre se tiene un conocimiento preciso de sus "razones de intensidad" (branching ratios K_{β}/K_{α}) así como de su autoabsorción. Como consecuencia de esto se puede obtener una curva de eficiencia con muy buena precisión en la parte de energías $E_x > 10$ KeV, pero imprecisa en la región de baja energía.

La curva de eficiencia puede entonces determinarse a partir de los datos obtenidos con las fuentes calibradas, mediante un ajuste visual o ajustando una función semiempírica

ca. Con la segunda opción Gallagher y Cipolla⁽²⁾ propusieron una función basada en 5 parámetros para describir el comportamiento de la eficiencia de un detector de Si(Li). La utilidad de esta función ha sido demostrada por diversos autores cuando los parámetros, considerados libres, son determinados por un ajuste de mínimos cuadrados a partir de los puntos experimentalmente medidos.

En este trabajo se determina la curva de eficiencia de un sistema de detección de rayos-X mediante el desarrollo de un nuevo método⁽¹³⁾. Utilizando el modelo semiempírico de Gallagher y Cipolla se hace un análisis del comportamiento de la eficiencia con respecto a la energía para determinar los 5 parámetros que aparecen en la ecuación que describe el comportamiento de la eficiencia de detección, de tal manera que éstos no se correlacionen, ya que físicamente pueden considerarse independientes. Esto permite analizar la eficiencia con respecto a zonas de baja y alta energías en función de los valores obtenidos para los parámetros predominantes en cada zona. Al hacer un ajuste de mínimos cuadrados por separado para cada zona se encontraron valores experimentales para los parámetros, tales que al compararlos con aquellos que han sido calculados teóricamente, son los que hasta la fecha concuerdan mejor con éstos. Esto indica que el procedimiento de análisis seguido es confiable.

Así, en forma separada e independiente los parámetros que determinan la región de baja energía se pueden determi

nar utilizando relaciones K_{β}/K_{α} de elementos que emitan rayos-X a energías menores de 10 KeV cuando son ionizados por partículas cargadas. Esto proporciona más información acerca del comportamiento de la curva de eficiencia en la región de baja energía y a su vez evita los problemas mencionados anteriormente; para la región de alta energía se utilizaron fuentes radiactivas calibradas.

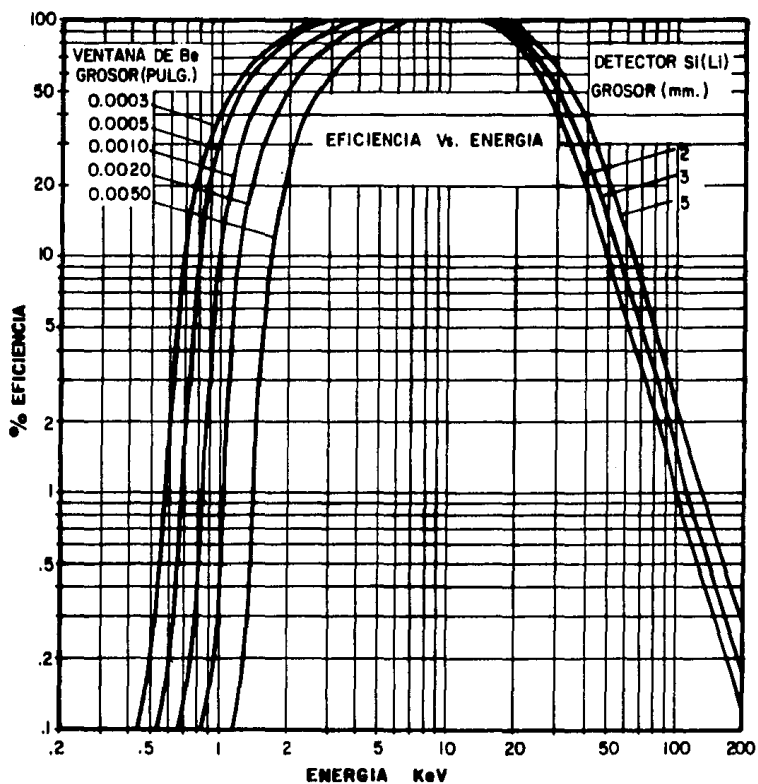


FIGURA 1.- CURVA TIPICA DE EFICIENCIA DE RAYOS-X CONTRA ENERGIA.

CAPITULO I

ANTECEDENTES DEL METODO PIXE

I.1. ANTECEDENTES.

Aún cuando los primeros experimentos en espectroscopia de rayos-X se realizaron a principios de siglo, a pesar de su gran potencial, esta técnica analítica no había podido ser desarrollada debido a dificultades de tipo práctico. El principal problema fue el uso de electrones como fuente de excitación, y problemas colaterales como las de conseguir un alto vacío y lograr muestras conductoras.

A mediados de 1920 se desarrolló la fluorescencia de rayos-X por fotones (XRF), que resolvía la mayoría de los problemas originados con el uso de electrones pero con una menor eficiencia de detección debido al empleo de equipos primitivos, lo que dificultaba su aplicación.

En 1970, Johansson y colaboradores⁽¹⁾ muestran experimentalmente que la combinación de emisión de rayos-X inducidos por protones, con energías de alrededor de 2 MeV y su detección con el recientemente desarrollado detector de Si(Li) dispersivo en energía, constituía un nuevo y poderoso método de análisis multielemental no destructivo.

Paralelamente a la experiencia y éxitos experimentales de Johansson, otros investigadores comenzaron a hacer estu-

dios teóricos respecto al proceso de producción de vacancias de electrones en las capas más internas del átomo. Como resultado de ello, tres formulaciones fueron desarrolladas para explicar este proceso. La primera aproximación de Born para ondas planas (PWBA)⁽¹⁴⁾; la aproximación de choque binario (Binary Encounter Approximation BEA)⁽¹⁵⁾ y el método de parámetro de impacto⁽¹⁶⁾. Las primeras dos de éstas, son formulaciones de alta energía, en el sentido de que se espera sean válidas sólo para energías de la partícula incidente mucho más grandes que las energías de amarre de los electrones. La tercera es un tratamiento semiclásico que toma en cuenta la deflexión de la partícula y describe a la sección transversal bastante bien pero aún no ha sido probada en detalle experimentalmente. Estas teorías suponen que la producción de vacancias en capas internas ocurre como un resultado de la interacción coulombiana directa entre la partícula cargada incidente y el electrón ligado. En particular la aproximación de choque binario es verdaderamente sencilla y clara para poder entender fácilmente los fenómenos y en base a ello desarrollar la experimentación. Todas estas teorías permitieron el cálculo de secciones eficaces de ionización de capas internas. Así se desarrolló un nuevo método de análisis, el método PIXE.

La alta sensibilidad del método sobre casi toda la tabla periódica (análisis multielemental) y el tiempo relativamente corto con que se realiza el análisis de cada mues-

tra, tanto como el hecho de poder ser el punto de partida para una nueva clase de investigaciones en diversos campos han logrado que PIXE sea ampliamente usado en muchos laboratorios nucleares importantes del mundo, como lo demuestra la publicación de gran cantidad de trabajos reportados en los últimos 14 años. ^(17, 18)

I.2. BREVE HISTORIA DEL METODO PIXE EN MEXICO.

I.2.a. Desarrollo de la Técnica en el IFUNAM. El grupo de colisiones ⁽¹⁹⁾ del IFUNAM mostró interés en el desarrollo de técnicas analíticas nucleares desde 1972, cuando este grupo se avocó al estudio bibliográfico y encontró que la fluorescencia de rayos-X inducida por partícula cargada, era la que más se adaptaba a las características del equipo. Este grupo realizó un gran número de pruebas para investigar tipo de soportes, espesores de muestras y sus características, etc. con el fin de optimizar los resultados.

Posteriormente debido a las ventajas que presenta esta técnica para análisis multiespectrales, el Dr. J. Rickards y el Dr. J.F. Ziegler, en 1975 en el IFUNAM, hicieron un estudio de evaluación de la sensibilidad del método para aceleradores de baja energía, por el bajo costo del mantenimiento y operación de las máquinas, bombardeando muestras de agua con un haz de H^+ a energías de 700 KeV ⁽²⁰⁾.

Encontraron que muchos elementos de interés pueden ser

registrados en cantidades por abajo de una parte por billón en exposiciones de 3 minutos. Describen en detalle los pasos necesarios para la calibración absoluta del sistema y el proceso de preparación de la muestra en países donde los sustratos de alta pureza son difíciles de obtener. Así, la técnica puede introducirse, no solamente en laboratorios nucleares abandonados por la fraternidad nuclear, sino en laboratorios que cuentan con aceleradores de baja energía dedicados a la investigación en física atómica y molecular.

Posteriormente en 1976⁽²¹⁾ se realizó un estudio sistemático para utilizar la técnica PIXE a las energías del acelerador del IFUNAM. En 1977 otro trabajo fue realizado⁽²²⁾ para mostrar los resultados de los análisis de espectros de rayos-X de muestras en diferentes campos de interés. En el mismo año se realizaron estudios⁽²³⁾ en muestras de sangre humana. Existe otro trabajo⁽²⁴⁾ que estudia los efectos de óxidos sobre sólidos conductores en los análisis de PIXE en la región de energías de cientos de keV.

Actualmente, basándose en el cambio brusco de la sección eficaz de ionización en la región de cientos de keV, este grupo⁽²⁵⁾ intenta utilizar PIXE como una técnica de medición de espesores en películas delgadas.

I.2.b. Desarrollo de la Técnica en el ININ. Simultáneamente a estos desarrollos de la Técnica en el IFUNAM, en el Centro Nuclear de México ININ (1976), se iniciaron los

experimentos^(26, 27, 28) preliminares para desarrollar esta importante técnica. El ININ cuenta con un acelerador Tandem Van de Graaff modelo EN Tandem de mayor energía que el del IFUNAM; de esta manera los estudios realizados con el Tandem pueden complementarse con los desarrollados en el IFUNAM y viceversa. Los experimentos consistieron en hacer un estudio sistemático de la técnica a diversas energías. Este estudio cualitativo incluyó diversos aspectos del método como el diseño de la cámara para realizar los experimentos, la preparación de blancos, el uso de un patrón interno, el uso de distintos sustratos para sostener la muestra, un análisis de la sensibilidad, reproducibilidad y absorción, hasta la posible reducción del fondo de bremsstrahlung. Se desarrolló también un programa para la identificación de picos y cálculos de áreas⁽²⁹⁾.

Desde entonces se han hecho estudios en muestras de agua, obsidiana y sangre, obteniéndose algunos resultados aceptables.

Actualmente esta técnica está siendo utilizada para investigar y resolver problemas en superficies metálicas..

CAPITULO II

IONIZACION DE CAPAS INTERNAS. TEORIAS DE RAYOS-X.

II.1 INDUCCION DE RAYOS-X Y EMISION CARACTERISTICA.

En general si una vacancia es creada, de alguna manera, en la estructura atómica, ésta será inmediatamente ocupada por otro electrón. Como resultado de ello la energía liberada en la transición será emitida como un fotón, cuya radiación electromagnética estará en la parte visible o no visible del espectro, dependiendo de su energía.

Si el electrón es removido de una de las capas más internas, otro electrón de una de las capas más externas ocupará la vacancia y la energía será emitida como un rayo-X (fotón). El rayo-X así producido tiene una energía característica de la Z del átomo.

Diversos procesos son usados para remover un electrón de las capas más internas del átomo. El proceso en el cual estamos interesados es aquel en el que partículas cargadas (e, p, partículas α , ión pesado) inciden sobre el blanco golpeando un electrón de la capa K y transfiriendo parte de su energía cinética al electrón. Como resultado de esta interacción se creará una vacancia que será ocupada con un electrón de una de las capas más externas. El proceso físico toma lugar en 2 pasos⁽³⁰⁾ como lo ilustra la figura 2.

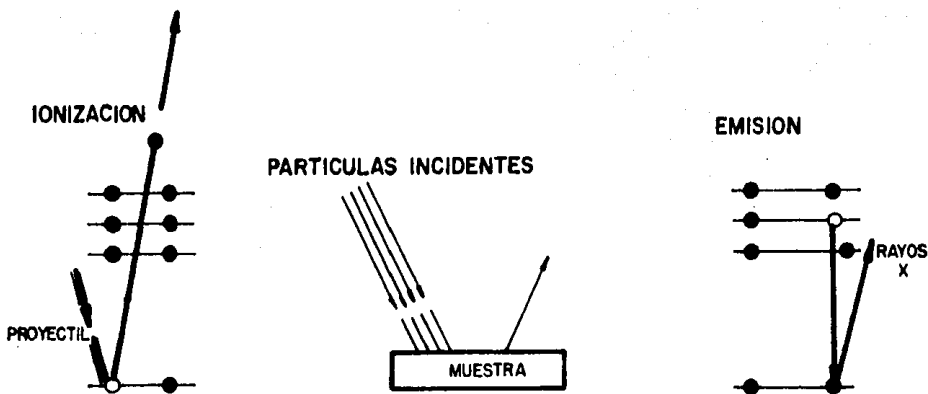


Figura 2.- Principio del Método PIXE.

Los rayos-X o líneas designadas como K surgen de una transición electrónica de las capas más externas a una vacancia en la capa K. Las vacancias en la capa K pueden ser llenadas por electrones provenientes de la capa L o M. Si la transición ocurre debido a un electrón de la capa L, los rayos X serán denominados K_{α} y si la transición ocurre de uno de la capa M, los rayos-X serán denominados K_{β} . Esto se ilustra en la figura 3.

Los rayos-X o líneas designadas como L son el resultado de transiciones de las capas más externas a una vacancia localizada en la capa L y serán denominadas L_{α} , L_{β} , o L_{γ} , dependiendo de la capa desde donde provenga el electrón que está llenando la vacancia en la capa L.

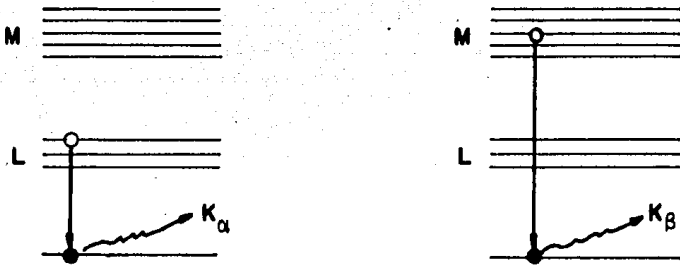


Figura 3.- Emisión de rayos-X K.

La figura 4 muestra el espectro característico de los fotones producidos por el decaimiento de electrones de la capa L (K_{α}) y de la capa M (K_{β}) a la capa K.

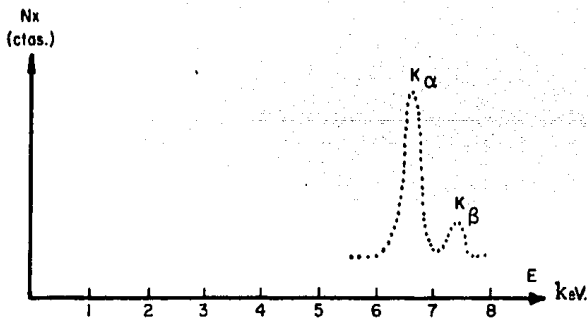


Figura 4.- Espectro característico correspondiente registrado en un detector de Si-Li.

Su localización indica una diferencia en energía que permite identificarlos claramente. La anchura de cada pico depende de características intrínsecas del detector el cual tiene una resolución finita por lo que las transiciones entre subcapas cuyas energías son casi idénticas, no son resueltas por el mismo, así por ejemplo la línea K_α corresponde realmente a dos líneas, $K_{\alpha 1}$ y $K_{\alpha 2}$, cuya diferencia en energías no permite al detector separarlas.

Por otro lado, no todas las transiciones electrónicas son permisibles y de estas últimas, algunas son más probables que otras. Las transiciones más probables y observadas en PIXE son las del tipo dipolo eléctrico, cuyas probabilidades son gobernadas por las "reglas de selección" las cuales sólo permiten transiciones en las que se cumple lo siguiente:

$$\Delta n = \text{ilimitado}$$

$$\Delta l = \pm 1$$

$$\Delta m_e = 0, \pm 1$$

$$\vec{j} = \vec{l} + \vec{s}$$

$$\Delta j = 0, \pm 1$$

La figura 5 muestra el diagrama de niveles atómicos con las transiciones permitidas⁽³¹⁾.

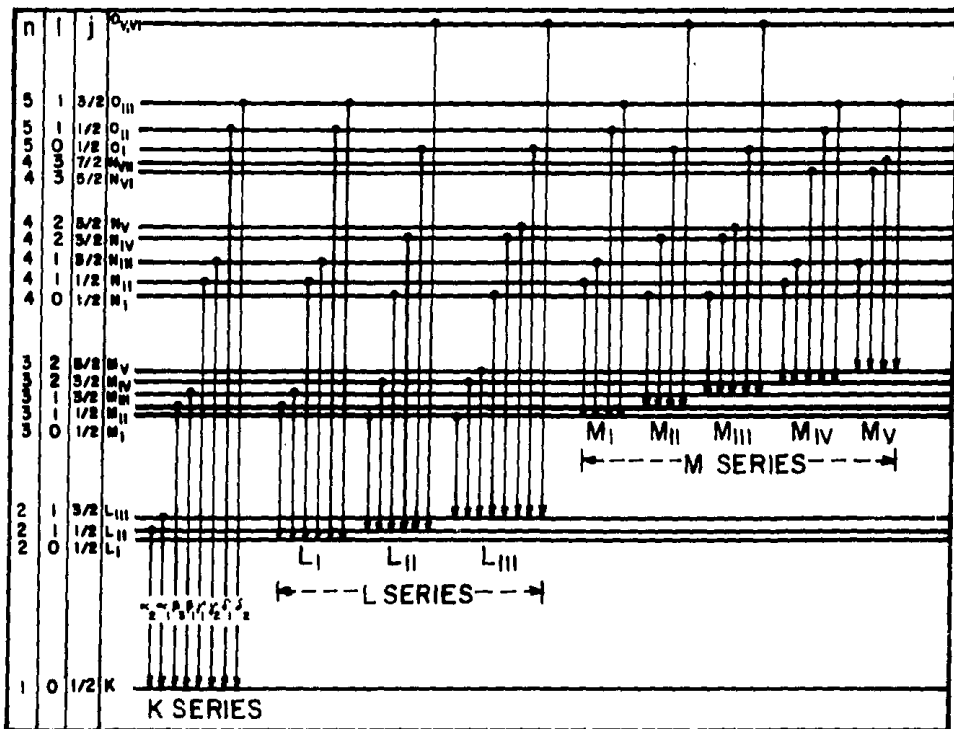


FIGURA N°5. - DIAGRAMA COMPLETO DE NIVELES DE ENERGIA ATOMICOS Y TRANSICIONES PERMITIDAS PARA EL ELEMENTO Z=92

II.2. DESCRIPCION DE LAS PRINCIPALES TEORIAS PARA CALCULAR SECCIONES TRANSVERSALES DE IONIZACION.

Los procesos de la ionización de las capas más internas por iones ligeros son actualmente bien conocidos y entendidos. El análisis cuantitativo de muestras delgadas y muestras gruesas requiere de valores exactos de secciones transversales de ionización de la capa K y L. Algunas teorías fueron desarrolladas como resultado de las investigaciones teóricas realizadas que se hicieron al tratar de comprender el fenómeno de producción de vacancias internas con partícula cargada.

En principio la determinación experimental de las secciones transversales podría ser usada para decidir la validez de la aplicación de una teoría u otra, pero los errores experimentales⁽³²⁾ son importantes (10% o más) y los resultados de diferentes grupos experimentales no siempre coinciden. Sin embargo, en la actualidad se cuenta con un gran número de medidas de secciones transversales realizadas en diferentes laboratorios del mundo, cuya confiabilidad aumenta día con día debido al incremento en la precisión de los equipos utilizados. Esto permite tener un patrón de referencia de creciente confiabilidad.

SECCION TRANSVERSAL DE IONIZACION POR "PWBA". Para describir la ionización que se produce en las capas internas de los átomos mediante el bombardeo con protones y par-

tículas alfa; Merzbacher y H.W. Lewis⁽¹⁴⁾ desarrollaron un tratamiento teórico a primera aproximación de Born para ondas planas (PWBA). La teoría supone que la producción de la vacancia atómica interna es debida a la interacción coulombiana del ion incidente con un electrón ligado y que tanto la partícula incidente como la inelásticamente dispersada pueden ser descritas por ondas planas. El PWBA contempla el proceso como una transición de un electrón desde su estado inicial ligado a un estado final en el continuo. La producción de vacancias originadas con la transferencia de electrones a orbitales desocupados es muy poco probable y por lo tanto serán despreciables comparadas con las transiciones de los electrones de sus respectivos orbitales hacia el continuo.

Esta es una formulación de alta energía, la que es válida cuando la energía de los iones incidentes es más grande que la energía de amarre del electrón. Para energías más bajas deben introducirse correcciones para obtener una descripción cuantitativa del proceso. Basbas y colaboradores⁽³³⁾ analizan estas discrepancias del PWBA para colisiones a bajas velocidades e introducen en sus cálculos los efectos de la deflexión de la trayectoria de la partícula incidente debido a la repulsión de los núcleos del blanco y el cambio en la energía de amarre del electrón debido a la presencia de la partícula incidente. La introduc

ción de estas modificaciones mejora sensiblemente los resultados.

SECCION TRANSVERSAL DE IONIZACION POR "SCA". Bang y Hansteen en 1959⁽¹⁶⁾ publican los efectos producidos en la sección transversal total debidos a la repulsión nuclear de la partícula incidente. En esta aproximación semi-clásica (SCA) se utiliza el parámetro de impacto y se toma en cuenta la deflexión que sufre la trayectoria de la partícula incidente debido a los núcleos del blanco. Sin estas correcciones esta teoría obtiene los mismos resultados para la sección transversal obtenida por la aproximación de Born.

SECCION TRANSVERSAL DE IONIZACION POR "BEA". La teoría de la aproximación del encuentro binario (BEA) fue desarrollada por J.D. García⁽¹⁵⁾ en 1970. En este tratamiento las secciones transversales para producción de vacancias en las capas más internas de los átomos por impacto de protón son examinadas en una aproximación de impulso y considera, como la interacción principal que producirá la vacancia, al intercambio directo de energía entre la partícula incidente cargada y el electrón ligado. La colisión es vista así, como la colisión de la partícula incidente de momento k_1 con un electrón libre de momento k_2 . Por esta razón el método ha sido llamado aproximación del encuentro binario. Este modelo también toma en cuenta la repulsión nuclear de

la partícula incidente. En la aproximación de impulso ha sido mostrado⁽³⁴⁾ que, para una subcapa dada, ésta obedece una ley de escalamiento, la cual establece que el producto del cuadrado de la energía de amarre por la sección transversal es una función universal de la energía incidente expresada en unidades de energía de amarre.

CUANTIFICACION EN EL METODO PIXE. J. L. Campbell y colaboradores⁽³²⁾ utilizaron los resultados de medidas de secciones transversales de ionización para la capa K obtenidas por diversos grupos experimentales realizadas en un amplio rango de elementos. Ellos grafican los datos obtenidos a energías de 2.0 y 2.5 MeV y las comparan con las curvas que se obtienen de las teorías de aproximación de onda plana (PWBA), aproximación de encuentro binario (BEA) y con la aproximación de onda plana modificada por Basbas (PWBA_m). Esto es mostrado en la figura 6.

Otro grupo de investigación en Brasil⁽³⁵⁾ realizó un estudio experimental sobre la validez de las teorías aquí expuestas e hizo una comparación entre ellas. Esto puede observarse en la figura 7.

En las figuras 6 y 7 puede observarse el comportamiento de las diversas aproximaciones aquí descritas. De ellas se deduce que BEA es la que más se ajusta a casi todo el intervalo de masas y a las energías indicadas en los datos experimentales por lo que actualmente esta aproximación es con

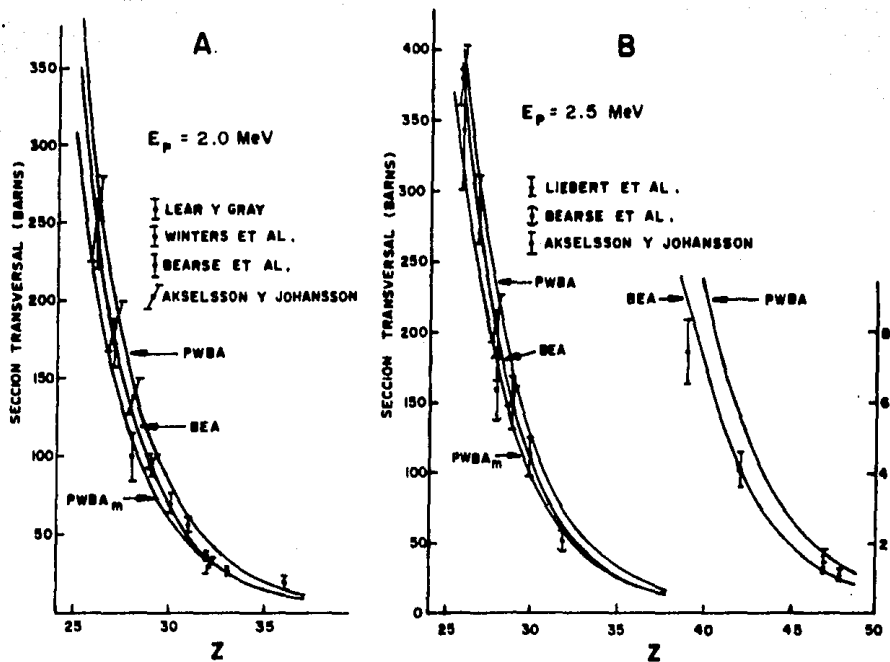


FIGURA 6.- SECCIONES TRANSVERSALES DE IONIZACION CALCULADAS POR LA TEORIA DE ENCUENTRO BINARIO (BEA) APROXIMACION DE BORN DE ONDA PLANA (PWBA Y PWBA_m). SE MUESTRAN TAMBIEN LAS SECCIONES EXPERIMENTALES PARA A) 2.0 MEV Y B) 2.5 MEV

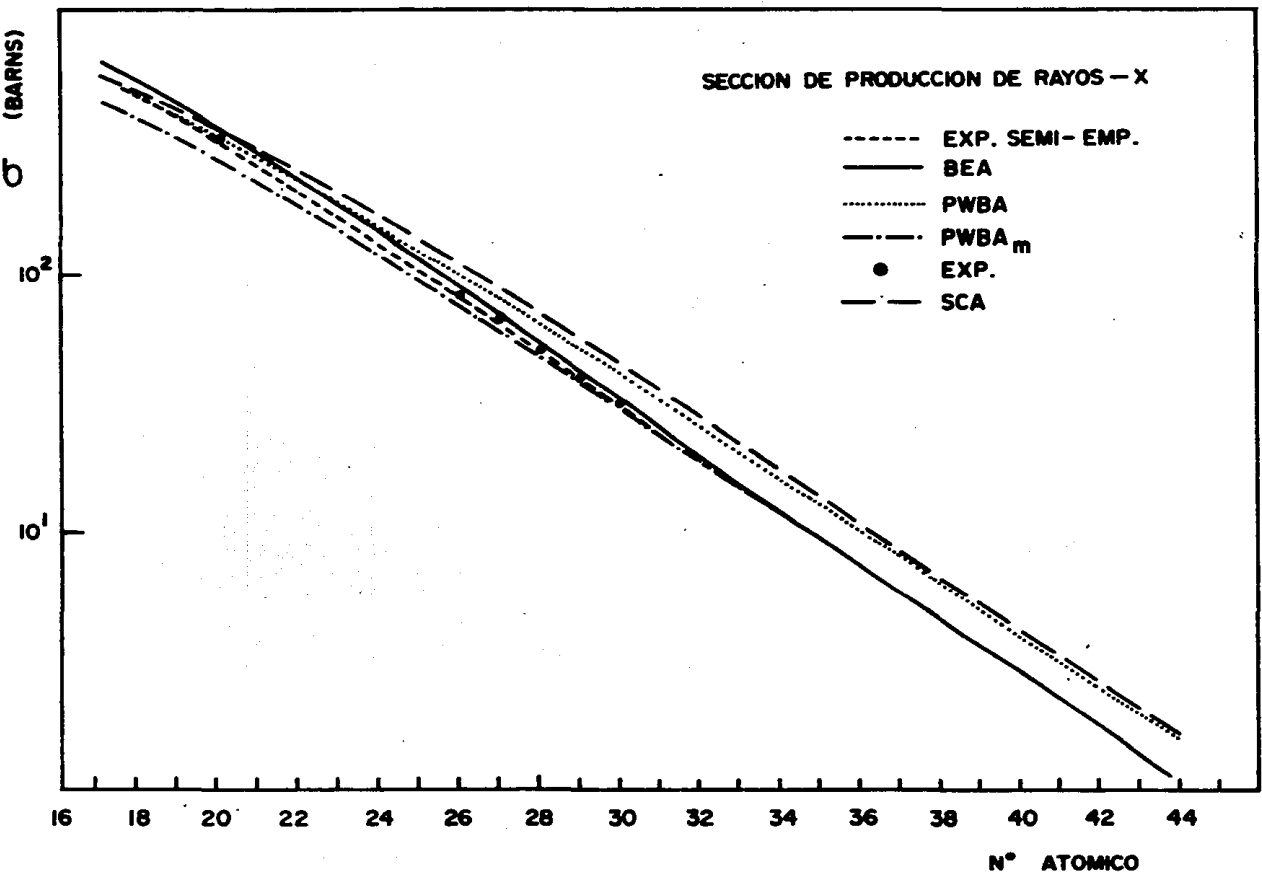


FIGURA 7.- COMPARACION ENTRE LOS VALORES PREVISTOS POR LAS DIVERSAS TEORIAS PARA LA SECCION TRANSVERSAL DE IONIZACION DE RAYOS-X K PARA PROTONES DE 2.0 MeV. Y VALORES EXPERIMENTALES OBTENIDOS

siderada como la mejor base teórica de esta técnica por la mayoría de los grupos experimentales. Johansson et.al.⁽³⁶⁾ por otro lado, enfatizan que la aproximación BEA tampoco ofrece la precisión necesaria para PIXE. De aquí que ellos aproximen la curva universal de García utilizando un polinomio de 5º grado a 316 puntos experimentales de sección transversal de ionización para la capa K y 158 puntos experimentales para la capa L. Vease figura 8.

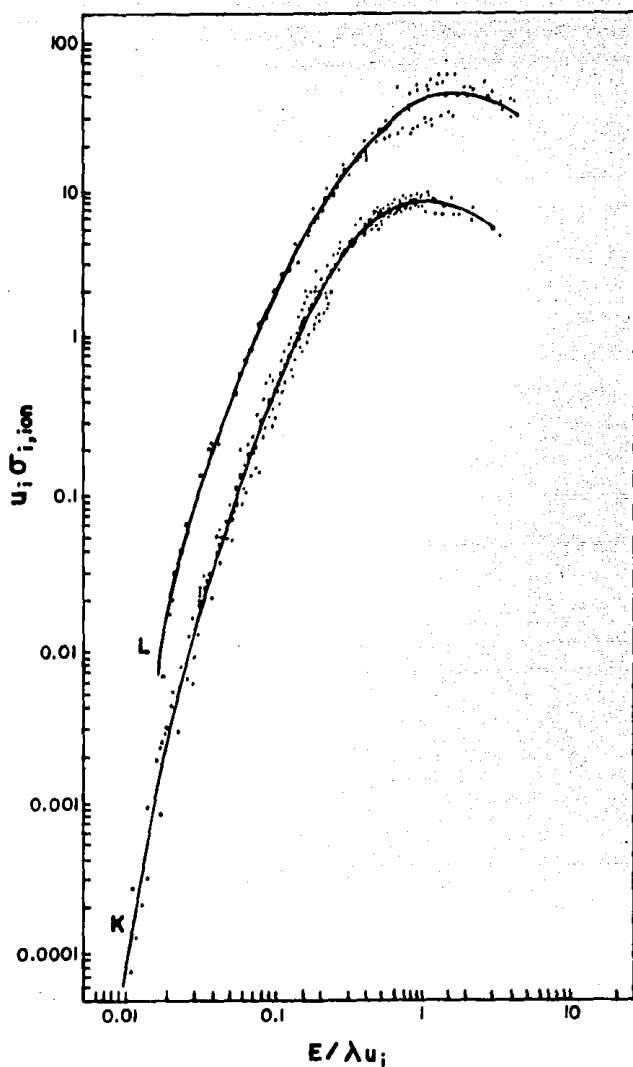


FIGURA 8.- COMPARACION ENTRE LAS CURVAS UNIVERSALES OBTENIDAS POR JOHANSON Y COLABORADORES PARA LA SECCION TRANSVERSAL DE IONIZACION DE LOS RAYOS-X K Y L Y LOS DATOS EXPERIMENTALES REPORTADOS EN LA LITERATURA.

II.3. SECCION TRANSVERSAL PARA PRODUCCION DE RAYOS-X, σ_x ,

Una partícula cargada puede interaccionar con la nube de electrones de un átomo (interacción coulombiana) dejando este átomo en un estado excitado y aún creando ionización.

El proceso de ionización puede también ser acompañado por emisión Auger, esto indica que sólo una proporción de átomos ionizados emitirá rayos-X característicos. La razón entre la sección transversal de emisión de rayos-X, σ_x y la sección transversal de ionización σ_I es denotada por ω , ω es llamado el factor de producción de fluorescencia, y k la probabilidad de una transición.

$$\frac{\sigma_x}{\sigma_I} = \omega k$$

El siguiente ejemplo ilustra la aplicación de la relación anterior.

Sea $k_{\alpha 1}$ la línea bajo consideración, entonces σ_I será la probabilidad de ionización de la capa K, ω la probabilidad de que la transición de la capa L a la capa K sea radiativa y $k_{\alpha 1}$ determina la probabilidad de que la transición radiativa sea de L_{III} a K o sea del tipo $k_{\alpha 1}$, así puede escribirse para este ejemplo

$$\sigma_x k_{\alpha 1} = \sigma_I \omega k_{\alpha 1}$$

donde:

$\sigma_x k_{\alpha 1}$ = Sección para producción de rayos-X, K.

σ_I = Sección de ionización de la capa K.

ω_K = Factor de producción de fluorescencia para
la capa K.

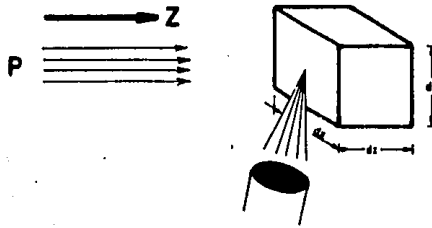
$k_{\alpha 1}$ = Probabilidad de transición relativa.

CAPITULO III

FORMULACION DEL METODO PIXE

III.1. CALCULO DEL NUMERO DE RAYOS-X PRODUCIDOS.

Considérese un haz de partículas (protones) con distribución espacial $P(x,y)$ incidiendo en la dirección Z , sobre un elemento de volumen $dx dy dz$ de la muestra conteniendo $n(x,y,z)$ átomos por unidad de volumen como la ilustra la siguiente figura 9.



El número de partículas que llegan al elemento de volumen será:

$$P(x,y) dx dy$$

Sea $\sigma_X(E)$ la sección transversal para la producción de rayos-X por protones con energía E .

Bajo estas consideraciones el número total de fotones emitidos por los átomos contenidos en el elemento de volumen es:

$$dN_X = \sigma_X(E) P(x,y) n(x,y,z) dx dy dz$$

Considerando la fracción de fotones que viajan dentro del ángulo sólido del detector ($\frac{\Omega}{4\pi}$) cuya eficiencia es ϵ y siendo $\exp(-\mu\ell)$ la probabilidad de que estos fotones sean absorbidos por la propia muestra, donde ℓ es la distancia recorrida por los fotones dentro de ésta y μ el coeficiente de absorción lineal, entonces la expresión anterior puede reescribirse como:

$$dN_x = \frac{\Omega}{4\pi} \epsilon \frac{d\sigma_x(E)}{dE} P(x,y) n(x,y,z) e^{-\mu\ell} dx dy dz dE$$

Es necesario considerar la pérdida de energía que sufren los protones al atravesar la muestra ya que la sección transversal de choque es función de aquella.

Entonces el número total de rayos-X producidos considerando todo el volumen, así como la variación de la energía, será:

$$N_x = \frac{\Omega}{4\pi} \epsilon \int_E \int_V P(x,y) \frac{d\sigma_x(E)}{dE} n(x,y,z) e^{-\mu\ell} dx dy dz dE$$

Si se denota por η el número total de átomos en la muestra, esto es

$$\eta = \int_V n(x,y,z) dx dy dz$$

Y si el haz tiene una distribución espacial rectangular:

$$P(x,y) = \frac{P \text{ (prot.)}}{S \text{ (área)}}$$

siendo S el área definida por el colimador, entonces la relación para N_x se puede reescribir como

$$N_x = \frac{\Omega}{4\pi} \epsilon \frac{P}{S} n e^{-\mu \ell} \int_E \frac{d\sigma_p(E)}{dE} dE$$

Esta relación permite calcular la cantidad de rayos-X en un elemento contenido en una muestra gruesa al irradiar un blanco grueso con un haz uniforme.

Si ahora la muestra es suficientemente fina o delgada, el efecto de absorción así como la pérdida de energía de los protones en el blanco pueden despreciarse y la relación reescribirse como

$$N_x = \frac{\Omega}{4\pi} \epsilon \frac{P}{S} \eta \sigma_x$$

haciendo $\frac{P}{S} = Q$ (corriente) esta misma relación queda como

$$N_x = \epsilon Q \eta \sigma_x \frac{\Omega}{4\pi} \quad A$$

donde:

- ϵ = Eficiencia del detector.
- Ω = Angulo sólido subtendido por el detector.
- Q = Flujo de protones por unidad de área que llegan al blanco.
- σ_x = Sección transversal de producción de rayos-X
- η = Número de átomos del elemento de interés en la muestra.

El número de cuentas N_x en un pico del espectro producido por los rayos-X de una desexcitación determinada se obtiene sumando el número de cuentas en cada uno de los canales que lo constituyen. Esto sería muy sencillo si la radiación de fondo fuera despreciable, pero en el caso más general, los picos se encuentran inmersos en una radiación de fondo la cual deberá ser estimada y sustraída.

Existen programas de computación^(37,38) que facilitan el análisis. Estos se basan en efectuar un ajuste al pico por medio de una función Gaussiana con funciones exponenciales para las colas y un polinomio para el fondo.

Es conveniente hacer notar que, de las cantidades que aparecen en la relación A, todas excepto N_x y η , pueden ser medidas experimentalmente o bien son conocidas. De aquí que el método PIXE pueda ser considerado un método cuantitativo.

En el caso de muestras gruesas y no homogéneas, donde se requieren correcciones las cuales son difíciles de calcular y de aplicar, podría ser conveniente usar un estándar interno. La muestra a analizar se contamina con algún compuesto químico adecuado cuya concentración es conocida. Otra posibilidad es usar una muestra estándar de composición conocida la cual debe contener cantidades relativas similares a la de los principales componentes de la muestra por analizar. Ambas deben ser bombardeadas bajo idénticas condiciones. La abundancia de los elementos en la muestra desconocida se obtendrá comparando la altura de los

picos en ambos espectros y corrigiendo por los factores de respuesta del sistema de detección para cada caso.

III.2. PRINCIPIOS BASICOS DEL METODO PIXE.

El método consiste en hacer pasar, un haz de partículas cargadas (protones, partículas α o iones pesados) a través de una cámara de dispersión hasta un blanco que se encuentra en ella. La intensidad del haz se logra hacer uniforme por medio de una laminilla muy delgada llamada di fusor. También se pueden utilizar, con el mismo propósito, dos pares de placas deflectoras electrostáticas barriendo el haz⁽³⁶⁾ en dos direcciones perpendiculares. El haz via ja a través de todos estos elementos para encontrar finalmente al blanco en donde se produce la interacción. El blanco es típicamente una hoja delgada de un material cuyos componentes deben ser de número atómico bajo (plástico), sobre el cual se coloca la muestra que será analizada. El haz es colectado en una caja de Faraday la cual está conec tada a un integrador de corriente. Los rayos-X emitidos por la muestra pasan a través de una ventana delgada de la cámara llegando finalmente al detector de Si-Li. Los pulsos generados en el detector son analizados en un multi canal. La figura 10 presenta un diagrama esquemático clásico del arreglo experimental usado por la mayoría de los grupos de investigación que desarrollan PIXE en sus labora torios.

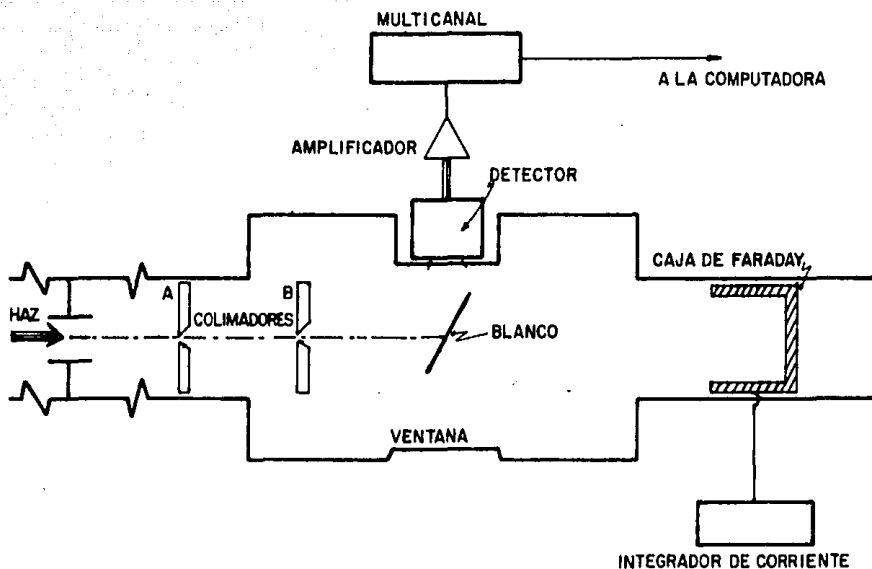


Figura 10.- Diagrama esquemático del arreglo experimental usado en PIXE.

ESPECTRO CARACTERISTICO. Al interaccionar la partícula cargada con los átomos de la muestra se producirán diferentes tipos de reacción con la subsecuente emisión de sus respectivos productos, entre ellos aquellos en los que estamos interesados: los rayos-X. La radiación emitida es isotrópica ya que los átomos están normalmente orientados al azar.

La intensidad de la línea de los rayos-X es proporcional al número de átomos correspondientes en la muestra. Un detector de rayos-X tipo Si-Li, dispersivo en energía permite la medida simultánea de los rayos-X característicos emitidos por la muestra en el análisis; sensible en la región de 1.5 a 25 KeV mide principalmente líneas K para elementos con $13 \leq Z \leq 45$ y Líneas L para elementos con $40 \leq Z \leq 67$.

ANÁLISIS CUALITATIVO DE ELEMENTOS. Una vez producida la interacción, el detector de Si-Li, dispersivo en energía, permite la medida simultánea de los rayos-X característicos emitidos por la muestra. Los pulsos provenientes del detector son amplificados y después registrados por un analizador de altura de pulsos. Este módulo electrónico produce una gráfica donde cada línea de rayos-X característicos se convierte en un fotopico en la misma. En ésta se tiene en el eje vertical la intensidad de los rayos-X y en el eje horizontal la energía respectiva. En el lenguaje técnico la gráfica es llamada espectro, figura 11. Los picos observados son fácilmente identificados. La posición del pico en el eje horizontal define al elemento; la altura del pico o el área bajo el pico está relacionado con la abundancia de cada elemento.

La identificación de un elemento se realiza utilizando una fuente radiactiva por ejemplo ^{241}Am . La emisión, des-

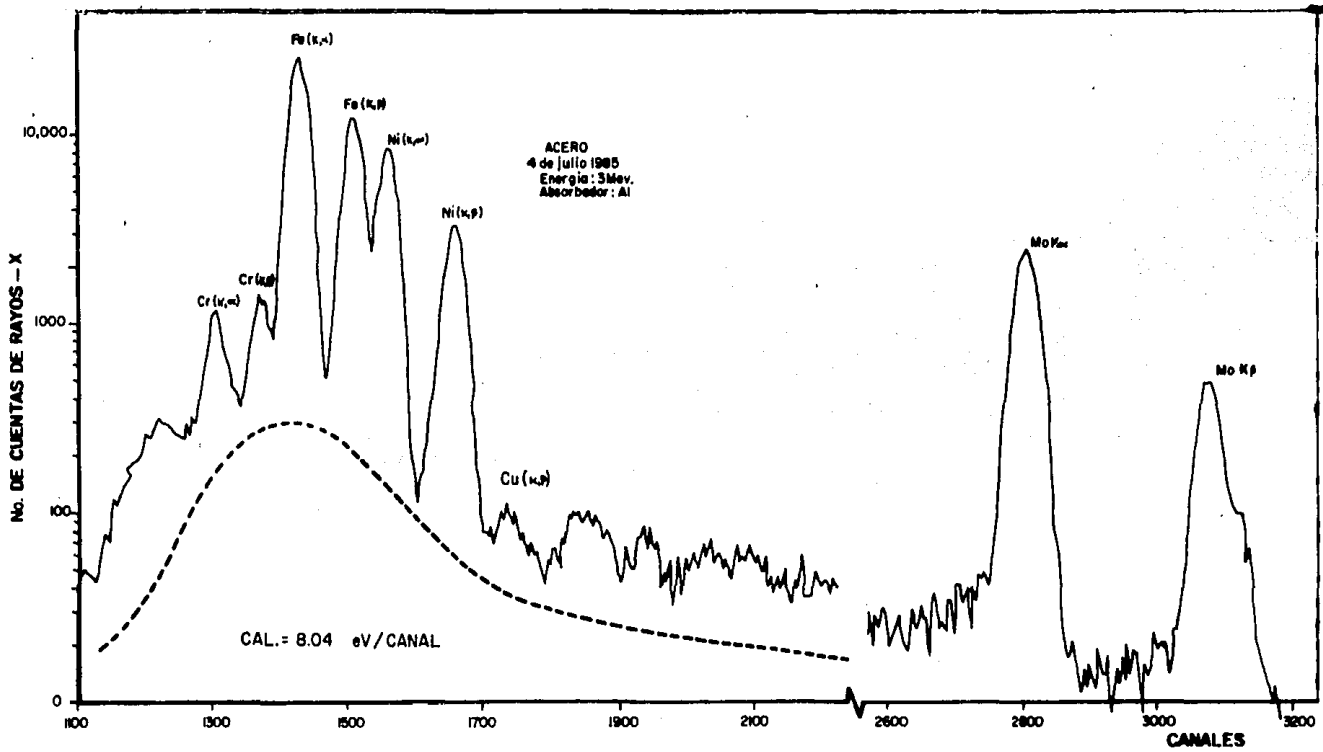


FIGURA II.- ESPECTRO TÍPICO DE RAYOS-X

de la fuente, de grupos de partículas con energía bien definida permite hacer una calibración en energía para el eje X. De esta manera cuando se obtenga el espectro producido por una muestra desconocida se podrá asociar de inmediato una energía a cada pico, de acuerdo a su posición. Finalmente los picos pueden ser identificados a partir de la verificación simple de energía en comparación con tablas apropiadas⁽³⁹⁾.

En la identificación de los elementos y la determinación de la abundancia de éstos, se deben tomar en consideración, tanto en la experimentación como en el análisis de los datos, la presencia de interferencias en los picos y la producción de fondo continuo.

INTERFERENCIAS EN LOS PICOS. Con respecto a éstos, se pueden distinguir los siguientes: picos suma, picos de escape y superposición de líneas.

Los picos suma resultan de la detección casi simultánea de dos o más rayos-X. Esto se debe a características internas del detector así como de la electrónica asociada. El efecto aparece cuando los rayos-X llegan al detector y depositan toda su energía dentro de un tiempo que es corto comparado con el tiempo de respuesta y tiempo de resolución del detector y de la electrónica, respectivamente⁽³⁹⁾. Cuando ocurre la detección simultánea de pares de fotones en cantidad suficiente se forma un "pico suma" el cual queda regis

trado en el espectro con una energía equivalente a la suma de las energías de los dos rayos-X que participaron en el evento. Su identificación es relativamente simple, pues como se dijo su energía es la suma de las energías de los decaimientos más intensos. Este mismo efecto produce un continuo en todo el espectro debido a la detección simultánea de rayos-X de diferentes energías y forma parte del fondo.

Los "picos suma" ocurren cuando la razón de conteo de los rayos-X detectados es relativamente alta: mayor de 5 kcps. Este efecto prácticamente puede eliminarse si la razón de conteo se mantiene por debajo de este valor

Los picos de escape se originan cuando un rayo-X característico de energía E llega a la zona sensible del detector y produce una fluorescencia en el silicio cuya energía es de 1.740 KeV. Este rayo-X K del silicio es generalmente reabsorbido por el detector y a su vez forma parte del total de energía E que éste registra. Sin embargo, cuando este efecto se produce a muy poca profundidad dentro de la zona activa, existe la posibilidad de que el rayo-X K del silicio escape de ella (esto último da origen al nombre de este efecto). Cuando esto ocurre, la energía del rayo-X característico se ve disminuida en 1.740 KeV por lo que finalmente aparece en el espectro un pico separado cuya energía es $(E-1.740)\text{KeV}^{(39)}$. Se ha visto que la probabilidad de escape se incrementa cuando la energía del

rayo-X característico es pequeña, ya que si esto sucede, su energía se deposita más cerca de la superficie del detector aumentando así la probabilidad de escape.

Este efecto hace necesario un cuidado especial en la identificación de los picos, ya que un cierto número de picos de escape caen muy cerca de los valores de energía de los picos de otros elementos traslapándose con ellos. Con menor posibilidad puede ocurrir la absorción de un fotón de baja energía en la capa muerta con el escape simultáneo de un rayo-X K_{α} del silicio hacia la zona activa. Tales eventos dan origen a la detección de un rayo-X del silicio. Finalmente, cabe aclarar que el escape de rayos-X K del silicio solo es posible cuando la energía del rayo-X característico es mayor que la energía de la orilla de absorción K del silicio, esto es, mayor de 1,838 KeV.

Para el germanio, los picos de escape se producen cuando la energía del rayo-X característico es mayor que la energía de los rayos-X K del germanio (11.103 KeV). Esto coloca la energía de escape del germanio en aproximadamente 9.87 KeV para un escape K_{α} , con los consiguientes problemas de identificación y traslape en un intervalo de energías muy importante a partir de ~ 1.2 KeV.

La superposición de líneas ocurre cuando se registran rayos-X de elementos diferentes con energías semejantes. Los casos más frecuentes en PIXE son las interferencias de líneas $K_{\beta}(Z)$ con líneas $K_{\alpha}(Z + 1)$ para elementos con $18 < Z < 30$.

Al realizar el análisis cuantitativo este tipo de interferencias tiene que ser eliminado a menos que el traslape entre los picos permita identificar los máximos con lo que podrían separarse mediante un método gráfico. Otro tipo de interferencias, aunque menos frecuente, también debe ser mencionado. Este es aquel en que un pico de rayos-X L de un elemento pesado puede coincidir en energía con los rayos-X K de un elemento ligero. Sin embargo no es difícil identificar esta situación, pues la distancia entre los picos α y β son diferentes.

PRODUCCION DE FONDO CONTINUO. En el método PIXE las trazas de elementos a determinar están siempre inmersos en un volumen de material que soporta la muestra; a este material se le llama matriz. Un ejemplo de esto es el tejido orgánico en que se encuentran alojados los elementos de interés en una muestra biológica. Por tanto la información obtenida no solo proviene de las trazas de los elementos de interés, sino también de aquellos que constituyen la matriz. A esta radiación se le llama radiación de fondo continuo.

La radiación de fondo continuo producida por una matriz típica (40) se debe principalmente a:

- i) Bremsstrahlung debido a electrones secundarios.
- ii) Bremsstrahlung debido al proyectil.
- iii) Dispersión Compton de rayos γ debido a estados nucleares excitados.

i) Bremsstrahlung debido a electrones secundarios.

Esta radiación se origina debido al frenamiento de los electrones que fueron expulsados de los átomos en el interior del blanco al ser golpeados por los protones incidentes y constituye la principal contribución al fondo en la región de baja energía donde se localiza su valor máximo. Experimentalmente⁽⁴⁰⁾ se encuentra que el fondo decrece rápidamente para energías de los rayos-X mayores que:

$$E_m \approx \frac{4m}{MA_1} E_1$$

ya que esta energía E_m es la máxima energía que puede ser transferida a un electrón libre de masa m por una partícula de energía E_1 y de masa MA_1 . De aquí que, si la energía de los rayos-X característicos de algunos elementos es menor que E_m , se tengan severas limitaciones en cuanto a la cuantificación de las concentraciones de tales elementos.

ii) Bremsstrahlung debido al proyectil. Durante la interacción del proyectil (Z_1, A_1, E_1) con los núcleos (Z, A) de la matriz ocurren grandes aceleraciones que dan lugar a una producción directa de bremsstrahlung. La sección transversal para este proceso está dada⁽⁴¹⁾ por la fórmula

$$\frac{d\sigma}{dE_x} = C \frac{A Z^2 Z_1^2}{E_1 E_x} \left(\frac{Z_1}{A_1} - \frac{Z}{A} \right)^2$$

y constituye la contribución principal al fondo en la región de alta energía ($E_x > E_m$). Si las razones carga-masa del núcleo y del proyectil son iguales, este fondo desaparece.

iii) Dispersión Compton de Rayos γ debido a estados nucleares excitados. Cuando las partículas incidentes tienen una energía suficientemente alta excitan los núcleos en el blanco, estas reacciones nucleares producen rayos γ los cuales interaccionan con el detector o sus alrededores mediante efecto Compton produciéndose rayos-X, los cuales generan un fondo continuo plano en la región de alta energía. La cantidad de esta radiación producida depende de la composición exacta del blanco ya que algunos núclidos tienen una sección transversal alta para emisión γ . Este fondo frecuentemente llega a ser tan importante como el producido por el bremsstrahlung del proyectil. A energías de bombardeo mayores de 3 MeV, la producción de rayos- γ se incrementa notablemente, de ahí que energías menores de este valor sean las más convenientes.

Aún cuando el detector esté blindado, la radiación γ producida en la cámara de blancos puede alcanzarlo después de dispersiones múltiples, por lo que este fondo de radiación dependerá del arreglo experimental usado y será diferente para diferentes arreglos experimentales.

III.3. SENSITIVIDAD DEL METODO.

Existen diferentes maneras de definir la sensibilidad de un método analítico. En PIXE el problema es encontrar y medir la concentración de pequeñas cantidades de diversos elementos en una cierta matriz. Se define la sensibilidad o límite de detección como la cantidad más baja de concentración de los elementos de interés que puede ser registrada. Debido a que las trazas de estos elementos están siémpre inmersos en la matriz es inevitable una radiación de fondo continuo, producto de la interacción de la partícula incidente con la muestra como ya se discutió anteriormente. Evidentemente este fondo influye en la sensibilidad obtenida. Para poder cuantificar un elemento su fotopico debe surgir por encima del fondo de una manera significativa. En la literatura⁽³⁰⁾ convencionalmente se ha establecido que el número de cuentas en el fotopico N_p debe satisfacer la relación

$$N_p \geq 3 \sqrt{N_B}$$

donde N_B es el número de cuentas en el fondo.

Otros factores que limitan la sensibilidad son la anchura media de la resolución del detector, el calentamiento de la muestra y la carga de la muestra.

Estimaciones teóricas⁽¹⁾ para el límite inferior de detección muestran que este valor es del orden de 10^{-12} gr con posibilidad de mejorarlo.

CAPITULO IV

CALIBRACION DEL SISTEMA DE MEDICION DE RAYOS-X

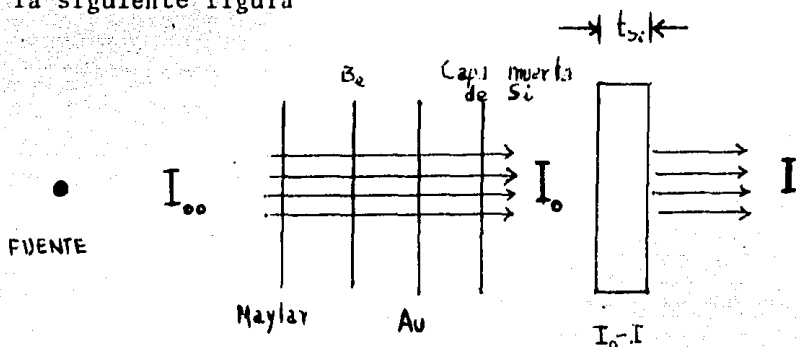
La eficiencia de detección de un detector semiconductor para fotones de energía E puede definirse⁽⁴²⁾ como:

$$\epsilon = \epsilon_r G(E) \quad I$$

donde G(E) es la eficiencia geométrica definida por el ángulo sólido subtendido por un plano paralelo a la superficie del detector y localizado a la profundidad promedio de interacción Z(E) para fotones de energía E. A primera aproximación y para fines prácticos $G(E) = \frac{\Delta\Omega}{4\pi}$ donde $\Delta\Omega$ es la fracción de ángulo sólido vista por el detector. ϵ_r es el producto de la eficiencia intrínseca ϵ_i del volumen sensitivo del detector suponiendo colección de carga completa y de varios factores de corrección como son la atenuación en los materiales externos del detector (aire, ventana de Be, etc), al contacto delgado de oro sobre la cara del detector y a la capa muerta entre el oro y el volumen sensitivo. En otras palabras la eficiencia de un sistema puede definirse como la razón del número de fotones ionizantes que producen pulsos al número de fotones incidentes.

Bajo estas consideraciones se puede establecer una expresión analítica para la eficiencia de detección de un arreglo experimental para detección de rayos-X.

Sea un haz de fotones de intensidad I_0 que incide sobre el volumen sensitivo (de espesor t_s) de un detector de Si(Li) el cual ha viajado a través de varios filtros como se muestra en la siguiente figura



Representando por I el número de fotones que atraviesan el volumen sensitivo del detector sin interaccionar, se tiene que $I_0 - I$ es el número de fotones absorbidos por el mismo, esto es, que han interaccionado produciendo ionización y en consecuencia pulsos.

La razón del número de fotones que atraviesan la zona sensitiva sin interaccionar al número de los que ^{inciden} interaccionan en ella es

$$\frac{I}{I_0} = e^{-\mu_f t_s}$$

donde μ_f es el coeficiente de absorción de masa fotoeléctrico del Si y t_s es el espesor de la zona sensitiva de Si del detector.

La razón del número de fotones que interaccionan al número de fotones que llegan a la zona sensitiva es

$$\frac{I_0 - I}{I_0} = 1 - e^{-\mu_f t_s} \quad (a)$$

Sea I_{00} el número de fotones que emitió la fuente en el ángulo sólido contenido por el detector.

La razón del número de fotones que llegaron a la zona sensitiva con respecto al número de fotones que salieron de la fuente es:

$$\frac{I_0}{I_{00}} = e^{-\mu_m t_m} e^{-\mu_{Be} t_{Be}} e^{-\mu_{Au} t_{Au}} e^{-\mu_{CSi} t_{CSi}}$$

que se puede escribir como:

$$\frac{I_0}{I_{00}} = e^{\sum_i (-\mu_i t_i)} \quad (b)$$

de (a)
$$I_0 - I = I_0 (1 - e^{-\mu_f t_s})$$

despejando I_0 de la relación (b) y sustituyéndola en la ecuación anterior se tiene:

$$\frac{I_0 - I}{I_{00}} = e^{\sum_i (-\mu_i t_i)} (1 - e^{-\mu_f t_s}) \equiv \epsilon_r$$

lo cual es por definición la eficiencia relativa ϵ_r .

Finalmente el producto de la eficiencia relativa ϵ_r por el factor geométrico $G(E)$ dará la eficiencia total ϵ

$$\epsilon = \Omega e^{\sum_i (-\mu_i t_i)} (1 - e^{-\mu_f t_s}) \quad (II)$$

donde $\Omega \cong \frac{\Delta\Omega}{4\pi}$

Con respecto a los coeficientes de absorción fotoelétrica⁽⁴⁵⁾ se sabe que estos son directamente proporcionales a las secciones transversales del proceso fotoelétrico para rayos γ (o rayos-X) de energía relativamente baja, ya que éste es su modo principal de interacción.

Por otro lado ninguna expresión analítica es completamente válida para expresar la probabilidad de absorción fotoelétrica por átomo en todos los rangos de energía de los rayos-X así como para todos los números atómicos Z del material, sin embargo una expresión aproximada para la probabilidad de absorción fotoelétrica es:

$$\sigma \cong \text{const} \times \frac{Z^n}{E_X^3}$$

donde el exponente n varía entre 4 y 5 de acuerdo a la energía de interés del rayo-X y el exponente de E_X también está sujeto a variación. Ha sido mostrado⁽⁴³⁾ que la sección transversal para el efecto fotoelétrico es proporcional a $E^{-3.5}$ utilizando la aproximación de Born para fotones con energías más grandes que las energías de amarre de los electrones atómicos y mucho menores que la energía en reposo de los electrones. También la inspección de secciones transversales basadas en datos experimentales en una buena aproximación muestran que $\mu \propto E^{-B}$ con $B = -2.9$.

Bajo estas consideraciones se puede representar el exponente que representa la atenuación en los absorbedores de baja Z, $\mu_i t_i$, en la expresión II en función de dos parámetros α y β , donde en α están incluidas las características de los materiales de los absorbedores y en β la variación en el exponente de la energía. De la misma manera al exponente que representa la atenuación en la zona sensitiva $\mu_f t_s$ en función de dos parámetros γ y δ , donde en γ están incluidas las características del material de la zona sensitiva y en δ la variación en el exponente de la energía.

Así

$$\mu_i t_i \approx \frac{\text{cte } Z_i^n t_i}{E^{-3}} \equiv \frac{\alpha}{E^\beta}; \quad \alpha \approx \text{cte } Z_i^n t_i$$

$$\beta \approx 3$$

$$\mu_f t_s \approx \frac{\text{cte } Z_s^n t_s}{E^{-3}} \equiv \frac{\gamma}{E^\delta}; \quad \gamma \approx \text{cte } Z_s^n t_s$$

$$\delta \approx 3$$

Luego la expresión II para la eficiencia se puede reescribir como

$$\epsilon = \Omega \exp(-\alpha/E^\beta) [1 - \exp(-\gamma/E^\delta)]$$

esta es la expresión que Gallagher y Cipolla proponen para describir el comportamiento de la eficiencia con respecto

a la energía para un sistema experimental de detección de rayos-X.

El procedimiento usualmente seguido para calibrar experimentalmente un detector de rayos-X es mediante el uso de fuentes radiactivas calibradas. Sin embargo, la carencia de un número apropiado de fuentes radiactivas que emitan fotones de baja energía (< 10 keV) impide realizar una determinación precisa en esta región. A estas energías, la dependencia de la auto-absorción de la fuente con respecto al método usado en su preparación⁽⁷⁾ es importante, lo cual complica aún más el proceso de calibración. Esto indica claramente que se debe tener especial cuidado en la región de baja energía al calibrar el sistema.

En el desarrollo que en seguida se presenta se utiliza el modelo semiempírico de Gallagher y Cipolla para describir el comportamiento de la eficiencia con respecto a la energía de un detector de Si(Li). La función propuesta para describir dicha eficiencia utiliza 5 parámetros libres los cuales permiten analizar la curva por regiones de baja y alta energías. Mediante un ajuste de mínimos cuadrados de los valores experimentales medidos se obtienen los valores de los parámetros predominantes en cada región. En la región de baja energía estos se determinan utilizando relaciones K_{β}/K_{α} de elementos que emiten rayos-X a energías menores de 10 keV, obteniéndose con ello más información acerca del comportamiento de la curva de eficiencia en es-

ta región, principalmente la razón de cambio de la eficiencia con la energía. En la región de alta energía se utilizaron fuentes radiactivas calibradas.

El procedimiento experimental seguido permite obtener los parámetros de ajuste de una manera más independiente, minimizando así la interrelación entre ellos.

IV.1 DETERMINACION DE LOS CINCO PARAMETROS.

IV.1.a.- REGION DE BAJA ENERGIA.

La dependencia funcional en energía introducida por Gallagher y Cipolla⁽²⁾ para la eficiencia absoluta del detector puede ser escrita como

$$\epsilon = \Omega \exp(-\alpha/E^\beta) [1 - \exp(-\gamma/E^\delta)] \quad (1)$$

En la ecuación (1) Ω representa la fracción efectiva de ángulo sólido vista por el detector, E es la energía del fotón, $\exp(-\gamma/E^\delta)$ representa la atenuación en los absorbedores de número atómico bajo incluyendo el filtro del detector, y el término $1 - \exp(-\gamma/E^\delta)$ representa la absorción en la región sensitiva.

Considérese en este estudio que en la región de baja energía el 99% de los fotones que llegan a la región sensitiva del detector son absorbidos, así los fotones que obedecen a este criterio son aquellos para los cuales $\exp(-\gamma/E^\delta) < 1\%$, o reescrito en otra forma:

$$E < (2 \ln 10)^{-1/\delta} (\gamma^{1/\delta}) \quad (2)$$

esta desigualdad corresponde aproximadamente a la región de $E < 19$ keV.

Bajo esta consideración la eficiencia del detector puede ser estimada aproximadamente dentro del 1% de error como:

$$\epsilon = \Omega \exp(-\alpha/E^\beta) \quad (3)$$

Esta relación contiene los parámetros α y β para la eficiencia en la parte de baja energía que deben ser determinados.

El planteamiento matemático que se desarrolla enseguida, para determinar α y β , supone conocidas las relaciones de eficiencia $\epsilon_{K_\beta}/\epsilon_{K_\alpha}$. Esto es posible ya que las razones de intensidad K_α/K_β , semiempíricas de Selen o las teóricas de Scofield⁽⁴⁴⁾, están tabuladas y la relación de áreas de los fotopicos A_{K_β}/A_{K_α} se obtienen experimentalmente. Por lo tanto la relación de eficiencia para los picos K_α y K_β se puede obtener como:

$$\frac{\epsilon_{K_\beta}}{\epsilon_{K_\alpha}} = \frac{A_{K_\beta} K_\alpha}{A_{K_\alpha} K_\beta}$$

En consecuencia fue preciso irradiar diferentes elementos que tuvieran transiciones K_α comprendidas entre 3 y 10 keV.

Si la ecuación (3) se expresa en forma logarítmica y se deriva con respecto a la energía, se tendrá

$$\frac{d \ln \epsilon}{dE} = \frac{\alpha \beta}{E^{(\beta+1)}} \quad (4)$$

Calculando esta derivada en $\bar{E} = \frac{1}{2} (E_{K_\alpha} + E_{K_\beta})$ se ve que la expresión se puede aproximar por:

$$\left. \frac{d \ln \epsilon}{dE} \right|_{\bar{E}} = \frac{\alpha \beta}{(\bar{E})^{\beta+1}}; \quad \frac{\Delta \ln \epsilon}{\Delta E} = \frac{\ln \epsilon_{K_\beta} - \ln \epsilon_{K_\alpha}}{\Delta E} = \frac{\ln(\epsilon_{K_\beta} / \epsilon_{K_\alpha})}{\Delta E}$$

con $\Delta E \equiv E_{K_\beta} - E_{K_\alpha}$ y bajo la suposición de que ΔE sea pe queña, de aquí:

$$\frac{\alpha \beta}{(\bar{E})^\beta} = \frac{\ln(\epsilon_{K_\beta} / \epsilon_{K_\alpha})}{\Delta E / \bar{E}}$$

donde se puede utilizar la expresión aproximada

$$\frac{\Delta E}{\bar{E}} = \Delta \ln E = \ln E_{K_\beta} - \ln E_{K_\alpha} = \ln(E_{K_\beta} / E_{K_\alpha})$$

con lo que se obtiene:

$$\frac{\alpha \beta}{(\bar{E})^\beta} \approx \frac{\ln(\epsilon_{K_\beta} / \epsilon_{K_\alpha})}{\ln(E_{K_\beta} / E_{K_\alpha})} \equiv \lambda \quad (5)$$

se ha definido λ al segundo miembro de la ecuación (5). Fi

nalmente, tomando el logaritmo de λ se llega a la expresión

$$\ln \lambda = \ln \alpha \beta - \beta \ln \bar{E} \quad (6)$$

A partir de los valores experimentales obtenidos para λ , así como de los valores conocidos de \bar{E} , se pueden determinar los valores de los parámetros α y β mediante un ajuste lineal de mínimos cuadrados. De los valores obtenidos para α y β así como de los valores de la eficiencia obtenidos experimentalmente para los fotopicos de fuentes calibradas, cuyas energías satisfacen la ecuación (2), se determinan los correspondientes valores de Ω a partir de la ecuación (3); el mejor valor de Ω se obtiene promediando estos últimos.

IV.1b. REGION DE ALTA ENERGIA.

Para determinar los parámetros γ y δ , los cuales caracterizan el comportamiento de la eficiencia en la región de alta energía, puede escribirse la ecuación (1) de la siguiente manera:

$$\epsilon = \Omega \exp(-\alpha/E^\beta) Y$$

donde

$$Y = 1 - \exp(-\gamma/E^\delta)$$

de aquí que

$$Y = \frac{\epsilon}{\Omega} \exp(\alpha/E^\beta) \quad (7)$$

En la región de alta energía ($E > 19$ eV) se puede considerar con muy buena aproximación que $\exp(\alpha/E^\beta) = 1$. Con esto, el término en Y queda independiente de α y β .

A partir de

$$Y - 1 = \exp(-\gamma/E^\delta)$$

se tiene

$$\exp(\gamma/E^\delta) = \frac{1}{1 - Y}$$

de donde

$$\frac{\gamma}{E^\delta} = \ln \left(\frac{1}{1 - Y} \right)$$

tomando nuevamente logaritmos

$$\ln \left[\ln \left(\frac{1}{1 - Y} \right) \right] = \ln \gamma - \delta \ln E \quad (8)$$

Esta ecuación es lineal y los parámetros γ y δ de alta energía pueden ser determinados de la misma manera en que fueron calculados los de baja, esto es, por un ajuste lineal de mínimos cuadrados de $\ln \left[\ln \left(\frac{1}{1 - Y} \right) \right]$ contra $\ln E$.

IV.2. DESARROLLO EXPERIMENTAL.

En este trabajo se determinó la curva de eficiencia del sistema de detección de rayos-X del Instituto de Física de la UNAM que se utiliza para realizar experimentos con la técnica PIXE. El detector de Si(Li) está acoplado directamente a la cámara de investigación, de manera que los únicos materiales entre la fuente de fotones y el detector son una hoja delgada de mylar y un filtro de berilio de éste. La distancia entre la fuente y el detector es de 5 cm. Es recomendable que esta distancia sea la misma al momento de realizar experimentos subsecuentes (figura 12).

IV.2.a.- REGION DE BAJA ENERGIA.

Los blancos utilizados para determinar los parámetros α y β en esta región fueron preparados depositando una gota de solución estándar de Tritisol (E. Merck, Darmstadt), sobre un soporte de cinta scotch, para cada uno de los siguientes elementos: K, Ca, Ti, Mn, Fe, Co, Ni y Cu. Se bombardearon con un haz de protones de 600 keV provenientes del acelerador Van de Graaff de 700 keV del Instituto de Física de la UNAM, produciendo vacancias en la capa K y en consecuencia sus respectivas líneas K.

El soporte utilizado produce un fondo pequeño a estas energías del protón e impide la penetración de la gota depositada. De esta manera la autoabsorción en el blanco es casi despreciable, excepto por posible cristalización. El pro

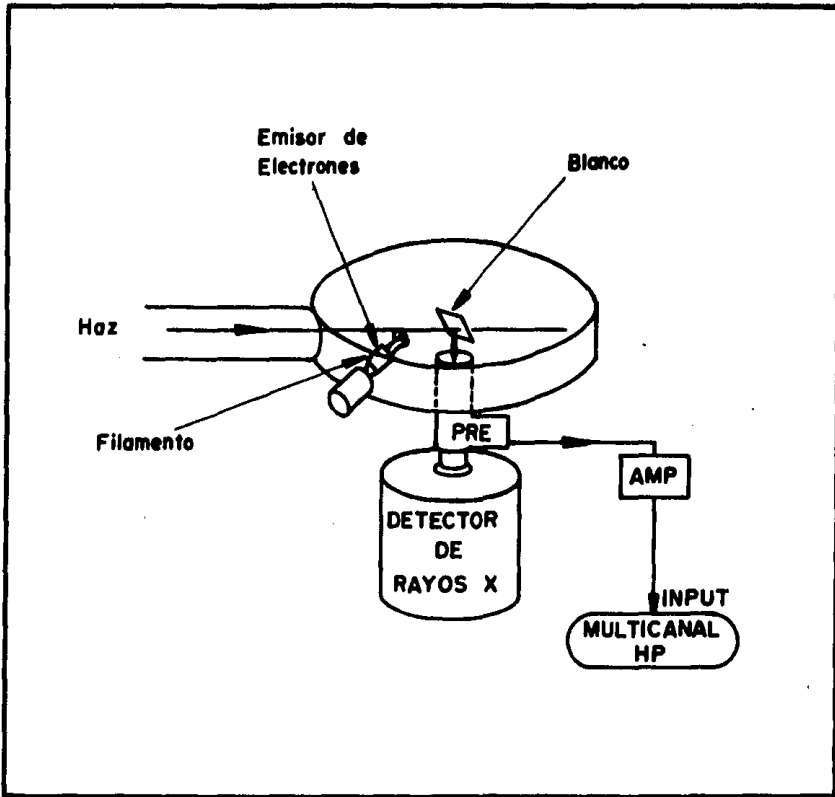


FIGURA 12._ SISTEMA DE DETECCION DE RAYOS - X

ceso de secado se realizó utilizando una lámpara de luz infrarroja para acelerar éste y minimizar con ello los efectos de cristalización. Aún así alguna forma de cristalización debe esperarse de las diferentes soluciones y se supone que su principal consecuencia es un incremento en las fluctuaciones de las razones individuales de eficiencia $\epsilon_{K_\beta} / \epsilon_{K_\alpha}$ las cuales pueden ser absorbidas mediante el ajuste lineal de mínimos cuadrados propuesto.

En la figura 13 se muestra un espectro típico obtenido con titanio. Los espectros de cada uno de los elementos fueron graficados de los datos obtenidos experimentalmente. De ellos se determinaron directamente las áreas bajo la curva que corresponden a las líneas K_α y K_β con objeto de garantizar la mejor razón entre las áreas de los fotopicos $A_{K_\alpha} / A_{K_\beta}$. Utilizando estos valores y las relaciones teóricas K_β / K_α de Scofield fue posible determinar para cada elemento la razón de eficiencia $\epsilon_{K_\beta} / \epsilon_{K_\alpha}$.

En la sección anterior se demostró la relación matemática de la razón de eficiencia con los parámetros α y β a través de la ecuación (3). Los valores de λ (ecuación 6) han sido graficados en función de \bar{E} en escalas logarítmicas en la figura 14, de donde se obtienen, por medio de un ajuste lineal de mínimos cuadrados los valores de los parámetros α y β .

IV.2.b.- REGION DE ALTA ENERGIA.

Para determinar la región de alta energía de la curva de eficiencia se usaron fuentes de fotones de intensidad calibrada de ^{241}Am , ^{57}Co , ^{137}Cs y ^{133}Ba de 1 mm de diámetro encapsulados en poliestireno. Se calculó la eficiencia para cada una de las líneas de decaimiento de una determinada energía de la siguiente relación:

$$N_x = \epsilon I_0 (\mu \text{Ci}) \text{Br} T_{\text{min}} \exp(-\mu x) \exp(-\lambda t) \times 3.7 \times 10^4 \times 60 \quad (\text{A})$$

Donde:

N_x - es el número de rayos-X registrados para la línea considerada.

I_0 - la intensidad inicial de la fuente en μCi .

Br - la intensidad relativa de la radiación.

T_m - el tiempo de exposición de la fuente.

$e^{-\mu x}$ - el factor de corrección, μ el coeficiente de absorción de masa del poliestireno a la energía particular del fotón y x el grueso del poliestireno ($x = \frac{d}{\sqrt{2}}$); el factor $\sqrt{2}$ es debido a la geometría de 45° .

$e^{-\lambda t} = e^{-\frac{\ln 2 t}{\tau}}$ - el factor de decaimiento (t = tiempo transcurrido desde el momento en que se calibró la fuente hasta el momento de usarse; τ vida media del radionúclido)

1 μCi - 3.7×10^4 des/seg.

1 min = 60 seg.

ϵ - eficiencia del detector.

De la ecuación (A) se despeja la eficiencia ϵ y se determina su valor utilizando la medida experimental de N_x . Las intensidades de las diferentes líneas de las fuentes ^{241}Am , ^{57}Co , ^{137}Cs y ^{133}Ba fueron tomadas de la referencia (45-47). Los coeficientes de atenuación fueron obtenidos de valores tabulados (48). Las líneas de la fuente de ^{241}Am que fueron utilizadas son L_ℓ , L_α , L_β y L_γ del Neptunio (Np); del ^{57}Co las líneas L_α y L_β del Fe; del ^{137}Cs las líneas L_α , $L_{\beta 1}$ y $L_{\beta 2}$ del Ba y del ^{133}Ba las líneas K_α , K_β , $\gamma_{53.2}$ y $\gamma_{81.0}$ del Cs.

El valor de Ω fue obtenido a partir de la ecuación (3) cuando la condición (2) es válida e introduciendo el valor promedio de la eficiencia de las líneas del ^{241}Am y ^{57}Co previamente calculado con los resultados experimentales adquiridos en la forma ya descrita.

Utilizando ϵ para cada una de las líneas de las fuentes utilizadas se obtuvieron valores para $\ln(1 - \gamma)^{-1}$ (ecuación 8) los que fueron graficados contra su respectiva energía. Un ajuste lineal de mínimos cuadrados fue realizado para determinar γ y δ . La figura 13 muestra esta línea.

CAPITULO V

RESULTADOS Y CONCLUSIONES

V.1. RESULTADOS.

El ajuste lineal de mínimos cuadrados usado para obtener los parámetros α y β de baja energía y γ y δ de alta energía son mostrados en las figuras 14 y 15, respectivamente. Los valores calculados para ellos incluyendo Ω se han enlistado en la Tabla I.

Puesto que el objetivo principal de este trabajo es la determinación de la eficiencia del sistema de detección de rayos-X, los siguientes resultados se obtuvieron con los datos anteriores.

La figura 16 muestra la curva de eficiencia obtenida. Los puntos experimentales son las líneas de decaimiento en la región de energías mayores de 11 keV provenientes de las fuentes de fotones de intensidad calibrada usadas en la determinación de los parámetros γ y δ de alta energía. Las líneas de decaimiento en la región de energías menores de 11 keV no fueron tomadas en cuenta debido a las incertidumbres en la corrección por absorción.

Para verificar la región de baja energía de la curva de eficiencia se usó una fuente ^{241}Am preparada mediante la deposición de una gota de solución radiactiva sobre nucleopore. Las áreas de los fotopicos obtenidos utilizando esta fuen

te calibrada. Con esta normalización los puntos experimentales de ambas fuentes coinciden y la eficiencia para el foto-pico M del N_p caen muy bien sobre la curva de eficiencia del detector.

V.2. CONCLUSIONES.

El modelo empleado contiene el ángulo sólido y los parámetros de baja y alta energías. Los parámetros β y δ se espera que tengan valores aproximados de 3.0⁽⁷⁾. Los valores obtenidos para estos parámetros por otros autores están en listados en la Tabla II. En todos los casos el valor para el parámetro δ es muy cercano a 3.0 dentro de aproximadamente 20%. Sin embargo, en el valor del parámetro β se tiene, en todos los casos, una discrepancia notable.

Diferentes autores comentan que la discrepancia en la región de baja energía se debe a algunos efectos no tomados en cuenta en ella misma.

Gallagher y Cipolla⁽²⁾ mencionan que una posible explicación es que la absorción, tanto en el contacto de oro, así como en la capa muerta del detector no es despreciable. Campbell y su grupo⁽⁷⁾ enfatizaron que la colección de carga después de la interacción en la región activa del detector puede tener alguna influencia en este parámetro. Sin embargo es difícil, si no imposible, reconciliar la medida de la dependencia en baja energía con el valor esperado. La explicación más plausible para el comportamiento inesperado en la región

de baja energía obtenido con fotones provenientes de fuentes calibradas, es, por una parte, la ausencia de un número conveniente de fuentes radiactivas que produzcan fotones de esa energía, y por otra, el problema de autoabsorción. Para minimizar la interdependencia entre los parámetros se proponen, por tanto, dos regiones de energía y una determinación independiente de los parámetros en estas regiones. Para suministrar más información acerca del comportamiento de la curva de eficiencia en la región $E < 10$ keV se propone sean usadas las razones de intensidad K_{β}/K_{α} para las líneas K de elementos ionizados por impacto de protones.

Con este método se han obtenido valores para β y δ que concuerdan muy bien con los valores predichos por la teoría.

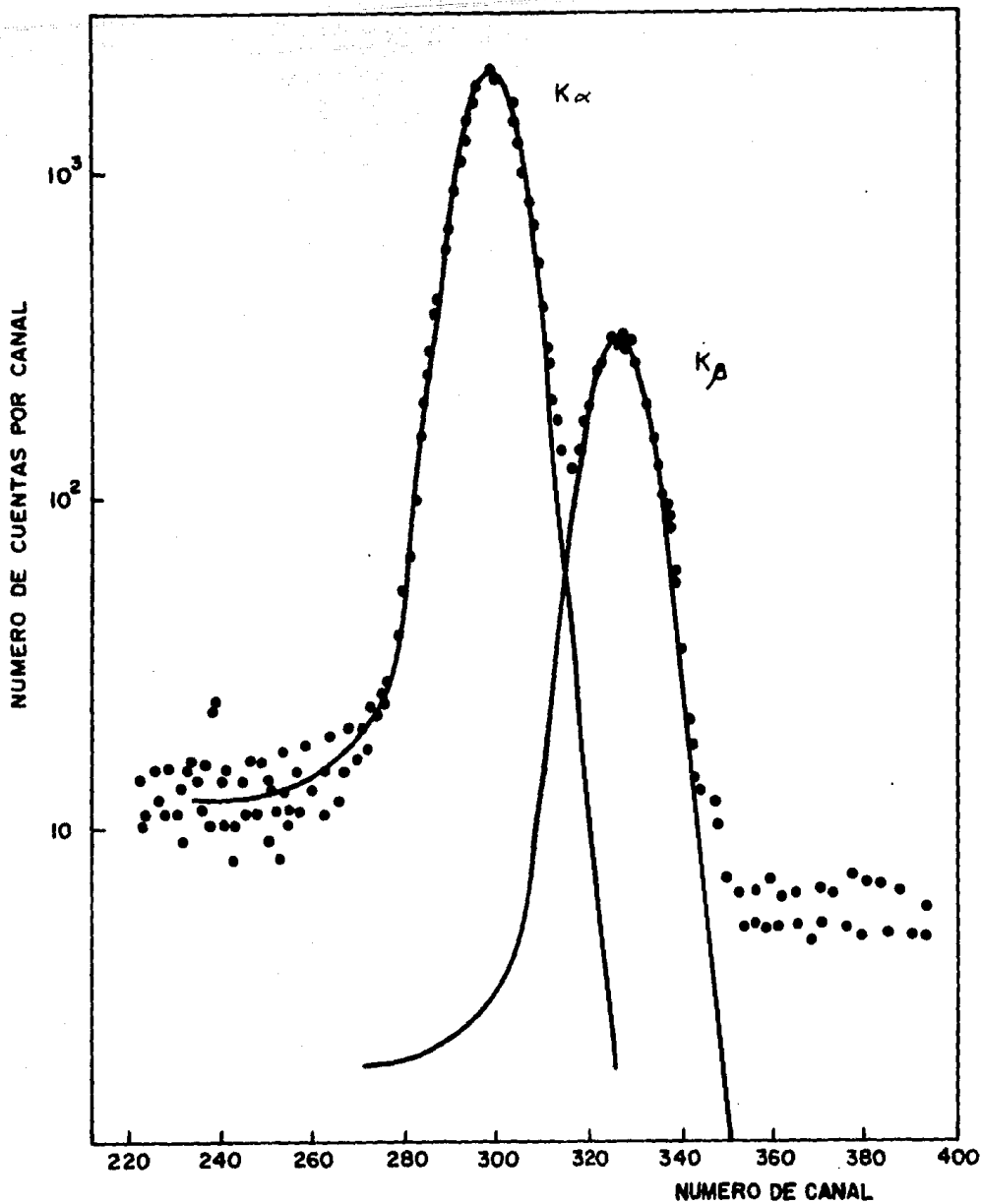


FIGURA 13.- ESPECTRO DE RAYOS-X K DE TI BOMBARDEADO CON UN HAZ DE PROTONES DE 600 KeV.

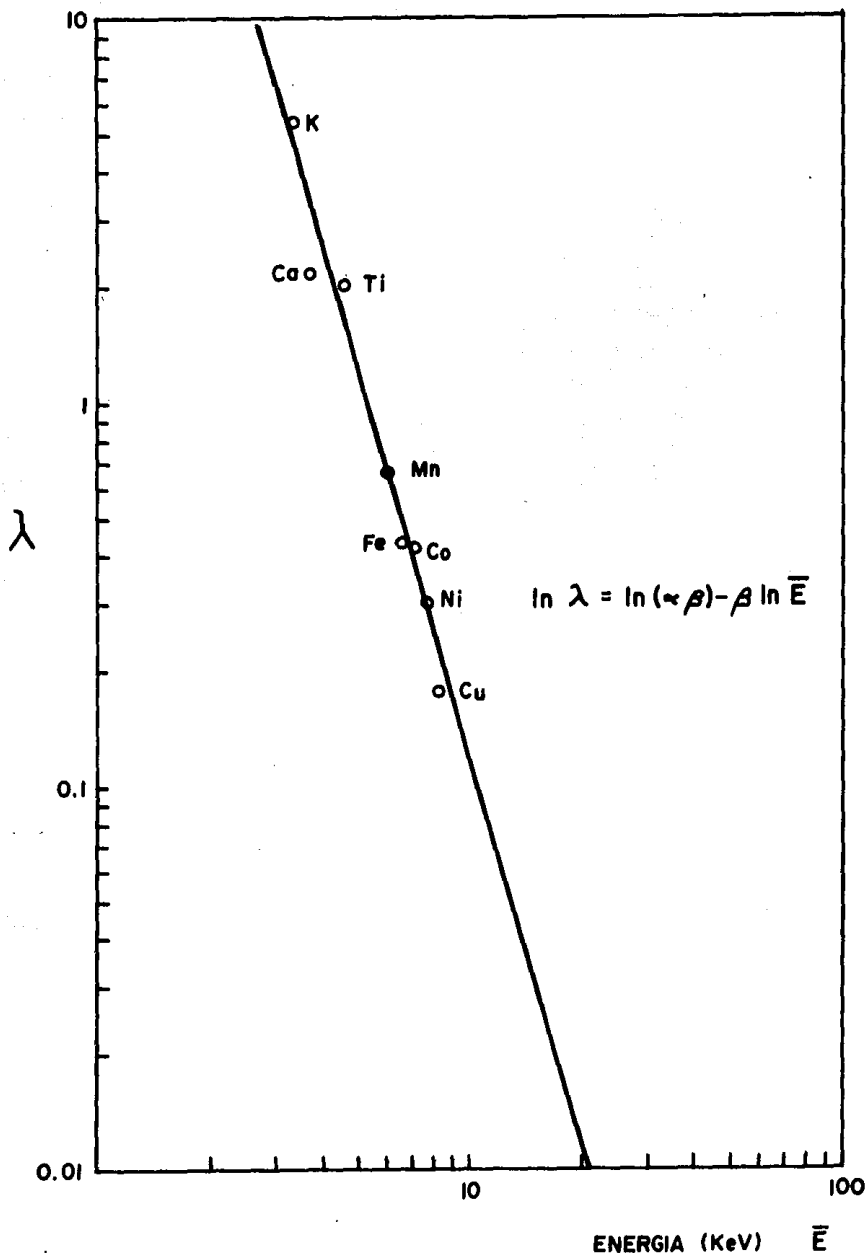


FIGURA 14. AJUSTE LINEAL DE MINIMOS CUADROS DE LOS VALORES λ A PARTIR DE LAS LINEAS K DE LOS ELEMENTOS K, Ca, Ti, Mn, Fe, Co, Ni Y Cu, GRAFICADOS SOBRE UNA ESCALA LOGARITMICA CONTRA $\ln \bar{E}$, PARA DETERMINAR LOS PARAMETROS α Y β

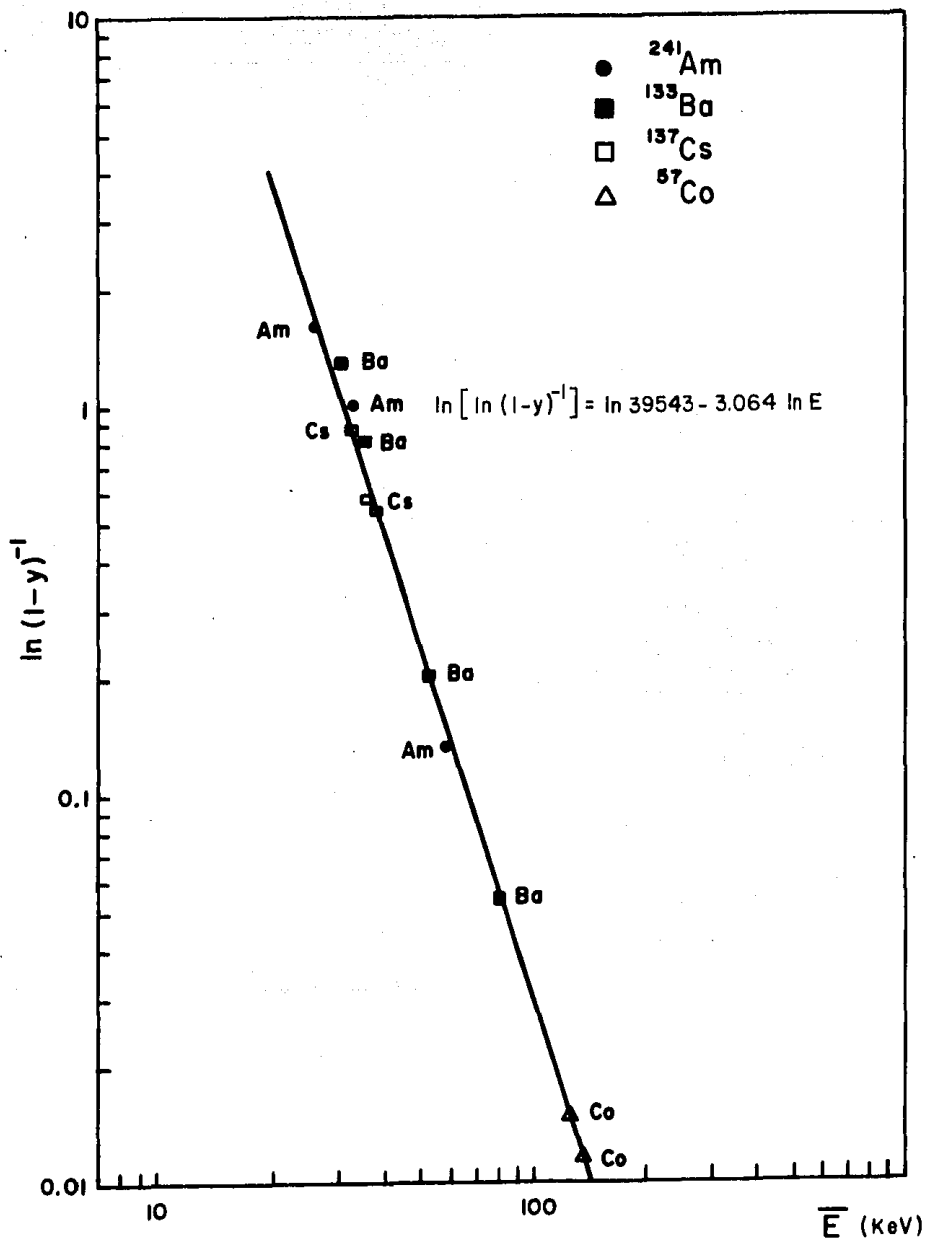


FIGURA 15. - AJUSTE LINEAL DE LOS PUNTOS OBTENIDOS DE LA ECUACION (8) PARA LAS DIFERENTES LINEAS DE LAS FUENTES DE ^{241}Am (●), ^{57}Co (△), ^{137}Cs (□), Y ^{133}Ba (■), PARA DETERMINAR LOS PARAMETROS γ Y δ

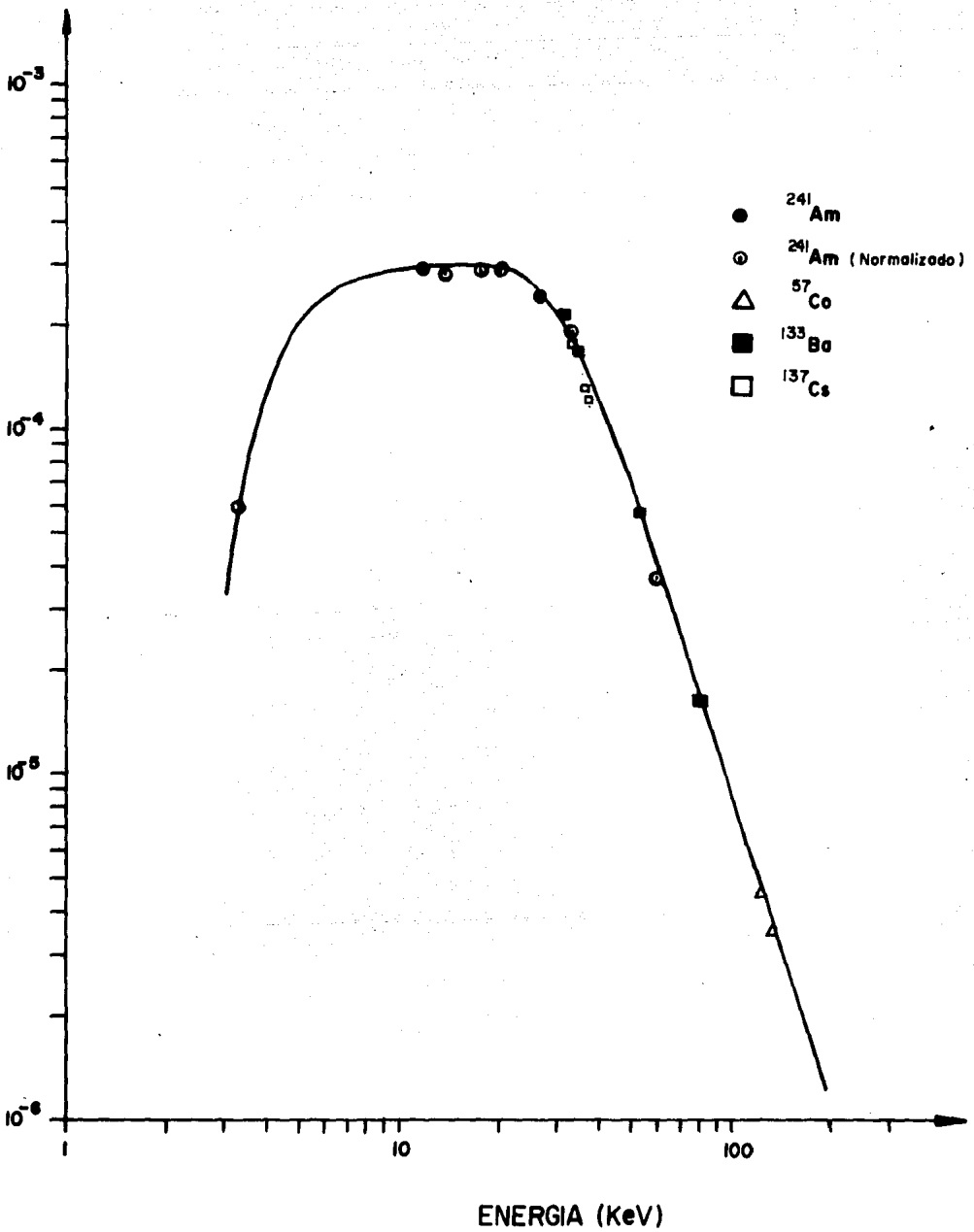


FIGURA 16.- DATOS MEDIDOS DE EFICIENCIA. LA LINEA SOLIDA ES LA CURVA DE EFICIENCIA CALCULADA DE LA ECUACION (1)

TABLA I

RESULTADOS OBTENIDOS EN ESTE ESTUDIO

PARAMETRO	VALOR
α	$92.96 \pm \begin{matrix} 6.18 \\ 5.41 \end{matrix}$
β	3.42 ± 0.21
γ	$3.95 \pm \begin{matrix} 1.10 \\ 0.80 \end{matrix} \times 10^4$
δ	3.06 ± 0.06
Ω	$(2.98 \pm 0.11) \times 10^{-4}$

TABLA II

OTROS RESULTADOS PARA LOS PARAMETROS β Y δ

PARAMETRO	Ref (2)	Ref (3)	Ref (5)	Ref (6)
β	1.32 ± 0.20	9.5 ± 1.8	1.75 ± 0.31	4.631 ± 3.156
δ	3.62 ± 0.04	2.41 ± 0.11	3.27 ± 0.12	3.225 ± 0.040

R E F E R E N C I A S

1. T.B.Johansson, R.Akselsson and S.A.E.Johansson. Nucl. Instr. and Methods. 84(1970)141.
2. W.J.Gallagher and S.J.Cipolla. Nucl. Instr. and Methods. 122(1974)405.
3. P.H.Mokler. Phys. Rev. Lett. 26(1971)811.
4. R.J.Gehrke, R.A.Lokken. Nucl. Instr. and Methods. 97(1971)219.
5. R.E.Wood, P.Venugopla Rao, O.H.Puckett and J.M.Palhs. Nucl. Instr. and Methods 94(1971)245.
6. J.L.Campbell, H.H.Jorch and J.A.Thompson. Nucl. Instr. 98(1972)1433.
7. J.L.Campbell, H.H.Jorch and J.A.Thompson. Nucl. Instr. and Methods. 140(1977)167.
8. W.N.Lennard and D.Phyllips. Nucl. Instr. and Methods. 166(1979)521.
9. J.Palinkas and B.Schlenk. Nucl. Instr. and Methods. 169(1980)493.
10. M.S.Dias and C.Renner. Nucl. Instr. and Methods. 193(1982)91.
11. J.S.Hansen, J.C.McGeorge, D.Nix, W.D.Schmidt-Ott. I.Unis and R.W.Fink, Nucl. Instr. and Methods. 106(1973)356.
12. J.L.Campbell and L.A.McNelles, Nucl. Instr. and Methods. 125(1975)205.
13. E.C.Montenegro, A.Oliver G., F.Aldape U. Parametric Determination of a Si(Li) Detector Efficiency Curve by using K_{β}/K_{α} Branching ratios. Nucl. Instr. and Methods. B12(1985)453-457.
14. E.Merzbacher and H.W.Lewis. Handbuch der Physik (Springer-Verlag, Berlin) 34,166(1958).
15. J.D.García. Phys. Rev. A. 1,2(1970)280.
16. J.M.Hansteen and O.P.Mosebekk. Nucl. Phys. A201(1973)541.

17. Proceedings of the International Conference on particles induced X-ray emission and its analytical applications. Nucl. Instr. and Methods in Physics 142(1977)Nos. 1,2.
18. Proceedings of the Third International Conference on PIXE and Its Analytical Applications. Nucl. Instr. and Methods in Physics Research. 231(B3) Nos.1-3 April/may 1984.
19. E.Andrade, J.Dorantes y A.Jaidar. IFUNAM. Comunicación Privada. (1984).
20. J.Rickards and J.F.Ziegler. App. Phys. Lett. 27(12)(1975)707.
21. Cruz Tapia, Ma. de la Luz. Tesis Profesional. UNAM (1976).
22. Hiriart y Valencia, Pedro. Tesis Profesional. UNAM (1978).
23. E.Andrade, J.Dorantes y A.Jaidar. XX Congreso Nal. de Investigación en Física. Bol.No.4 (1977)124. Rev. Soc. Mex. de Fís. Nov.14-18.
24. J.Rickards. The Effect of Oxides on PIXE Measurements. Enviado a publicación. (1985).
25. A.Oliver. IFUNAM. Comunicación privada. (1985).
26. F.Aldape U. I Simposio sobre Química Nuclear, Radioquímica y Química de Radiaciones. (1976).
27. S.Romero H., J.Aspiazu F., F.Aldape U., R.Policroniades R. y J.Calvillo. XX Congreso Nal. de Investigación en Física. Bol. No. 4 (1977)122. Rev. Soc. Mex. de Fís. Nov. 14-18.
28. F.Aldape U., R.Policroniades R., S.Romero H., J.Calvillo y S.Bulbulian. II Simposio sobre Química Nuclear, Radioquímica y Química de Radiaciones. (1978).
29. J.Arellano y S.Romero. XX Congreso Nacional de Investigación en Física. Bol.No.4 (1977)123. Rev. Soc. Mex. de Fís. Nov. 14-18.
30. G.Deconninck, G.Demortier, F.Bodart. Atomic Energy Review. 13-2 (1975)367.

31. Keith M. Barfoot. Ph.D. Thesis. University of Surrey (1980).
32. John L. Campbell, Brian H. Orr, Alex. W. Herman, Larry A. McNelles, Jennifer A. Thomson and W. Brian Cook, Analytical Chemistry, Vol. 47, No. 9, August 1975.
33. B. Basbas, W. Brandt y R. Laubert. Phys. Rev., A7, 983-1001 (1973).
34. J. D. García, R. J. Forner y T. M. Kavanagh. Rev. Mod. Phys. 45, No. 2 (1973) 111.
35. W. Margulis. Tesis de Maestría (1977) Depto. de Física. Pontificia Universidade Católica do Rio de Janeiro.
36. Sven A. B. Johansson and Thomas B. Johansson. Nucl. Instr. and Methods. 137 (1976) 473.
37. M. J. Nass, A. Lurio and J. F. Ziegler, Nucl. Instr. and Methods. 154 (1978) 567.
38. M. A. Mariscotti. Nucl. Instr. and Methods. 50 (1977) 309.
39. R. Woldseth. X-Ray Energy Spectrometry Kevelex Corporation (1973).
40. F. Folkmann, C. Goarde, T. Huus and K. Kemp. Nucl. Instr. and Methods 116 (1974) 487.
41. K. Alder, A. Bohr, T. Huus, B. Mottelson and A. Winter. Rev. Mod. Phys. 28 (1956) 432.
42. J. S. Hansen, J. C. Mc. George, D. Nix, W. D. Schmidt-Ott, I. Unus and R. W. Fink. Nucl. Instr. and Methods 106 (1973) 365-379.
43. K. Gottfried, Quantum Mechanics, Vol. I (W. A. Benjamin, Inc., New York, 1966) p. 463.
44. J. H. Scofield. Phys. Rev. A Vol. 9, No. 3, (1974).
45. G. F. Knoll. Radiation Detection and Measurement. John Wiley (1979).
46. Table of Isotopes 17th ed. C. Michael Lederer and V. S. Shirley apendice II, Pag. 4. John Wiley (1978).
47. B. Chauvenet, J. Morel and J. Legrand, Inst. J. Appl. Radiat. Isot. 34 (1983) 479.
48. E. C. Montenegro, C. B. Baptista and P. W. E. P. Duarte. At. Data Nucl. Data. Tables 22 (1978) 131.

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

A Eduardo Chaves Montenegro y a Alicia Oliver Gutiérrez, por la dirección, supervisión y revisión de esta tesis.

Al Dr. Jorge Rickards por sus valiosos comentarios durante el desarrollo de la misma.

Al Instituto Nacional de Investigaciones Nucleares por las facilidades otorgadas en la realización de este trabajo.

Al Sr. Karim López por el manejo del acelerador.