

17
2ej



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

FACULTAD DE CIENCIAS

"CALIBRACION DE UN SISTEMA DE DETECCION DE RAYOS-X
PARA LA TECNICA PIXE"

T E S I S
QUE PARA OBTENER EL TITULO DE:
F I S I C O
P R E S E N T A:

FERNANDO CRUZ ARANDA

MEXICO, D.F.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

1991



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas Tesis Digitales Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS © PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

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

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

INDICE

| | |
|--|-----|
| INTRODUCCION | 1 |
| CAPITULO 1 | |
| DETECTORES DE RADIACION | 6 |
| 1.1 Cámaras de ionización. | 9 |
| 1.2 Cámara de ionización de corriente (DC). | 10 |
| 1.3 Cámara de ionización de pulso. | 12 |
| 1.4 Cámara de ionización por integración. | 13 |
| 1.5 Contador proporcional. | 14 |
| 1.6 Contador Geiger-Müller. | 18 |
| 1.7 Detectores de centelleo. | 20 |
| 1.8 Detector de Si(Li), Ge(Li). | 25 |
| CAPITULO 2 | |
| MÉTODOS PARA LA CALIBRACION DE DETECTORES Si(Li) Y Ge(Li). | 39 |
| CAPITULO 3 | |
| PIXE | |
| 3.1 Fundamentos de la técnica PIXE. | 84 |
| CAPITULO 4 | |
| EXPERIMENTO, RESULTADOS Y CONCLUSIONES | |
| 4.1 Dispositivo experimental. | 99 |
| 4.2 Desarrollo experimental. | 108 |
| 4.3 Medidas y resultados. | 111 |
| 4.4 Conclusiones. | 122 |
| APENDICE. | 124 |
| REFERENCIAS. | 128 |

INTRODUCCION

Con el avance científico y tecnológico, el hombre ha desarrollado y empleado una gran variedad de materiales y dispositivos para poder detectar y cuantificar la radiación. Por ello, se ha visto en la necesidad de conocer las características de los materiales al interactuar con la radiación, así como tener el conocimiento de los fenómenos físicos involucrados.

En los últimos años se ha dado un gran auge a los detectores de estado sólido, debido a que ofrecen una mejor resolución de energía, un tamaño compacto, así como otras características que pueden depender de los requerimientos de la aplicación.

Las diferentes aplicaciones de los detectores de radiación ha dado lugar a generar métodos para determinar con exactitud la eficiencia de los detectores de radiación. Así como técnicas utilizadas en los métodos y que pueden proporcionar una gran variedad de aplicaciones.

Una de las técnicas desarrolladas y de gran auge en los últimos veinte años es la Emisión de Rayos-X Inducidos por Partículas Cargadas (PIXE). Es una técnica de análisis multielemental, es decir, puede reconocer una gran variedad de elementos de la tabla periódica simultáneamente. Es un método analítico que permite determinar cuantitativamente las concentraciones de los elementos presentes en la muestra del material estudiado. Esta se ha empleado en la obtención de curvas de calibración de detectores de silicio-litio, germanio-litio, así

como en el estudio de materiales como se menciona arriba, la arqueología, la medicina y estudios sobre calidad de aire. Además, se ha extendido rápidamente debido a que la muestra en estudio no necesita ser destruida y es de alta sensibilidad.

La técnica PIXE está basada en la generación de vacantes en las capas electrónicas de los átomos que constituyen la muestra al ser ésta bombardeada por un haz de iones, los átomos al estar en un estado excitado, electrones de capas más externas llenan las vacantes dando lugar a la emisión de fotones cuya energía son características del elemento.

La técnica PIXE junto con el uso de fuentes radioactivas calibradas, y en algunos casos con detectores de barrera superficial, se ha empleado por diferentes investigadores para obtener la curva de calibración de detectores de silicio-litio, germanio-litio, ya que a bajas energías de los fotones, en la mayoría de los laboratorios de investigación científica no se dispone de fuentes radioactivas calibradas de baja energía, debido a su vida media corta. Por ello, se ha generado la búsqueda y expansión de un método sencillo y rápido de calibración de un sistema de detección de radiación, que brinde poder realizar aplicaciones con resultados de mayor precisión posible.

En la arqueología, la técnica PIXE se ha empleado en el estudio de cerámicas, monedas, libros antiguos. Con el objeto de conocer su composición, su procedencia y fecha, así como en el estudio de restos momificados.

Dentro de la medicina, se puede analizar todo tipo de tejido -piel, pelo, uñas, huesos, y que en algunos casos da lugar ha poder diagnosticar enfermedades, por ejemplo el cancer. También se tienen una gran cantidad de trabajos realizados sobre muestras sanguíneas.

Se han realizado estudios de la calidad de aire por medio de depósitos de aire en filtros conocidos como aerosoles. Esto se ha efectuado en ciudades donde la contaminación es un gran problema en la actualidad, en minas, así como en industrias, etc.. Además se han realizado estudios sobre los residuos contaminantes en agua de ríos, lagos y mares.

La técnica PIXE para poder ser utilizada requiere de cierta instrumentación. El principal dispositivo experimental utilizado es un acelerador de iones, cuyas energías oscilan entre unos cientos de KeV y unos MeV. Como se sabe, en la mayoría de los laboratorios de Investigación del mundo, se dispone de un acelerador de iones, encaminados a realizar aplicaciones, una de las cuales es la técnica PIXE.

En el Instituto de Física de la U.N.A.M. se cuenta con un acelerador del tipo Van de Graaff de 0.7 MeV. Este acelerador nos permite operar diferencias de potencial entre 100 y 700 KeV. La fuente de iones del acelerador puede trabajar principalmente con hidrógeno y con helio, aunque tiene la posibilidad de utilizar otro tipo de gas.

Se establece, como objetivo de la tesis la calibración de un sistema de detección de rayos-X, así como la cuantificación de dos muestras cuyas concentraciones se desconocen. Dichas concentraciones se obtendrán por medio de la técnica PIXE (Emisión de Rayos-X inducidos por Protones). Por ello, se organiza el trabajo de la siguiente manera:

Primero se muestra en este trabajo una revisión de los tipos de radiación, así como los detectores de radiación y sus características.

En el capítulo dos se presenta una revisión de los métodos de calibración de los detectores de Silicio-Litio Si(Li) y Germanio-Litio Ge(Li) presentados y publicados por diferentes investigadores, así como sus parámetros a medir y ser utilizados en la calibración.

En el capítulo tres se presenta los fundamentos de la técnica PIXE, la cual se ha utilizado en el presente trabajo.

En el capítulo cuatro se presentan el desarrollo experimental, medidas, resultados y conclusiones.

El detector utilizado para la detección de rayos-X, fue un detector de Silicio-Litio. Por esto, se da una descripción de su funcionamiento, así como el intervalo de aplicación.

Para la calibración se utilizan fuentes radiactivas calibradas, sin embargo para bajas energías (menor de diez KeV) no se tienen fuentes disponibles en el laboratorio que emitan fotones de baja energía, por lo que es necesario adoptar un método que nos permita obtener la curva de calibración para bajas y altas energías. Para obtener la curva de eficiencia del sistema de detección de rayos-X, se ha seguido el método de calibración basado en el modelo paramétrico de Gallagher y Cippola. Es un método en el que los parámetros para baja energía se calculan de manera independiente de aquellos para alta energía de los fotones. Los parámetros son obtenidos del análisis de los espectros de rayos-X obtenidos con el acelerador Van de Graaff de 0.7 MeV citado anteriormente, utilizando la técnica PIXE. Para altas energías, se utilizaron fuentes radiactivas calibradas de ^{241}Am , ^{57}Co , ^{133}Cs y ^{132}Ba .

Los espectros obtenidos son analizados y ajustados a curvas gaussianas, para la obtención de los cinco parámetros involucrados en la función semiempírica de la eficiencia del sistema de detección de rayos-X.

Además, se llevo a cabo el análisis de dos muestras cuyas concentraciones se desconocen, una de ellas constituida por Paladio, Oro y Cobre, y la otra constituida por Plomo y Estaño. Las dos muestras bombardeadas por un haz de protones de hidrógeno a una energía de 650 KeV. Para poder determinar las concentraciones de los diferentes elementos que constituyen las muestras se hace uso de la curva de eficiencia obtenida del sistema de detección de rayos-X, de la sección eficaz de ionización, poder de frenamineto, etc..

CAPITULO 1

DETECTORES DE RADIACION

En el presente capítulo veremos brevemente los tipos de radiación originada ya sea en procesos nucleares o atómicos, así como una revisión de los diferentes tipos de detectores de radiación, y poniendo mayor énfasis en los detectores de Si(Li) y Ge(Li).

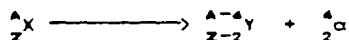
TIPOS DE RADIACION

Radiación de partículas cargadas: Electrones, partículas cargadas pesadas.

Radiación de partículas sin carga: neutrones, radiación electromagnética.

Dentro de los electrones tenemos partículas beta (positiva (β^+) ó negativa (β^-)) emitidas en decaimientos nucleares, y electrones energéticos producidos en algún otro proceso. Las partículas pesadas cargadas que abarca a los iones energéticos con unidad de masa atómica (i.e. la fracción de 1/16 de la masa del átomo de oxígeno, cuya masa atómica será, por consiguiente 16) ó mayor son: partículas alfa, protones, productos de fisión o productos de alguna reacción nuclear.

Partículas alfa.- El proceso de decaimiento de una partícula alfa (ó núcleos de ${}^4\text{He}$) se escribe esquemáticamente de la siguiente forma:



donde X, Y son los elementos nucleares inicial y final respectivamente, ${}^4_2 \alpha$ es la partícula alfa, A es la masa atómica y Z el número atómico.

Productos de fisión ó productos nucleares de alguna reacción nuclear.- El proceso de fisión es la única fuente espontánea de partículas energéticas cargadas pesadas con mayor masa que la de la partícula alfa, cuyos fragmentos de fisión son ampliamente usados en la calibración y prueba de detectores destinados para aplicaciones generales.

La radiación electromagnética incluye rayos-X emitidos en el momento en que los electrones de capas externas ocupan vacantes de capas internas, para desexcitar al átomo, es decir, resultan de la transición entre dos estructuras electrónicas.

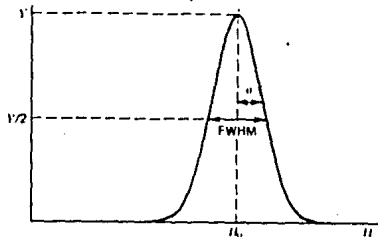
Los neutrones generados en procesos nucleares son divididos convencionalmente en neutrones lentos y neutrones rápidos [1].

Debido a la diversidad de los tipos de radiación se han creado dispositivos para su detección. En un gran número de aplicaciones de los detectores de radiación, tal como en espectroscopía de radiación se hace uso de la resolución del detector. Por ello, se dará una breve explicación de la resolución del detector, y a continuación de los tipos de detectores de radiación.

RESOLUCION DE LA ENERGIA

En un gran número de aplicaciones de los detectores de radiación se necesita medir la distribución de la energía de la radiación incidente, dicha distribución es llamada la función de respuesta del detector.

El ancho de la distribución está fuertemente relacionada con la resolución de la energía, que como se observa de la figura (1-1), para una distribución que se encuentra centrada en H_0 (altura de pulso), la mayor resolución ocurre cuando el ancho de la distribución es menor, y mientras más pequeño sea el ancho de la distribución, tendremos un mejor resolución en la energía.



fig(1-1) Resolución de la energía

La resolución de la energía del detector está entonces dada como:

$$R = FWHM/H_0 \quad (1.1)$$

donde FWHM es el ancho de la distribución que se tiene a la mitad de la altura máxima de la distribución, como se observa en la figura (1-2).

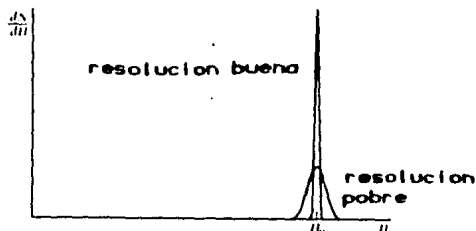


fig. (1-2) Diferencia entre resolución buena y pobre.

Un buen detector será capaz de distinguir entre dos energías que estén muy cercanas una de la otra.

TIPOS DE DETECTORES DE RADIACION

Los detectores que aparecen en la revisión son:

- 1.- Detectores de ionización gaseosa.
- 2.- Detectores de centelleo.
- 3.- Detectores de Si(Li) y Ge(Li).

El grupo de detectores de ionización gaseosa abarca: Cámara de ionización, detector proporcional, y Geiger Muller.

Además, dentro de los detectores de cámara de ionización se tiene: Cámara de ionización de corriente, Cámara de ionización de pulso y Cámara de ionización por integración.

1.1 CAMARAS DE IONIZACION.

El término cámara de ionización convencionalmente se ha usado para el tipo de detectores en el que se colecta un par de iones del gas, es decir, al ser ionizada una molécula; se obtiene un ion positivo y un electrón libre. A esto se le llama un par de iones el cual es la base para la señal eléctrica. En los detectores semiconductores la colección es de par de electrón-vacante.

La cámara de ionización se puede operar en modo de corriente (llamada cámara de ionización de corriente), en modo pulso (llamada cámara de ionización de pulso), ó por integración (llamada cámara de ionización por integración) como se menciona anteriormente. Los contadores proporcionales, así como los tubos Geiger-Müller, son operados en modo de pulso.

Las cámaras de ionización están basadas en el efecto que se produce en el gas cuando una partícula pasa a través de dicho gas,

es decir, la ionización y excitación de moléculas de gas.

Al incidir la radiación en el gas, éste se ioniza, y aplicando un campo eléctrico, las partículas cargadas son colectadas. Para que el proceso de ionización ocurra la partícula incidente debe transferir una cantidad de energía igual a la energía de ionización de la molécula de gas. En algunos detectores de radiación el gas usado tiene energía de ionización para las capas electrónicas más externas entre los 10 y 20 eV aproximadamente [1].

La partícula incidente puede no ionizar, pero dejar a la molécula de gas en un estado excitado, es decir, que un electrón pase a otra capa electrónica más externa y posteriormente desexcitarse, para desexcitarse puede hacerlo por dos procesos, uno es que al regresar el electrón a su capa electrónica original emita un fotón, y el otro proceso es que al regresar el electrón a su capa electrónica emita un electrón de una capa más externa. Este último proceso es conocido como transición Coster-Kronig.

El comportamiento de las partículas cargadas en el gas depende de las condiciones dentro de la cámara, incluyendo el tipo de gas y el campo eléctrico aplicado, como se explicará posteriormente.

1.2 CAMARA DE IONIZACION DE CORRIENTE (DC).

Esta cámara es usada para medidas de exposición de rayos gamma o rayos-X, definida la exposición como la cantidad de iones producidos por radiación γ o rayos-X en una unidad de volumen de aire, y cuya unidad es el Roentgen. También se utiliza para calibración de fuentes de rayos gamma. Esto se realiza comparando la corriente generada por una fuente desconocida con la fuente patrón bajo condiciones idénticas de geometría.

Como se mencionó en la sección anterior, al aplicar un campo

eléctrica se empezarán a coleccionar los iones. Cuando la cámara de ionización se usa en modo de corriente, se estarán coleccionando cargas negativas, ya sea iones negativos o electrones libres. En este tipo de cámara de ionización de corriente, así como de pulso e integración, el efecto predominante es la ionización primaria que alcanza la saturación, por lo cual se denomina región de saturación.

El gas comúnmente utilizado es el aire. También se utiliza el argón para incrementar la densidad de ionización para un volumen dado. La presión del gas es en algunos detectores de una atmósfera; sin embargo, en otros es mucho mayor con el objeto de aumentar su sensibilidad.

La geometría de las cámaras de ionización es muy variada. Una muy común es la que presenta una geometría cilíndrica. En la figura (1-3) se puede observar la sección transversal de una cámara de ionización que presenta esta geometría.

Los aislantes entre los electrodos de la cámara de ionización deben impedir que exista un flujo de corriente, ya que esto podría ocasionar alteraciones en la medida de la corriente, por lo que la resistencia de los aislantes debe ser muy grande. Para reducir el efecto de flujo de corriente, se colocan los llamados anillos de guarda. La corriente a medir es del orden de 1×10^{-12} A o menos, lo que significa que necesitamos un amplificador de corriente. Se usa un electrómetro, que es un dispositivo formado por un amplificador junto con un galvanómetro.

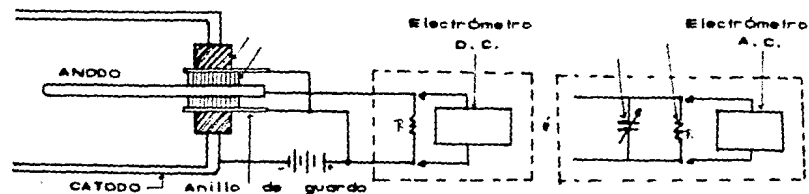


fig. (1-3) cámara de ionización de corriente.

El electrómetro se acopla a corriente directa y la caída de voltaje es medida a través de la resistencia R como se observa en la figura (1-3). Sin embargo, este tipo de circuito tiene la desventaja de que es necesario poner la escala a cero, con lo cual cortamos la señal de entrada. Esto se debe a que la señal de entrada al electrómetro es variable, y por tanto la amplificación no es muy notable. No obstante, existe la posibilidad de cambiar la señal de corriente directa (DC) a corriente alterna (AC), lo cual se logra poniendo un capacitor dinámico al circuito, como se observa en la figura (1-3). De esta manera se logra un capacitor total, es decir, una capacitancia producida por los electrodos y la otra la dinámica (capacitores en paralelo), de esta forma la señal de entrada al electrómetro nos brinda una amplificación más estable.

1.4 CÁMARA DE IONIZACIÓN DE PULSO.

En este tipo de cámara, al igual que en la cámara de ionización de corriente, trabaja a un voltaje tal que la sitúa en la zona de saturación, como se mencionó anteriormente.

El circuito más común de una cámara de ionización de pulso se observa en la figura (1-4).

En presencia de la radiación, dentro de la cámara de ionización se empezarán a crear pares de iones, y debido al voltaje aplicado se presenta un campo eléctrico con el cual se movilizarán las cargas, dando lugar a cargas inducidas en los electrodos de la cámara de ionización. Entonces habrá un voltaje V_R a través de la resistencia. Después de que se

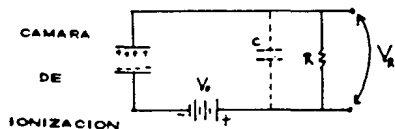


fig. (1-4) cámara de ionización.

ha colectado toda la carga en los electrodos, habrá una descarga, cuyo tiempo de carga y descarga estará regido por el circuito externo RC, es decir, cuando el voltaje a través de la resistencia se aproxime a cero ó caiga a cero. Entonces el voltaje en la cámara regresará al valor V_0 . Si la constante de tiempo del circuito externo es grande comparada con el tiempo requerido para coleccionar la carga dentro de la cámara se producirá una señal de pulso cuya amplitud nos indicará la magnitud de la carga original generada dentro de la cámara de ionización.

La formación de pulsos depende de la posición en la cual los pares de iones se forman con respecto a las superficies equipotenciales, a la cual caracterizan la geometría del campo y de la configuración del campo eléctrico.

1.4 CAMARA DE IONIZACION POR INTEGRACION.

Este dispositivo, de gran sensibilidad, exactitud y simplicidad, es usado ampliamente en la medición de exposición producida por radiación gama (γ).

Este tipo de cámara está basado en el principio de un electroscoipo. En presencia de la radiación, los iones primarios que se producen son colectados y van sumándose. Fue uno de los primeros instrumentos de medición, el cual tenía una hoja de Oro, y cuyas medidas de radiación eran tomadas a través de un microscopio graduado que forma parte del electroscoipo. Sin embargo, se desarrolló otro tipo de electroscoipos con fibra de cuarzo, el cual era más compacto y por lo tanto más manejable. Se le llama electroscoipo de Lauritsen, y su diagrama aparece en la figura (1-5).

Este dispositivo, que necesita una diferencia de potencial, por la cual es cargado a través de un boton de carga que contiene una batería. La fibra metalizada es deflectada del brazo del soporte, y al ser ionizado el gas por la radiación la fibra tiende a regresar a la posición de carga cero. El dispositivo cuenta con

una ventana de vidrio para iluminar la fibra y poder ser vista en el ocular, el cual contiene una escala.

Las mediciones obtenidas, por ejemplo cuando 1 mg de radio está a un metro de distancia del dispositivo, la medida de exposición es de aproximadamente 0.84 mR/hr (milliroentgen por hora).

Otro de los dispositivos utilizados es el llamado electroscopio de Lantsverk con fibra de cuarzo, cuyo funcionamiento es equivalente al anterior.

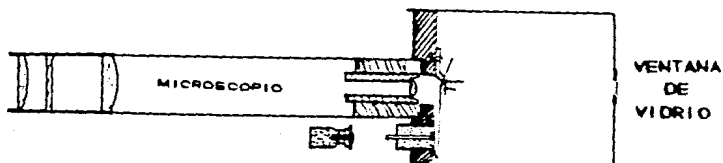


fig. (1-5) Electroscopio de Lantsverk.

1.5 CONTADOR PROPORCIONAL.

Dentro de los detectores de radiación, los contadores proporcionales son dispositivos capaces de detectar partículas alfa (α), beta (β), electrones, usados también en la obtención de medidas de procesos de conversión electrónica interna, así como en el uso para la obtención y espectroscopía de rayos- γ ó rayos-X de baja energía.

La espectroscopía de rayos-X de baja energía es tal vez una de las aplicaciones más importantes de los contadores proporcionales, y el cual está basado en la absorción de

fotodectrones formados por interacción de los fotones dentro del gas. La energía de los fotodectrones está relacionada directamente con la energía de los rayos-X. La energía de los fotones puede ser identificada de la posición de los picos en el espectro. Para fotones de alta energía, típicamente rayos- γ , la eficiencia del contador es pequeña, debido a que la probabilidad de interacción del fotón en el gas es rápidamente con la energía. Esto último es una de las desventajas de los contadores proporcionales, por lo que la detección de rayos- γ comúnmente se efectúa con el detector Geiger-Müller.

Los detectores proporcionales son operados en modo pulso. Como fue mencionado anteriormente, al incidir la radiación en el gas, éste es ionizado, y al aplicar una diferencia de potencial en los electrodos del contador proporcional, los iones así como los electrones libres, se moverán hacia los electrodos donde son colectados.

Los electrones libres que se dirigen hacia los electrodos pueden dar lugar a colisiones con moléculas de gas en un estado neutro. Si su energía cinética es igual a la energía de ionización de la molécula del gas neutro, dará lugar a un par de iones, los cuales serán acelerados por el campo eléctrico. Existe un umbral para el cual ocurre la ionización secundaria. En algunos gases típicos a presión atmosférica, el umbral es de aproximadamente de 1×10^6 V/m.

En los procesos de ionización secundaria los electrones liberados también pueden experimentar colisiones con moléculas de gas en un estado neutro, que pueden dar origen a pares de iones.

Este proceso de multiplicación gaseosa es como una cascada, la cual es conocida como avalancha Townsend, en el cual cada electrón libre creado durante la colisión puede dar lugar a más electrones libres por el mismo proceso, y la avalancha termina cuando todos los electrones libres han sido colectados por el ánodo.

Bajo condiciones apropiadas el número de eventos de ionización secundaria guarda una proporcionalidad con el número de pares de iones formados.

De la figura (1-6) se puede observar que para bajo voltaje se tiene la región de saturación, que es el modo de operación para cámaras de ionización descritas anteriormente, pero conforme se aumenta la diferencia de potencial se llega a una región en la cual la multiplicación gaseosa es lineal, es decir, una región donde la carga colectada es proporcional al número de pares de iones originales creados por la radiación incidente, a la cual se llama región de proporcionalidad y representa el modo de operación de los contadores proporcionales.

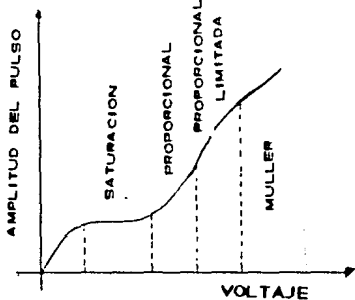


fig.(1-6). Ubicación de algunos detectores.

Si se sigue incrementando el campo eléctrico, los electrones libres serán rápidamente colectados, pero los iones positivos se moverán lentamente comparado con los electrones libres, con lo cual se formará una nube de iones positivos alrededor del electrodo, dispersándose lentamente hacia el cátodo, con una concentración alta. Los iones representarán una carga espacial que alterará la forma del campo eléctrico en el detector, causando un decremento del potencial real aplicado y se observará una zona no lineal. A esta zona o región se le denomina región de proporcionalidad limitada, la cual no se usa para la detección de la radiación.

La geometría que presentan los detectores proporcionales en su mayoría son de geometría cilíndrica, pero también se tienen los llamados de geometría 2π (detector proporcional de flujo continuo o sin ventana) y los de geometría 4π . Estos dos últimos tienen la propiedad de que la fuente es colocada en el interior del detector, por lo cual la distancia de separación entre fuente y detector es pequeña. La absorción externa queda eliminada.

En algunos detectores de geometría 2π se cuenta con una base giratoria con tres portamuestras, haciendo posible mayor rapidez en el intercambio de fuentes radioactivas. Sin embargo, en otras es necesario eliminar las partículas de aire que penetran a la cámara.

En el detector 4π , la cámara está dividida en dos partes, por lo que puede ser operada cada división de forma independiente ó en coincidencia para llevar a cabo el conteo de eventos, este tipo de contadores nos permite registrar rayos- γ de baja energía y partículas β (3).

El ángulo sólido efectivo en los contadores 2π y 4π es de 2π y 4π respectivamente teniendo así un máximo valor posible en la eficiencia.

En el diseño de los contadores proporcionales se deben tener ciertas precauciones, como por ejemplo: el ánodo debe ser lo más uniforme posible, ya que variaciones en su diámetro a lo largo del tubo ocasionará alteraciones en la multiplicación gaseosa; evitar distorsiones del campo eléctrico que pueden surgir en la unión del ánodo con los aislantes, es decir, diseñar el contador de tal forma que los eventos que ocurran cerca de las terminales no experimenten multiplicación gaseosa dando lugar a transiciones abruptas. La forma de evitar este problema es mediante los llamados tubos de campo (field tube).

Los materiales utilizados en la fabricación de las ventanas pueden seriamente atenuar radiaciones poco intensas tales como partículas α ó rayos-X.

En la ionización del gas en los contadores proporcionales existe ionización adicional la cual puede llegar a ser muy

significativa. Esta es ocasionada por colisiones entre electrones y moléculas de gas neutras. En las colisiones pueden las moléculas quedar en un estado excitado, las cuales regresan a su estado base ^{emitiendo} un fotón visible ó ultravioleta. La ionización adicional, si es significativa, dará lugar a una pérdida de proporcionalidad. Para evitar esto, los gases de llenado se mezclan con cantidades pequeñas de algún gas poliatómico (aditivos estabilizadores poliatómicos), tales como metano.

Sin embargo, debido al costo, también es utilizado el argón (90 % con un 10 % de metano, conocida dicha mezcla como gas P-10 [1]), utilizada por ejemplo en un contador proporcional 4 π de presión alta para medidas de conversión electrónica interna [4]. Otro de los gases utilizados son Kriptón ó Xenón, o también el gas CH₄, este último a una presión de 760 Torr [5].

En estudios de dosimetría, frecuentemente el gas usado es una mezcla del 64.4 % de metano, 32.4 % de dióxido de carbono y 3.2 % de nitrógeno.

Dentro de los contadores proporcionales usados para la detección de neutrones térmicos, los gases utilizados son el BF₃ ó ³H, y en los contadores proporcionales utilizados en espectroscopía de neutrones rápidos, los gases utilizados son hidrógeno, metano, helio o algún gas con número atómico bajo.

1.6 CONTADOR GEIGER-MULLER.

Dentro de los detectores de radiación se encuentra el contador Geiger-Müller, que es uno de los contadores capaces de detectar rayos- γ , partículas β , partículas α , rayos-X, neutrones térmicos, y neutrones rápidos.

El tubo Geiger-Müller asociado con su electrónica necesaria no es más que un contador de eventos provocados por la radiación incidente. Dicho contador no puede ser usado en ciertos tipos de

espectroscopía, debido a que toda la información de la cantidad de energía debida a la radiación incidente se pierde.

Las características del detector son: alta sensibilidad, versatilidad en el uso de diferentes tipos de radiación, amplia variedad en formas y ventanas, costo no muy alto, se puede suprimir el uso de un amplificador si así se desea.

El detector está basado en la ionización. Al incidir la radiación en el detector, el gas se ioniza dando lugar a un par ion-electrón. Al aplicar una diferencia de potencial en los electrodos, los iones empezarán a viajar a los electrodos, y si la diferencia de potencial es muy baja sólo algunos iones se colectarán y los demás estarán recombinándose con los átomos del gas. Al ir aumentando la diferencia de potencial aumenta la intensidad del campo eléctrico y los iones serán más acelerados, con lo cual las avalanchas producidas incrementarán su intensidad. Cuando se han colectado suficientes avalanchas para tener una determinada altura de pulso, se termina la reacción originada por la primera ionización, dando lugar a una descarga que, como se sabe, todos los pulsos de un Geiger serán de la misma amplitud independientemente del número de pares de iones que iniciaron el proceso. El número de iones colectados ya no dependerá de la ionización inicial.

Los gases utilizados en los contadores Geiger-Müller son por ejemplo los gases nobles, en los cuales se tienen al helio y al argón mezclados con algún otro gas. Algunos de los elementos utilizados para formar parte de la mezcla en los tubos Geiger-Müller (de los más comerciales) son alcohol etílico, pero presenta el problema de que tiene una vida media útil corta, por lo que algunos tubos Geiger-Müller usan halógenos (cloro ó bromo), otros tubos utilizan BHs. También se han usado hidrógeno y nitrógeno.

Dentro de los gases nobles también se usan el Xenón y Kriptón, utilizados para cuentas de rayos- γ y de baja energía y rayos-X.

El contador Geiger-Müller presenta diversas geometrías, una de ellas, presenta una geometría cilíndrica en el cual se encuentran dos electrodos así como alguna mezcla de los gases mencionados. En el contador Geiger-Müller de geometría cilíndrica, el colector está montado coaxialmente con los puntos cubiertas de vidrio en forma capilar; en algunos otros contadores el colector puede ser en forma de anillo (diámetro de 0.25×10^{-4} mm hasta 0.25×10^{-4} mm) hecha rara vez de tungsteno debido a la dificultad de manejo del material, o un alambre tenso aislante en los extremos. El otro electrodo, llamado cátodo, generalmente forma parte del cilindro, si es de vidrio puede cubrirse con algún material conductor para formar el cátodo.

Muchos de los tubos operan a presión de 7 a 20 cm de Hg; sin embargo hay detectores que trabajan a más de una atmósfera.

1.7 DETECTORES DE CENTELLEO.

Los detectores de centelleo contienen un material que al recibir la radiación es capaz de emitir fotones, por lo que, a dicho material se le llama centellador.

El proceso de centelleo es uno de los métodos utilizados en la detección y espectroscopia de una gran variedad de radiaciones, tales como, la detección de partículas β , partículas α , rayos- γ , rayos-X y neutrones rápidos.

El material de centelleo ideal tiene las siguientes propiedades:

- 1.- Debe convertir la energía cinética de las partículas cargadas en luz detectable con una alta eficiencia de centelleo;
- 2.- La intensidad luminosa debe ser proporcional a la energía absoluta en un intervalo tan amplio como sea posible;

- 3.- El centellador debera ser transparente a la longitud de onda de su propia emisión para tener una buena colección de luz;
- 4.- Toda emisión de luz debe darse en el menor tiempo posible, de tal forma que los pulsos puedan ser generados, definiendo esto el tiempo de resolución del detector.
- 5.- El material centellador debe ser de buena calidad óptica fabricado de diferentes tamaños para tener una gran variedad de detectores de centelleo y de uso práctico.
- 6.- Su índice de refracción debe ser de aproximadamente el índice de refracción del vidrio (≈ 1.5) para permitir un acoplamiento eficiente de la luz de centelleo al tubo fotomultiplicador.

En realidad todas estas características en conjunto no las tiene un material, por lo que es necesario escoger un centellador, en particular de acuerdo a las necesidades y a otros factores tales como forma y versatilidad en tamaño.

Dentro de los centelladores ampliamente aplicados tenemos a los cristales haluros alcalinos inorgánicos tales como el yoduro de sodio, a los líquidos orgánicos o a los plásticos. Así, los materiales centelladores pueden ser líquidos, sólidos, gaseosos ó películas delgadas.

Los centelladores inorgánicos presentan la ventaja de tener una mejor intensidad luminosa y linealidad en presencia de la radiación, pero son relativamente lentos en su tiempo de respuesta, mientras que los centelladores orgánicos tienen un tiempo de respuesta mucho más rápido; sin embargo, su intensidad luminosa en presencia de la radiación es menor comparada con los centelladores inorgánicos.

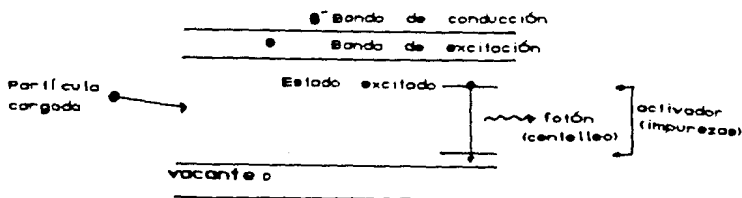
Las partículas cargadas al incidir en el material centellador, pierden una fracción de su energía cinética, la cual es convertida en energía fluorescente, el resto es disipado no radiactivamente, por ejemplo en forma de calor. Dicha fracción convertida en energía fluorescente, depende del tipo de partícula, así como de su energía. Sin embargo, en algunos casos la eficiencia de centelleo puede ser independiente de su energía

dando lugar a una dependencia lineal de la producción de luz o energía inicial.

Centelladores Inorgánicos.

Los centelladores inorgánicos son cristales inorgánicos que contienen pequeñas cantidades de impurezas como activadores para el proceso de luminiscencia.

El mecanismo para la producción de centelleo está esquematizado en la figura (1-7).



(fig. (1-7) Diagrama del fenómeno centelleo de un cristal alcalino y su impureza.

Los electrones tienen disponibles bandas discretas de energía en materiales que han sido clasificados como semiconductores o aislantes. La banda más baja llamada de valencia está normalmente saturada de electrones, y la banda de conducción en la cual los electrones pueden moverse libremente a través del cristal.

Cuando una partícula cargada incidente tiene la suficiente energía para mover los electrones de su estado ligado (es decir, da lugar al proceso de ionización) crea una vacante dejando al átomo en un estado excitado y debido a la impureza en el cristal se pueden crear niveles de energía en la banda prohibida (para cristales puros la banda prohibida que se encuentra entre la banda de excitación y la banda de valencia no puede haber electrones) llamados sitios activadores y trampas.

Para desexcitarse, un electrón de la banda de excitación puede ser capturado (es decir, caer en una trampa) y dando lugar a una excitación en el átomo de la impureza, por lo cual para desexcitarse el electrón puede ceder energía y regresar a la banda de valencia, durante la transición la energía cedida corresponde al fotón cuya longitud de onda cae en el intervalo visible.

Así, por medio de una sucesión de eventos descritos anteriormente, una porción de la energía original de la partícula cargada que incide en la red cristalina es convertida en luz, es decir, en un centelleo (fluorescencia rápida).

Si embargo, hay procesos que compiten con el ya descrito. Este proceso es la fluorescencia que corresponde a la emisión de luz cuya longitud de onda es mayor que la de la fluorescencia rápida. Y puede ser una fuente significativa de radiación de fondo.

Una consecuencia importante de la luminiscencia a través de activadores es el hecho de que el cristal puede ser transparente a la luz de centelleo.

Algunos centelladores inorgánicos con sus activadores (impurezas) son: Yoduro de Sodio activado con Talio NaI(Tl) el cual es usado en espectroscopía de rayos- γ , Yoduro de Litio activado con Europio LiI(Eu) utilizado en la detección de neutrones de baja energía, Sulfuro de Zinc activado con Plata ZnS(Ag), disponible como polvo policristalino y usado para partículas alfa ó en la detección de otros iones pesados, Yoduro de Cesio activado con Talio y otros.

De los centelladores anteriormente citados, los fotones emitidos necesitan ser registrados por algún dispositivo, es decir, convertir la luz de centelleo en una señal eléctrica. Dicho dispositivo es el tubo fotomultiplicador.

La uniformidad de la colección de luz normalmente depende de las condiciones que ^{existen} en la interfaz entre el centellador y el contador en el cual es montado, para que uno o más tubos fotomultiplicadores puedan registrar alguna fracción de la luz, ya que la luz de centelleo es emitida en todas direcciones por lo que

solamente una fracción puede directamente viajar a la superficie donde se encuentra el tubo fotomultiplicador o algún otro sensor.

La eficiencia de la colección de carga de luz puede ser mejorada usando un sólido transparente, conocido como un ducto óptico, para acoplar físicamente el centellador al tubo fotomultiplicador, y así actuar como un guía para la luz de centelleo.

Existe una gran variedad de tubos fotomultiplicadores disponibles comercialmente, los cuales son sensibles a la radiación en la región ultravioleta, región visible y región cerca del infrarrojo del espectro electromagnético.

De los elementos más importantes del tubo fotomultiplicador son: la capa fotosensible llamada fotocátodo, el cual convierte los fotones incidentes en electrones de baja energía, y el arreglo electrónico que realiza un incremento de electrones (hay un factor de multiplicación que es de 1×10^2 a 1×10^6 , es decir, por cada electrón que llega pueden salir de cien a un millón de electrones).

El esquema que aparece en la figura (1-8), representa un tubo fotomultiplicador en forma simplificada.

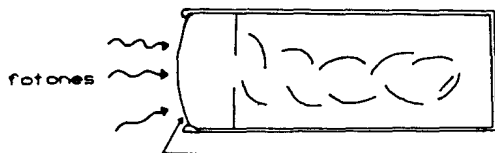


fig. (1-8) Tubo fotomultiplicador.

El arreglo es necesario debido a que con unos cuantos cientos de electrones de baja energía, la carga de que se dispone sería pequeña como para detectar una señal eléctrica, por lo que

se utiliza el arreglo (son dinodos) para incrementar el número de electrones y por consiguiente una señal eléctrica detectable.

En la gran mayoría de los fotomultiplicadores la carga colectada por el ánodo en la salida del arreglo produce un pulso que es proporcional al número de fotoelectrones originados.

A continuación aparece un diagrama a bloques del sistema típico de un detector de centelleo; figura (1-9).

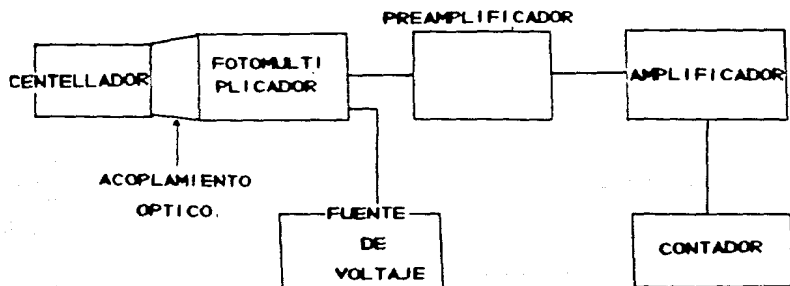


fig. (1-9) Diagrama de un detector de centelleo.

El pulso de corriente se lleva al amplificador para mejorar la señal y después dicha señal amplificada para ser contada.

1.8 DETECTOR DE SICLID, Ge(LID).

En muchas de las aplicaciones de la detección de radiación, el uso de un medio de detección de estado sólido es de gran ventaja.

A principios de 1960 los dispositivos semiconductores empleados como el medio básico de detección empezó a ser

aprovechable. Al principio se les llamo contadores cristallinos, pero en la actualidad son conocidos como detectores de diodo semiconductor ó simplemente detector de estado sólido, este último un tanto ambiguo, debido a que también se tienen detectores de centelleo que ofrecen una posibilidad de proporcionar un medio de detección de estado sólido, cuyas aplicaciones a la detección de radiación fuerón mencionadas anteriormente, y una de las mayores limitaciones de los detectores de centelleo es su pobre resolución de energía.

Hoy en día, la mayor resolución se obtiene utilizando los detectores de diodo semiconductor. Además de mejor resolución, tiene otras características, tales como: tamaño compacto, tiempo característico relativamente rápido, y un espesor efectivo que puede ser variado para corresponder con los requerimientos de la aplicación.

PROPIEDADES DE LOS SEMI CONDUCTORES.

Bandas Discretas en Sólidos.

En los materiales cristallinos, la energía de algún electrón en el material puro está confinado a una de las bandas de energía. La estructura de bandas para energías de los electrones en aislantes y semiconductores está esquematizada en la figura (1-10) [6].

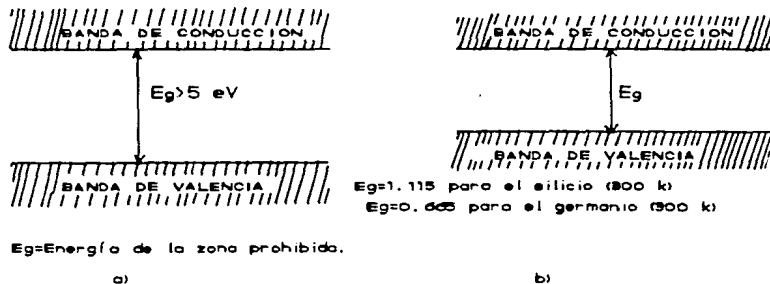


fig. (1-10) Estructura de bandas de un aislante y semiconductor.

La banda más baja llamada de valencia, corresponde a los electrones cuya energía de ligadura los mantiene en dicha banda, y por consiguiente en la red cristalina. La banda más alta, la cual se llama banda de conducción, representa a los electrones libres moviéndose a través del cristal y que contribuyen a la conductividad eléctrica del material. Las bandas están separadas por la llamada banda prohibida (ó zona prohibida) en la cual no puede haber electrones para un elemento puro.

Para que los electrones de la banda de valencia alcancen la banda de conducción deben cruzar la banda prohibida, cuya energía es de 5 eV o más para los aislantes, y de aproximadamente 1 volt para los semiconductores.

Es posible que un electrón de la banda de valencia gane suficiente energía térmica para ser llevado a la banda de conducción a través de la banda prohibida. Físicamente, el proceso representa la excitación de un electrón, que es normalmente parte de un enlace covalente, es decir, un electrón que ha pasado a la banda de conducción. El proceso de excitación crea un electrón en la banda de conducción y una vacante en la banda de valencia, es decir, se crea un par (electrón-vacante), como fue mencionado anteriormente.

Al aplicar un campo eléctrico, el electrón se moverá en la banda de conducción, mientras que la vacante que representa una carga positiva neta tenderá a moverse debido al campo en dirección contraria a la del electrón. El movimiento de ambas cargas contribuirá a la conductividad del material.

La probabilidad por unidad de tiempo de que un par (electrón-vacante) sea generado térmicamente está dado por:

$$P(T) = cT^{3/2} \exp(-E_g/2KT) \quad (1.2)$$

donde T=temperatura absoluta, E_g es la energía correspondiente a la banda prohibida, K la constante de Boltzmann, y c la constante de proporcionalidad del material; que como se observa de la ecuación (1.2) la probabilidad de excitación térmica depende de la

razón de la energía de la banda prohibida y de la temperatura absoluta.

En la ausencia de un campo eléctrico aplicado, el par de electrones térmicamente creados se recombinan dando lugar a un equilibrio, en el cual la concentración de pares electrón-vacante para algún tiempo dado es proporcional a la razón de formación.

Para valores bajos de la intensidad del campo eléctrico, la velocidad de arrastre v de los portadores de carga es proporcional a el campo eléctrico. Entonces una movilidad μ para las vacantes y electrones es respectivamente:

$$v_h = \mu_h \xi \quad (1.3)$$

$$v_e = \mu_e \xi \quad (1.4)$$

donde ξ es la magnitud del campo eléctrico.

En los materiales semiconductores la movilidad del electrón y la vacante son rigurosamente del mismo orden, que es diferente a la movilidad de los electrones libres y los iones positivos en un gas.

Para campos eléctricos intensos aplicados, la velocidad de arrastre se incrementa paulatinamente con el campo hasta llegar a una velocidad de saturación; es decir, si seguimos aumentando el campo eléctrico la velocidad de arrastre ya no se incrementara, por lo que es independiente del campo eléctrico adicional.

La velocidad de saturación tanto para el silicio como para el germanio son del orden de 1×10^7 cm/s [7].

El tiempo requerido para coleccionar los portadores de carga en 0.1 cm es del orden de 10 nanosegundos. Por lo tanto los detectores semiconductores pueden estar entre los detectores de radiación de respuesta mas rápida.

En un semiconductor completamente puro, todos los electrones en la banda de conducción, así como las vacantes en la banda de valencia, serán ocasionados por la excitación térmica (en ausencia de radiación ionizante). Bajo estas condiciones el número de electrones en la banda de conducción debe ser igual al número de vacantes en la banda de valencia. Al material con estas

características se le llama semiconductor intrínseco.

Las propiedades eléctricas de los materiales reales tienden a ser dominados por niveles pequeños de impurezas.

De la siguiente igualdad:

$$n_i = p_i \quad (1.5)$$

las cantidades n_i y p_i son conocidas como las densidades intrínsecas de los portadores de carga.

Las densidades intrínsecas para el electrón ó vacante a temperatura ambiente son de $1.5 \times 10^{10} \text{cm}^{-3}$ para el silicio y $2.4 \times 10^9 \text{cm}^{-3}$ para el germanio [7].

Dentro de los semiconductores tenemos los llamados tipo-n y tipo-p. A continuación se dará una breve descripción de cada uno de ellos.

SEMICONDUCTORES TIPO-n

El material tipo-n se forma agregando una impureza, a una base de germanio o silicio. Dicha impureza tiene 5 electrones de valencia (pentavalente o perteneciente al grupo 5 de la tabla periodica), tales como antimonio (Sb), arsénico (As) y fósforo (P).

En la figura (1-11) está representada una impureza (Sb), que está ocupando un determinado sitio en la red cristalina de silicio.

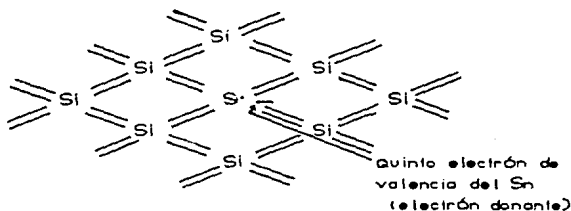


fig. (1-11) Cada una de las rayas representa un electrón de valencia.

→ del orden de esas cuantas partes por millón,

Debido a la excitación térmica, un electrón puede salir de la banda covalente de la impureza, pasando a la banda de conducción, lo cual contribuye a la conductividad del material sin dejar una vacante al igual que un electrón puede salir de la banda covalente del silicio y dejar una vacante en la banda de valencia.

La concentración de impurezas N_D es del orden de electrones esperados en la banda de conducción del material intrínseco, por lo que

$$n \approx N_D \quad (1.6)$$

donde n es el número de electrones en la banda de conducción.

El efecto neto en el material tipo-n es crear una situación en la cual el número de electrones en la banda de conducción es mucho mayor al número de vacantes en el material puro.

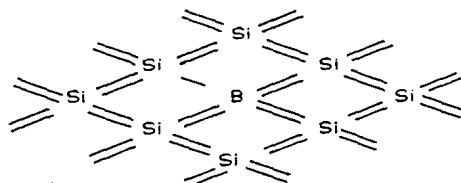
La conductividad eléctrica está entonces determinada casi exclusivamente por el flujo de electrones y una pequeña cantidad de vacantes. En este caso los electrones son llamados portadores mayoritarios y las vacantes portadores minoritarios.

SEMI CONDUCTORES TIPO-P

El material tipo-P se forma agregando una impureza al germanio o silicio. La impureza tiene tres electrones de valencia (trivalente).

Los elementos más frecuentemente utilizados como impurezas son boro, galio e indio.

En la figura (1-12) se representa una impureza (Boro) en la red cristalina de silicio.



Las impurezas agregadas se denominan átomos aceptadores

fig. (1-12) Impureza de Boro en la red cristalina de silicio.

Como puede observarse de la figura (1-12) hay un número insuficiente de electrones para completar los enlaces covalentes de la nueva red.

La vacante aceptará rápidamente un electrón libre, y dicho electrón habrá dejado una vacante al romper el enlace covalente.

En los materiales tipo-P, las vacantes son los portadores de carga mayoritarios y determinan la conductividad eléctrica.

A temperatura ambiente, la influencia de impurezas sobre la resistividad es mucho más pronunciada para el silicio que para germanio.

El par electrón-vacante, producido por excitación térmica es más común para el germanio que para el silicio, debido a que la energía de la banda prohibida del germanio es menor que la del silicio.

También existen otros elementos que han sido utilizados como impurezas, tales como Oro, Zinc, Cadmio y otros átomos metálicos.

LA ACCION DE LA RADIACION IONIZANTE EN SEMICONDUCTORES

Al pasar una partícula cargada a través de un semiconductor deja a los átomos en un estado excitado, dando lugar a la producción de pares electrón-vacante, es decir, los ioniza.

La cantidad de energía liberada por la partícula primaria cargada que produce el par (electrón-vacante) se llama energía de ionización, representada por el símbolo ϵ . El valor de ϵ para el silicio o el germanio es del orden de 3 eV, que comparado con la energía de ionización para crear un par en los detectores de gas, que es del orden de 30 eV, es mucho menor.

El número de portadores de carga, que es 10 veces más grande en los semiconductores trae como consecuencia ventajas en la resolución de energía. Esto se debe a que las fluctuaciones en el número de portadores por pulso llega a ser una fracción pequeña del total, al ir aumentando el número de portadores de carga. A bajas energías, la resolución puede estar limitada por el ruido electrónico en el preamplificador, y la mayor cantidad de carga

por pulso dará una mejor razón señal/ruido. Se tienen grandes diferencias en la energía de ionización para iones pesados o fragmentos de fisión.

La energía de ionización también depende de la temperatura, por ejemplo para el silicio en nitrógeno líquido es del 3 % mayor que a la temperatura ambiente.

Las fluctuaciones de variación en el número de portadores de carga es importante debido a la relación con la resolución de la energía del detector, por lo que hay un factor de ajuste.

El factor de Fano es un factor de ajuste para relacionar la diferencia observada de la predicha por el modelo ó proceso de Poisson de los portadores de carga, es decir, si suponemos que la formación de portadores de carga siguen un modelo de Poisson, dicho factor es:

$$F = \frac{\text{diferencia estadística observada}}{E/\epsilon} \quad (1.7)$$

donde ϵ es la energía de ionización y E la energía

El factor se mide generalmente observando la resolución de la energía de un detector dado bajo condiciones en la cual otros factores adicionales a la energía del pico (tal como ruido) pueden ser eliminados.

SEMICONDUCTORES COMO DETECTORES DE RADIACION

Para poder coleccionar los portadores de carga comúnmente se utilizan electrodos no rectificables, a través del cual las cargas de uno u otro signo pueden fluir libremente. Dichos electrodos son llamados contactos óhmicos.

En lugar de que los electrodos estén coleccionando electrones o vacantes respectivamente, pueden los electrodos ser bloqueados para reducir la magnitud de la corriente a través del volumen del semiconductor.

El tipo más apropiado de contacto de bloqueo es la union de semiconductor P-n, ya que es difícil coleccionar los electrones del

lado P de la unión, debido a que las vacantes son los portadores mayoritarios y los electrones libres son relativamente escasos. Del otro lado los electrones son los portadores mayoritarios y las vacantes no pueden realmente ser colectadas.

Con el objeto de coleccionar eficientemente los portadores de carga de algún detector semiconductor, se aplica un voltaje a través del volumen activo, por lo que habrá una ampliación en la zona de depleción (polarización inversa).

Las fluctuaciones que ocurren en la corriente de escape ocasionará que pequeñas corrientes fluyan siguiendo un evento ionizante, lo cual representa fuentes de ruido en muchas situaciones.

Para obtener el semiconductor tipo n-P, al cristal tipo P se contamina al evaporar una impureza tipo n, la cual se ha difundido uniformemente sobre el cristal tipo P. Análogamente para el tipo P-n, solo que ahora el contaminante es tipo P.

El objetivo es lograr una carga espacial negativa en el lado P y una carga espacial positiva en el lado n de la unión.

La región sobre la cual existe una carga desbalanceada se llama región de depleción y se extiende en ambos lados de la unión P-n ó n-P. La carga neta en la región de la unión da lugar a una diferencia de potencial eléctrica a través de la unión. El valor del potencial ϕ en algún punto puede ser encontrado por la solución de la ecuación de Poisson, es decir:

$$\nabla^2 \phi = -\rho/\epsilon \quad (1.8)$$

donde ϵ es la constante eléctrica del medio y ρ la densidad de carga neta.

Para una diferencia en el potencial eléctrico, se tiene un campo eléctrico cuya magnitud está dado por:

$$\xi = -\text{grad } \phi \quad (1.9)$$

La región de depleción tiene la propiedad de ser un medio para la detección de radiación.

Los pares electrón-vacante que son creados en la región de depleción debido a la radiación incidente serán sacados de la región de depleción por medio del campo eléctrico, y su movimiento constituye una señal eléctrica.

El máximo campo eléctrico ocurrirá en el punto de transición entre el material tipo n y tipo P, y su magnitud estará dada por:

$$\xi_{\max} \cong 2V/d = [2VNe/\epsilon]^{1/2} \quad (1.10)$$

donde d = ancho de la zona de depleción;

N = es la concentración contaminante en el volumen del cristal;

V = voltaje aplicado;

ϵ = constante dieléctrica del medio;

por lo que el campo eléctrico ξ_{\max} se incrementa con el voltaje aplicado como \sqrt{V} .

CONFIGURACION DEL DETECTOR SEMI CONDUCTOR

Al evaporar un material tipo n en un cristal de material tipo P, la capa difundida tiene un espesor en el intervalo de 0.1 a 0.2 μm .

Debido a la diferencia de espesores del tipo n con respecto al tipo P, la región de depleción se carga al lado P de la unión. Por lo que, una buena parte de la capa superficial permanece fuera de la región de depleción y representa una capa muerta ó ventana a través de la cual la radiación incidente debe pasar antes de alcanzar la zona de depleción. Existen métodos para determinar su espesor.

Para evitar la desventaja de la capa muerta, los detectores de unión difusa pueden ser reemplazados en muchas aplicaciones por detectores de barrera superficial. Sin embargo, los detectores de unión difusa ofrecen algunas ventajas sobre los de barrera

superficial. Son algo más rígidos y un poco menos susceptibles al daño provocado por la radiación.

Detector de barrera superficial

El detector cuenta con un semiconductor tipo P-n, además de una capa delgada de Oro para contacto eléctrico, con pequeñas oxidaciones entre la capa de Oro y el Silicio.

La barrera superficial puede también ser producida por un cristal tipo P y evaporar aluminio para formar un contacto equivalente al tipo n. Contiene una capa muerta muy delgada.

Una desventaja es su sensibilidad a la luz, las ventanas de entrada son ópticamente transparentes, y los fotones que golpean la superficie del detector pueden alcanzar el volumen activo.

La energía de la luz visible es del orden de 2 a 4 eV, que es mayor que la energía de la banda prohibida de la mayor parte de los semiconductores, por lo que, al interactuar los fotones con el semiconductor pueden producirse pares (electrón-vacante), lo que ocasionaría un incremento en el ruido, pero esto se reduce significativamente al utilizar cámaras de vacío.

Los detectores de barrera superficial se hacen normalmente de cristales tipo n, con un voltaje positivo para polarizar inversamente la unión del semiconductor.

Las aplicaciones más comunes involucran la espectroscopia de partículas alfa y fragmentos de fisión, y la medición de las pérdidas de energía de partículas cargadas en detectores de transmisión.

Los de barrera superficial y detectores de unión difundida son algunas veces usados para la medición de partículas β y electrones rápidos.

CONFIGURACION DEL DETECTOR Si(Li) Y Ge(Li)

Los metales alcalinos como litio, sodio y potasio, tienden a formar donadores en el cristal de silicio o germanio.

De los elementos mencionados anteriormente, sólo el litio puede ser introducido en el cristal de silicio o germanio en una concentración suficiente que sirve como una impureza práctica.

Por ello, el detector de estado sólido de Silicio-Litio Si(Li), está formado por un cristal de silicio tipo P sobre el cual se contamina con impurezas de litio. Análogamente el detector de estado sólido de Ge(Li).

La configuración básica del detector de Silicio (Li) ó Germanio (Li) es como se observa en la figura (1-13).

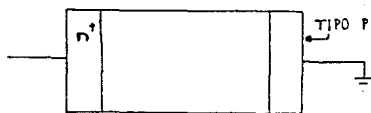


fig. (1-13) configuración del detector con impurezas de litio.

Al aplicar una diferencia de potencial al semiconductor, éste forma en su superficie una capa n^+ , la cual puede ser usada como un contacto eléctrico.

La región P se cubre a veces por una capa metálica, la cual actúa como contacto óhmico.

Los voltajes de polarización están entre 500 y 4000 V, a través de la región intrínseca de 5 a 10 mm de espesor.

Las diferentes formas geométricas de algunos detectores aparecen en la figura (1-14).

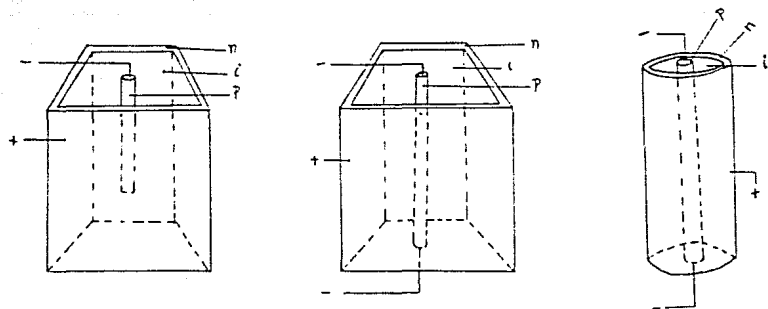


fig. (1-14) Geometría que presentan algunos detectores

Una de las características importantes de los detectores es la capa muerta, y se ha observado que la eficiencia de los detectores de Ge(Li) para rayos- γ de baja energía puede variar significativamente para cambios en el espesor de la capa muerta.

CARACTERÍSTICAS OPERACIONALES DEL DETECTOR Si(Li).

El cristal de silicio se mantiene a la temperatura del nitrógeno líquido (77 K) con el fin de reducir el ruido térmico y mantener estable el silicio, análogamente con el cristal de germanio.

El cristal de silicio está encerrado en un recipiente perfectamente sellado y al vacío, en contacto térmico con el nitrógeno líquido. Este está encerrado en un recipiente térmico del tipo dewar.

El tamaño y peso del recipiente (dewar) son mucho mayores que el propio detector, con el fin de que una vez instalado el sistema, este no debe ser movido ya que ocasionaría cambios significativos, en las mediciones una vez que dicho detector ha sido calibrado.

El recipiente que encierra al cristal tiene una ventana cuyo espesor puede llegar a ser muy significativo para mediciones de radiación poco penetrante.

El detector de silicio, así como el de germanio se caracterizan por su gran resolución de energía cuando es aplicado en espectroscopía.

Si comparamos el detector de Si(Li), Ge(Li), con un detector de centelleo como el Yoduro de Sodio activado con Talio, las mediciones obtenidas demuestran la superioridad del detector de Si(Li), Ge(Li) en su resolución de energía.

La resolución de energía de un sistema de detección depende normalmente de tres factores: la estadística inherente de los portadores de carga, las variaciones en la eficiencia de la colección de carga y las contribuciones del ruido electrónico.

CAPITULO 2

MÉTODOS PARA LA CALIBRACION DE DETECTORES Si(Li) Y Ge(Li)

Las diferentes aplicaciones de los detectores de Si(Li) y Ge(Li) a altas energías, pero sobre todo a bajas energías ($E < 100$ KeV) ha generado una gran demanda desde los inicios de los 70's por métodos para determinar con exactitud la curva de eficiencia de estos detectores. El principal problema surge en la región de bajas energías, ya que no se dispone, en la mayoría de los laboratorios de investigación, de fuentes radioactivas de baja energía, debido a su vida media corta.

Por ello, a continuación se muestra una revisión de los diferentes métodos de calibración de los detectores de Si(Li) y Ge(Li) realizada por diferentes investigadores.

Generalmente se tienen dos métodos para la calibración: uno, el método absoluto, y el otro, el método relativo. El método absoluto está basado sobre los parámetros físicos involucrados (es decir: secciones eficaces de ionización, producción de fluorescencia, coeficientes másicos de atenuación, etc.), mientras que el método relativo está basado en una comparación de los espectros de rayos-X obtenidos de muestras desconocidas y patrones con composición elemental bien definida, este último ya bien conocido y utilizado para análisis de muestras delgadas; sin embargo, este último muchas veces no se dispone de los parámetros apropiados que contengan los elementos de interés.

El método desarrollado a continuación incluye la forma de determinar los parámetros físicos para obtener la eficiencia de los detectores, y fue desarrollado por J.S. Hansen et al. [7].

El intervalo cubierto de energías de los fotones es de 3 a 100 KeV.

El procedimiento involucra tres pasos:

- 1.- La medición experimental precisa de la eficiencia absoluta con fuentes radioactivas calibradas emisoras de fotones.
- 2.- La determinación exacta de los parámetros requeridos para predecir del modelo físico teórico, la eficiencia absoluta de detección, tal como: distancia de la fuente al detector, espesor de la capa muerta de Silicio ó Germanio, profundidad sensible del detector (ó profundidad de agotamiento), área sensible del detector, geometría de la colimación, y colección de carga.
- 3.- Ajuste de los puntos experimentales con el modelo teórico.

La eficiencia de detección de un detector semiconductor de fotones (rayos-X) de energía E es:

$$\xi_E = \xi_R G(E) \quad (2.1)$$

donde el factor geométrico $G(E)$ es el ángulo sólido subtendido por la fuente (blanco) al detector, y ξ_R es:

$$\xi_R = \xi_a f_a f_{Au} f_d f_c \xi_e \quad (2.2)$$

donde

- ξ_a =eficiencia intrínseca del volumen sensible del detector.
- f_a =factor de corrección debido a la ventana de Berilio, aire, etc..
- f_{Au} =factor de corrección debido a la capa de Oro.
- f_d =factor de corrección debido al escape de rayos-X del volumen sensible de Silicio ó Germanio.
- f_c =factor de corrección por efectos de colimación.
- ξ_e =eficiencia de la colección de carga.

Como a altas energías se dan los procesos de producción de pares, efecto Compton, así como efecto fotoeléctrico, mientras que

a bajas energías predomina el efecto fotoeléctrico, la descripción del modelo de la eficiencia está dividida en dos regiones:

Para bajas energías, la sección eficaz fotoeléctrica $\sigma_{ph} > 10\sigma_{sc} = \text{sección eficaz Compton, sección eficaz de pares.}$ Para altas energías: $\sigma_{ph} < \sigma_{sc}$.

En la región de altas energías la eficiencia relativa se simplifica, es decir:

$$\xi_R \approx \xi_0 \xi_e. \quad (2.3)$$

Debido a la presencia de múltiples cuentas, la eficiencia intrínseca es:

$$\xi_0 = 1 - \exp(-\mu(E)d) \quad (2.4)$$

y el coeficiente de atenuación es: $\mu(E) = \mu_{ph}(E) + \alpha(E)\mu_c(E)$

donde

$\mu_{ph}(E)$ = coeficiente de atenuación fotoeléctrica.

$\mu_c(E)$ = coeficiente de atenuación Compton.

$\alpha(E)$ = probabilidad de que eventos Compton ocurran en el volumen sensible del detector.

d = profundidad sensible del detector.

Para bajas energías e incidencia normal, la eficiencia intrínseca del detector es:

$$\xi_0 = 1 - \exp(-\mu d) \quad (2.5)$$

donde μ es el coeficiente de atenuación total.

El factor de corrección debido a la atenuación entre la fuente y el detector, excluyendo la auto-absorción, es:

$$f_a = \exp\left[\sum_i (-\mu_i X_i)\right] \quad (2.6)$$

donde μ_i = coeficiente de atenuación del i -ésimo elemento.

X_i = espesor del i -ésimo atenuador colocado entre la fuente y el detector.

El cálculo de la distancia de la fuente al detector, puede realizarse de dos formas:

- Mediando directamente.
- Sabiendo que el ángulo sólido es inversamente proporcional al cuadrado de la distancia del detector a la fuente, donde se supone que la fuente es puntual, por lo cual se toma una razón de cuentas de una determinada línea de baja energía para varias distancias de la fuente a la ventana de Berilio.

Para obtener el espesor de la ventana de Berilio, es posible usar la especificación del fabricante.

El espesor de la capa de Oro se puede tomar de los datos proporcionados por el fabricante, ó bien determinando dicho espesor a partir de los rayos-X de las líneas L del Oro, es decir, de la siguiente ecuación:

$$X_{Au} = (2CL_{\alpha} \xi_{\gamma} / \omega_3 f_L \xi_{L_{\alpha}} C_{\gamma}) [\mu_1 (f_{13} + f_{12,23}) + \mu_2 f_{23} + \mu_3]^{-1} \quad (2.7)$$

donde CL_{α} y C_{γ} son el número (cuentas) de rayos-X de las líneas L_{α} del Oro y de los fotones excitados, respectivamente.

$\xi_{L_{\alpha}}$ = eficiencia intrínseca correspondiente a la línea L_{α} del Oro.

ξ_{γ} = eficiencia intrínseca correspondiente a los fotones excitadores (rayos- γ).

μ_1 = coeficiente de atenuación de la subcapa L_1 del Oro.

μ_2 = coeficiente de atenuación de la subcapa L_2 del Oro.

μ_3 = coeficiente de atenuación de la subcapa L_3 del Oro.

f_{13} , f_{12} , y f_{23} son la producción de Coster-Kronig, cuyos valores son 0.56, 0.14 y 0.17 respectivamente, para el Oro [9].

ω_3 = producción de fluorescencia de la subcapa L_3 del Oro, y cuyo valor es: $\omega_3 = 0.13$ [9].

$f_{L_{\alpha}} \approx 0.8$ es la razón de la intensidad de las transiciones de los rayos-X de la línea L_{α} y la suma de todas las transiciones de los rayos-X de la línea L_{β} .

En la ecuación (2.7) se supone que la mitad de los rayos-X excitados correspondientes a la línea L_{α} son emitidos hacia el detector.

Para determinar el espesor de la capa muerta del germanio ó silicio se utiliza:

$$X_{\alpha} \approx 0.5 \left(\frac{2C_k \xi_{\gamma}}{C_{\gamma} \xi_k \mu_k \omega_k} \right) \quad (2.8)$$

donde C_k/C_{γ} es la razón de los rayos-X de la línea k del germanio ó silicio y los fotones obtenidos de la excitación.

μ_k = coeficiente de atenuación de la capa k para fotones obtenidos de la excitación.

ω_k = producción de fluorescencia de la capa k.

ξ_k/ξ_{γ} = razón de eficiencias intrínsecas de la capa k (Ge ó Si) y fotones obtenidos de la excitación.

El factor de corrección de escape de los rayos-X (línea k) que pasan al lado del detector o cerca del detector (rayos-X no detectados) está dado por [7]:

$$1 - f_e = \left(\mu(k) \omega_k / 2\mu_{\gamma} \right) \left(k_{\alpha} [1 + (\mu k_{\alpha} / \mu_{\gamma}) \ln(\mu k_{\alpha} / (\mu k_{\alpha} + \mu_{\gamma}))] + k_{\beta} [1 + (\mu k_{\beta} / \mu_{\gamma}) (\mu k_{\beta} / (\mu k_{\beta} + \mu_{\gamma}))] \right) \quad (2.9)$$

donde $\mu(k)$ y μ_{γ} = coeficiente de atenuación total y fotoeléctrica de la línea k para fotones incidentes.

k_{α} , k_{β} = fracción de escape de rayos-X de los grupos k_{α} y k_{β} respectivamente.

El factor de corrección debido al colimador que reduce el haz de fotones a un diámetro menor que la del área sensible del detector, se puede calcular como:

$$f_c = 1 + (r'_A / r_A) (G' / G) \exp(-\mu_c X_c) \quad (2.10)$$

donde X_c es el espesor del colimador y μ_c el coeficiente de atenuación del material.

Para obtener el ángulo sólido (factor geométrico) subtendido por una fuente puntual a distancia r del detector (a =radio del detector), se utiliza la siguiente expresión:

$$G(E) = 0.5 \left(1 - \frac{[r + Z(E)] \{ [r + Z(E)]^2 + a^2 \}^{-1/2}}{[r + Z(E)]^2 + a^2} \right) \quad (2.11)$$

donde $Z(E)$ = profundidad de interacción por fotones de energía E .

Si $r \gg a$, $Z(E)$ es aproximadamente:

$$Z(E) = \left[\frac{1 - \exp(-\mu d)}{\mu d + 1} \right] / \mu \left(1 - \exp(-\mu d) \right) \quad (2.12)$$

donde μ es el coeficiente de atenuación total (en Ge ó Si) y d el espesor del detector.

Para determinar la profundidad sensible ó de agotamiento del detector se seleccionan fuentes radioactivas que proporcionen líneas de baja y alta energía simultáneamente, tales como el ^{203}Hg y el ^{57}Co , con el objeto de evitar posibles errores al intercambiar las fuentes radioactivas.

La profundidad de agotamiento para muy bajas y muy altas energías puede ser calculada con éxito por la siguiente expresión [7] :

$$d' = \frac{2(r_f - r_c) \left[\left(\frac{CL(C)}{CL(F)} \right)^{1/2} - \left(\frac{CH(C)}{CH(F)} \right)^{1/2} \right]}{1 - \left(\frac{CL(C)}{CL(F)} \right)^{1/2} \left(1 - \left(\frac{CH(C)}{CH(F)} \right)^{1/2} \right)} \quad (2.13)$$

donde r_f y r_c = distancia de alejamiento y acercamiento.

CL = razón de cuentas para bajas energías.

CH = razón de cuentas para altas energías.

Los argumentos de CL y CH se refiere a la posición de alejamiento (F) y acercamiento (C) para la cual las razones de cuentas fueron medidas.

Sin embargo, como se mencionó, la ecuación (2.13) es utilizada en el límite de la energía (muy baja y muy alta), por lo que se puede determinar la profundidad de agotamiento (ó sensible) también, por la siguiente expresión:

$$0.5d' = \frac{1 - \exp(-\mu_H d)(1 + \mu_H d)}{\mu_H [1 - \exp(-\mu_H d)]} - \frac{1 - \exp(-\mu_L d)(1 + \mu_L d)}{\mu_L [1 - \exp(-\mu_L d)]} \quad (2.14)$$

donde μ_H es el coeficiente de atenuación lineal para fotones de alta energía, y μ_L el coeficiente de atenuación lineal para fotones de baja energía.

Para determinar el área sensible del detector (Ge(Li), Si(Li)) se realiza un barrido del detector por medio de un haz de fotones finamente colimado. El haz de fotones puede ser obtenido como lo realizan Hansen et al. [7] de la mezcla de las fuentes de ^{132}Ce y ^{57}Co , cuyo diámetro es ligeramente mayor que la abertura del colimador. El colimador es de 1.1 cm de espesor con una abertura de 0.034 mm de diámetro colocado sobre una platina de microscopio con vernier. El colimador se sitúa a una distancia de 1 cm del detector.

El arreglo experimental se muestra en la figura (2-1).

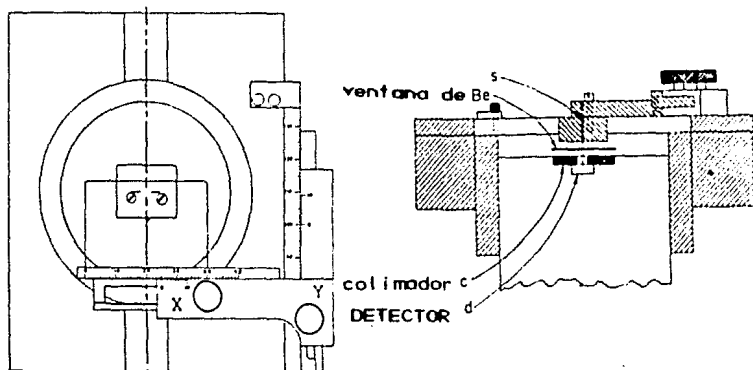


fig. (2-1) Diagrama del arreglo experimental

El diámetro de la superficie del detector obtenido con la exploración concuerda, dentro de la incertidumbre, con la especificación proporcionada por el fabricante.

Una estimación del espesor del área sensible del detector es obtenida de la tasa de conteo al ir barriendo la superficie del detector. La tasa de conteo obtenida de las líneas del ^{57}Co de 122 KeV para altas energías, y para bajas energías del ^{137}Cs correspondiente a rayos-X de la línea k de 33,2 KeV.

La exploración del detector demuestra que en la parte central del área sensible del detector las cuentas (fotones detectados) son prácticamente constantes y caen abruptamente llegando a la orilla del detector, y puede ser debido a la capa muerta [7].

Eficiencia de la colección de carga

aproximada

Un típico espectro de Si(Li) ó Ge(Li) consiste de un pico en forma Gaussiana y una cola de baja energía tendiendo a cero.

Los pulsos correspondientes a la cola provienen de la lenta o incompleta colección de carga de ciertas regiones del detector. Para un detector, la razón cola/pico (tail/peak) es una función del voltaje de polarización y la constante de tiempo del amplificador; ambos parámetros se incrementan hasta alcanzar un valor mínimo de saturación [10]. Dicho valor es diferente para cada detector, y es también una función de la energía de los fotones.

Es difícil hacer mediciones exactas ($< \pm 20\%$) [7] de la razón cola/pico, debido a la presencia en la región de baja energía de la dispersión Compton de rayos- γ de alta energía, generalmente presentes en alguna fuente de fotones de baja energía.

Figura 1

Los resultados obtenidos por algunos detectores, usando rayos-X de energías de 5.9, 10.5, 14.2 y 24.2 keV de fuentes de ^{55}Fe , ^{75}Se , ^{88}Y y ^{119}Sn respectivamente aparecen en una tabla proporcionada por Hansen et al. [7].

En el estudio de los detectores de Si(Li) y Ge(Li), se observan disminuciones e incrementos de la razón cola/pico en determinadas regiones de energía de los fotones, que probablemente se debe a la no uniformidad de la profundidad de interacción de los fotones.

Para los detectores estudiados por Hansen et al. [7] arriba de 25 keV, es difícil distinguir la disminución de la cola de la distribución Compton. Arriba de los 80 keV la distribución consiste de una joroba ancha cerca del pico (debido a la detección de fotones que han sido sacados fuera del detector (dispersión Compton) y otro a baja energía (debido a la detección de electrones Compton con el escape del fotón dispersado). Arriba de los 100 keV los eventos de interacción llegan a ser prácticamente uniformes, aún el escape de electrones que pueden contribuir a la cola.

El siguiente método de calibración es una extensión del trabajo desarrollado por Hansen et al. [7] para calibrar un detector de Si(Li) en el intervalo de energías de los fotones de [7].

Para llevar a cabo la calibración se utilizan fuentes radiactivas calibradas, que pueden ser obtenidas por evaporación de soluciones radiactivas para disminuir la autoabsorción.

La eficiencia ξ del detector semiconductor es tomada de la expresión (2.1) de Hansen et al. [7], donde se le agregó el factor de corrección f_R , debido a que se considera una dependencia radial de la eficiencia, es decir:

$$\xi = \xi_0 f_g(E) f_R \quad (2.15)$$

donde f_R = factor de corrección debido a una dependencia radial de la eficiencia.

Para la obtención de los factores de corrección se pueden utilizar las expresiones que aparecen en el método de Hansen et al. [7], excepto el f_R , no incluido por estos autores.

Sin embargo, en este método el factor geométrico $f_g(E)$, así como el espesor de la capa muerta, son determinados por los investigadores [11] con las siguientes expresiones:

El factor de corrección geométrica $f_g(E)$ para una fuente puntual es :

$$f_g(E) = (1 + Z/d)^2 \quad (2.16)$$

donde d = distancia del detector a la fuente.

Z = profundidad de interacción de los fotones de energía E .

Sin embargo cuando se consideran fuentes no puntuales, y distancia del detector a la fuente del orden del diámetro del detector, entonces el factor geométrico está dado como:

$$f_g(E) = \frac{2}{X} [1 - 1/(1+X)^{1/2}] \quad (2.17)$$

donde $X = r_s/d^2$ y r_s es el radio de la fuente.

Para detectores de Si(Li) cuyo diámetro es de ~ 10 mm atrás de la ventana de Berilio, se hace posible colocar una fuente radioactiva a $d=10$ mm, sin embargo el diámetro de la fuente es de ~ 8 mm dando una incertidumbre en el factor de corrección de 11 %. Para compensar la diferencia, el factor de corrección utilizado es:

$$f_g(E) = \frac{2}{X} [1 - 1/(1+X)^{1/2}] [1 + Z/d]^2 \quad (2.18)$$

donde $X = r_s^2 / (d+Z)^2$.

La colección de carga incompleta la atribuye: [11] a la capa muerta del detector, ya que algunos electrones, formados en el punto de interacción de los fotones con el semiconductor, se difunden a la superficie donde son perdidos antes de que sean removidos por el campo eléctrico aplicado.

Para calcular el espesor de la capa muerta se puede utilizar la siguiente expresión:

$$X_{si} = R T m / e v_e \quad (2.19)$$

donde R=constante de los gases

T=temperatura en K

e=carga electrónica

m=movilidad de los electrones

v_e =velocidad de los electrones al ser aplicado el campo eléctrico.

Para el silicio a 77 K, la $m \approx 4 \times 10^4 \text{ cm}^2 \text{ s}^{-1}$ y $v_e \approx 10^7 \text{ cm s}^{-1}$, obteniéndose un espesor del Si de: $X_{si} \approx 0.28 \text{ } \mu\text{m}$, mientras que la especificación del fabricante fue de $X_{si} = 0.1 \text{ } \mu\text{m}$.

El factor de corrección debido a la capa muerta es calculada con la expresión (2.6) y utilizando la referencia [12], obteniéndose:

$$f_d = \exp[-4.830 X_{si} E^{-2.70}] \text{ para } E > 1.838 \text{ keV} \quad (2.20)$$

$$f_d = \exp[-0.3631 X_{si} E^{-2.02}] \text{ para } 0.2 < E < 1.838 \text{ keV} \quad (2.21)$$

Otra de las consideraciones importantes es la distancia de la superficie del detector a la ventana de Berilio, y que puede ser calculada como el inverso del cuadrado de la distancia. Usando una fuente de ^{241}Am cuya distancia del detector a la fuente es conocida y variada, entonces la raíz cuadrada del número de eventos (cuentas) en el detector, es graficada como función de la distancia, y mediante un ajuste por mínimos cuadrados se obtiene la distancia buscada. En este caso fue de $7.1 \pm 0.2 \text{ mm}$, mientras que la distancia especificada por el fabricante es de 7.0 mm.

Diferentes investigadores tales como Richard et al. [13], Campbell y McNelles [14], y otras, han observado que la capa muerta de los detectores Si(Li) y Ge(Li) no tienen una capa uniforme sino que el área central activa está rodeada por una

delgado capa muerta cuyo espesor se incrementa rápida y radialmente desde el centro del semiconductor. Por ello, en el presente método es tomado en cuenta y calculado.

Determinación de la eficiencia radial.

Kushelevski y Alfassi [15] encontraron que la dependencia de la eficiencia sobre la distancia radial se puede aproximar como:

$$\xi(r) = \xi_0 \exp(-a r^2) \quad (2.22)$$

donde ξ_0 = eficiencia en el centro del detector

a = constante característica del detector y de la energía del rayo- γ .

Encontraron que a es una función del Inverso de la energía de los rayos-X.

El factor de corrección está dado como:

$$f_R = \frac{1}{r} \int_0^1 \exp(-a t^2) dt \quad (2.23)$$

Con todos los factores ya obtenidos, se determina la eficiencia teórica ξ del sistema de detección.

Para determinar la eficiencia experimental del detector se utiliza la siguiente relación:

[11]

$$\xi_{exp} = 4 \pi N_E / (\Omega_0 T R P_E) \quad (2.24)$$

donde N_E = número de cuentas bajo el pico

T = tiempo de conteo

R = tasa de desintegración

P_E = número de fotones de energía E emitidos por decaimiento.

$$\Omega_0 = \pi r^2 / (d + Z)^2 \quad (2.25)$$

donde r = radio del detector, y d = distancia de la superficie del

detector a la fuente.

Los resultados de la eficiencia experimental, así como la eficiencia teórica absoluta obtenida de la ecuación (2.15) aparece en la figura (2-2).

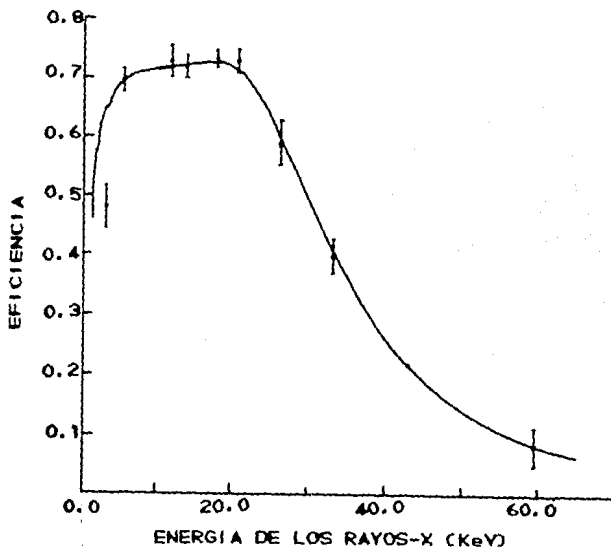


fig.(2-2) La curva continua es ajustado a los datos experimentales usando la ecuación (2.15), y con los parámetros: $r=4$ mm, $d=64$ mm, $X_{Au}=0.02$ μ m, $D=4.4$ mm y $fR=0.720$.

Como se observa de la gráfica obtenida, uno de los resultados experimentales para baja energía no coincide con la eficiencia teórica, por lo que el investigador [11] realiza cambios en determinados parámetros para ver cómo cambia la curva de eficiencia. Dicha curva se presenta en la figura (2-3).

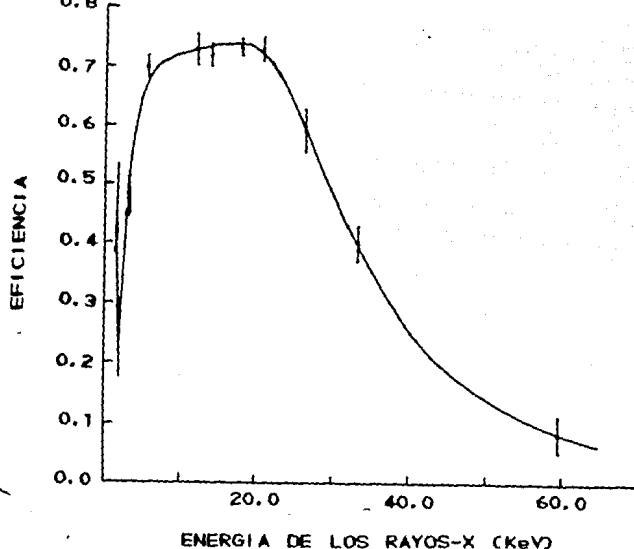


fig. (2-3) cambiando solo: $X_{Si}=1.55 \mu m$,
 $D=3.89 mm$ y $FR=0.73d$.

Con esto resalta la importancia de conocer con exactitud los parámetros involucrados en la calibración, pues como puede verse de las gráficas, hay cambios significativos.

El siguiente método está basado en el modelo propuesto por Hansen et al. [7] y Campbell and McNells [16]. Pero para determinar la calibración teórica y experimental del detector de Si(Li) se utiliza en éste, la técnica PIXE (Emisión de Rayos-X Inducidos por Partículas), así como fuentes radioactivas, como las utilizadas por los investigadores [17] para la calibración (^{55}Fe y ^{57}Co), las cuales se pueden recalibrar por medio de retrodispersión de Rutherford (RBS) [18]. Es decir, no sólo se están utilizando fuentes radioactivas, como en los métodos mencionados anteriormente.

En este método para llevar a cabo la calibración se considera la energía del haz incidente, la integración de corriente del haz, ángulo sólido, el espesor de los diferentes atenuadores (Be, Au, Capa muerta).

La relación empleada para calcular la eficiencia es:

$$\xi = (\Omega / 4 \pi) \xi_R \quad (2.26)$$

donde ξ_R es tomado de la ecuación (2.2), sin embargo, el factor ξ (eficiencia de la colección de carga del volumen sensible) se supone constante e igual a 0.948 para la región de 1-30 keV.

f_d = factor de corrección debido al escape de rayos-X de la línea k del silicio, que para energías de los rayos-X abajo de la orilla de absorción del silicio (1.83 keV) es igual a uno, mientras que para energías mayores a la orilla de absorción ($E_x > 1.83$) puede ser calculado por medio de la relación (2.27), [19], es decir no se emplea la expresión (2.9) debido a que la expresión (2.27) se considera más simple de usar [17].

Factor de corrección debido al escape de rayos-X:

$$f_d = 1 - 0.5 \omega_k (1 - 1/r) [1 - (\mu_k/\mu) \ln(1 + (\mu/\mu_k))] \quad (2.27)$$

donde ω_k = producción de fluorescencia de la línea k del silicio.

r = razón de salto de absorción de capa k de Si.

μ, μ_k = coeficientes de atenuación lineal de silicio para rayos-X incidentes y de la línea k del silicio respectivamente.

FACTORES TEORICOS DE CALIBRACION Y SECCIONES EFICACES DE IONIZACION.

En el análisis de la emisión de rayos-X inducidos por protones (sobre blancos delgados), el número de cuentas detectadas en el pico $k\alpha$ de un elemento ($Y(k\alpha)$), está relacionado con el espesor másico del elemento (en $\mu\text{g cm}^{-2}$) de la siguiente fórmula:

$$Y(k\alpha) = 6.241 \times 10^6 \frac{Q_t}{\cos \theta} \cdot \frac{N_A}{M} \sigma_x(k\alpha) (\Omega/4 \pi) \xi_R T \quad (2.28)$$

donde Q =carga acumulada en μC .

θ =ángulo entre la normal del blanco y la dirección del haz.

N_A =número de Avogadro (0.6022×10^{24}).

M =peso atómico del elemento.

$\sigma_x(k\alpha)$ =sección eficaz de la producción de rayos-X de la línea $k\alpha$ (en cm^2).

Ω =ángulo sólido (en ester-radianes (sr)) del detector subtendida por el blanco.

ϵ_R =eficiencia relativa del detector Si(Li) correspondiente a la energía de las líneas $k\alpha$.

T =factor de transmisión a través de los absorbedores que se encuentran entre el blanco y el detector.

Si el factor de calibración o sensibilidad $R(k\alpha)$ es expresado en cuentas por μC y por $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ para un detector sin absorbedores externos, entonces:

$$R(k\alpha) = Y(k\alpha) / QtT \quad (2.29)$$

es decir

$$R(k\alpha) = 6.241 \times 10^5 \frac{N_A}{M \cos \theta} \sigma_x(k\alpha) (\Omega/4\pi) \epsilon_R \quad (2.30)$$

donde $\sigma_x(k\alpha) = \sigma_{\text{ion}} k(k\alpha)$

$\sigma_{\text{ion}} = \sigma_{\text{cpssR}}$ =sección eficaz de ionización de la línea $k\alpha$ en la cual se pueden utilizar los cálculos de Scofield [21].

Para determinar el espesor de la capa de Oro y la capa muerta del silicio ha sido descrita por varios autores [7,16,22,23].

La curva de eficiencia obtenida aparece en la figura (2-4).

Como se observa de la figura (2-4), la diferencia en las eficiencias es notable para bajas energías, donde es importante la cola no-Gaussiana.

De los resultados teóricos y experimentales obtenidos por los investigadores [17], se observa que los factores utilizados en las correcciones para obtener la eficiencia cambia notablemente para bajas energías, por lo que algunos datos son tomados de

diferentes autores y que se consideran más exactos, ó mejor dicho que coinciden mejor con sus valores experimentales como es recalcado en el artículo [17].

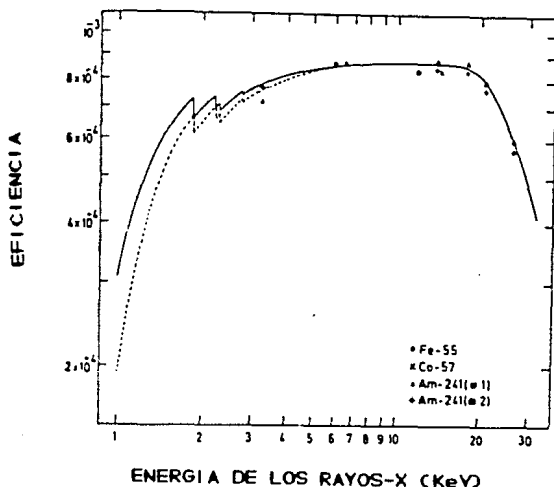


fig. (2-4) curva de eficiencia obtenida con PIXE. Las curvas fueron obtenidas usando las ecuaciones (2.26) y (2.27), y tomando $\Omega=11.55$ mas, $D_{Si}=0.1 \mu m$, $D_{Si}^2=2$ mm y $E_s=0.948$. La curva continua obtenida con $D_{Be}=8 \mu m$, $D_{Au}=16$ nm; la curva punteada con $D_{Be}=12 \mu m$ y $D_{Au}=20$ nm (valores nominales). Los símbolos \bullet , \times , Δ y $+$ indican puntos experimentales usando fuentes calibradas.

Los factores utilizados en la calibración tienen un error del 2 al 3 % para elementos con número atómico menor tales como Na o Ca.

Los valores de los atenuadores resultaron más bajos que los proporcionados por el fabricante, haciéndose notar que cambia notablemente la curva de calibración, sobre todo para bajas energías.

El siguiente método de calibración está basado en el modelo de Hansen et al. [7] y en investigaciones realizadas por Cohen [11], en el intervalo de energías de 3-40 keV [24].

En este método se ha agregado un factor de corrección debido a una capa de hielo sobre la superficie del detector, que se ha considerado en consecuencia a estudios realizados por Cohen [11] sobre dicha capa.

La eficiencia absoluta es entonces:

$$\xi = K \exp\left[-\sum_1^5 \mu_i d_i\right] f_d \xi_0 \quad (2.31)$$

donde f_d y ξ_0 ya han sido descritas anteriormente, la i denota los diferentes atenuadores y d_i = espesor de los atenuadores.

Los atenuadores considerados son: ventana de Berilio, capa de Oro, capa muerta de Silicio y la capa de hielo.

A continuación se muestra un diagrama de la geometría, ver figura (2-5).

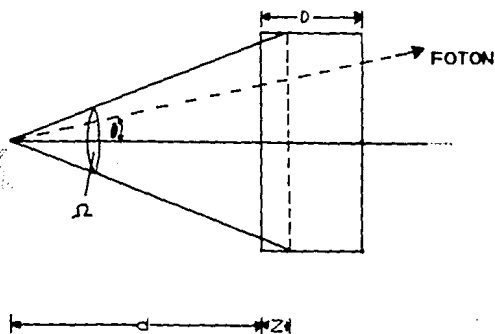


fig. (2-5) geometría formada por el detector y la fuente

Si la fuente es no puntual, para el factor de corrección del ángulo sólido puede ser usada la ecuación (2.17), (mencionada anteriormente.)

En la expresión (2.31) se supone que la eficiencia de la colección de carga es del 100 % en la región central del detector,

mas allá de la capa muerta. Se supone que el espesor D es uniforme a través del detector.

El método anteriormente citado es puesto en práctica por los investigadores J. L. Campbell y P. L. Mcghee[24].

La posición precisa del cristal de silicio dentro de su criostato y su diámetro vertical y horizontal fueron determinados por barrido radial y axial de un haz finamente colimado de fotones de 5.9 keV provenientes de una fuente de ^{55}Fe .

El área del detector fue de $25.7 \pm 0.5 \text{ mm}^2$ con una respuesta uniforme a los fotones de 5.9 keV, y cayendo agudamente a cero en los extremos del detector.

El espesor de la ventana de Berilio se determinó por mediciones de atenuación utilizando un haz colimado de fotones de ^{55}Fe , obteniéndose el valor de la ventana de Berilio de $(2.46 \pm 0.38) \times 10^{-3} \text{ cm}$ que concuerda con el valor de $2.7 \times 10^{-3} \text{ cm}$ designada por el fabricante.

Los Investigadores [24] tratan dos capas muertas de silicio, una con cero y una con colección de carga incompleta, la primera se determina por medio de la fluorescencia de rayos-X de la línea k del silicio por fotones de baja energía. En este caso utilizaron los rayos-x de la línea k del escandio, provenientes del cristal monocromador, mientras que el segundo es estimado de la razón cola/pico de líneas monoenergéticas [25], cuyo valor obtenido del espesor fue de 0.25 μm .

Las fuentes utilizadas las prepararon por evaporación de material radioactivo, así como preparadas con gotitas depositadas.

De acuerdo a los resultados obtenidos y utilizando diferentes valores sobre los espesores de los atenuadores, se realizan tres ajustes por mínimos cuadrados no lineales, demostrándose que es importante conocer con exactitud los espesores de los atenuadores sobre todo para la región de 2 a 6 keV (baja energía). En la figura 2-6 se puede observar la curva de calibración obtenida, y en la figura (2-7) para la región de baja energía.

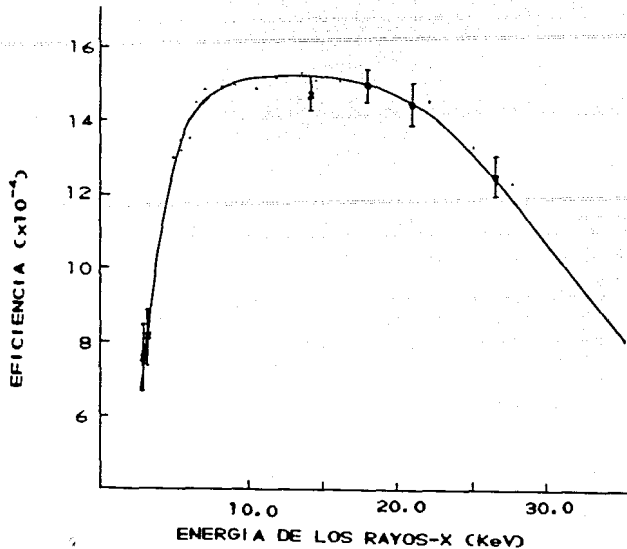


fig. 2-6 Eficiencia absoluta del detector Si(Li). Las cruces corresponden a los datos de la fuente de ^{241}Am . La línea continua es el ajuste No. 1 a el modelo en el cual se incluye la capa de hielo.

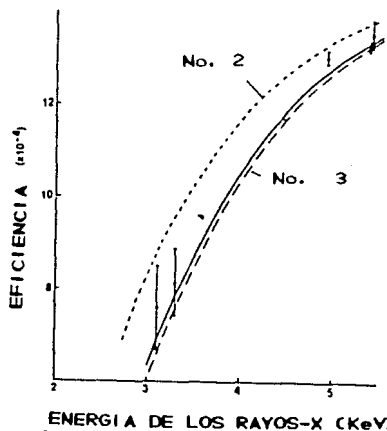


fig. (2-7) La línea punteada corresponde al ajuste No. 2 en el que se considera que el espesor de la capa de hielo es cero. La línea No. 3 corresponde al tercer ajuste, usando una capa de hielo y con los isotopos: ^{109}Cd , ^{54}Mn , ^{65}Zn y ^{133}Ba .

Como se puede observar, se obtienen mejores resultados con fuentes radioactivas obtenidas por evaporación debido a la disminución de la auto-absorción, lo cual ya había sido puesto en evidencia por otros investigadores.

El siguiente método cubre un intervalo de energías de 3 a 140 keV, el cual fue desarrollado y aplicado por los investigadores William J. Gallagher y Sam J. Cipolla [26].

El procedimiento seguido para obtener la curva de calibración es mediante un modelo matemático ajustado a la eficiencia medida vs la energía de los fotones, es decir, la eficiencia de detección está dada como una función analítica de la energía de los fotones, la cual puede ser calculada, en lugar de ser leída de una gráfica o interpolada por los datos.

Para la obtención de la curva de calibración se utilizan fuentes emisoras de fotones, tales como las utilizadas por los investigadores [26], es decir: ^{57}Co , ^{65}Zn , ^{137}Cs y ^{241}Am . Las primeras tres preparadas por evaporación de gota sobre un pedazo de mylar de 0.49 mg/cm^2 y cubierta con mylar del mismo espesor. Dichas fuentes calibradas por medio de un detector de Yoduro de sodio activado con tallo NaI(Tl) , mientras que la fuente de ^{241}Am fue adquirida comercialmente, dicha fuente depositada sobre platino sin ser cubierta, y con una actividad especificada por el fabricante de $0.082 \mu\text{Ci} \pm 2\%$.

Debido a la cubierta de mylar, se tiene un factor de corrección por los fotones atenuados en dicha cubierta; el factor de corrección es:

$$f = \exp(-\mu t \sqrt{2}) \quad (2.32)$$

donde μ = coeficiente de absorción másico del mylar.

t = espesor del mylar.

el factor $\sqrt{2}$ aparece debido a la geometría que se presenta entre la fuente radioactiva y el detector de Si(Li) .

Para energías mayores de 20 KeV el factor de corrección f es prácticamente uno.

A continuación se muestra un diagrama a bloques de la configuración experimental, ver figura (2-8).

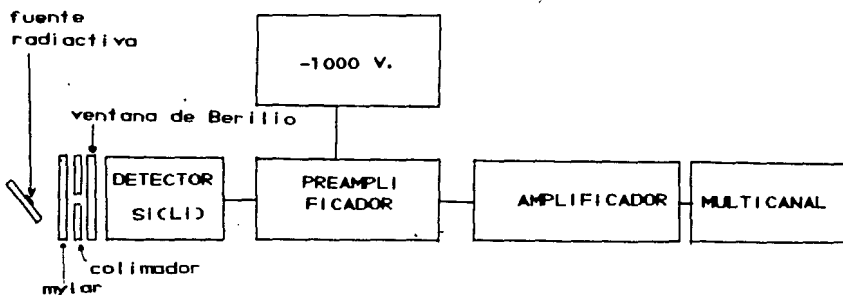


fig (2-8) Diagrama a bloques del arreglo experimental.

Para obtener la eficiencia de detección se utiliza la siguiente ecuación:

$$\epsilon = \frac{N_m/t}{N_e/t} \quad (2.33)$$

donde $N_e/t = A_0 I f \exp(-0.693 T/T_{1/2})$

N_m =número de rayos-X de una energía E dada. Puede ser determinado por integración numérica.

N_m/t =número de rayos-X registrados por unidad de tiempo.

N_e/t =el total de rayos-X emitidos por la fuente radioactiva.

A_0 =actividad calibrada de la fuente.

f =factor de corrección.

T =tiempo transcurrido desde que se calibró la fuente radioactiva hasta el momento en que fueron tomadas las mediciones para la obtención de la eficiencia.

$T_{1/2}$ =vida media de la fuente.

I = intensidad relativa ó fotones por decaimiento.

Para obtener la curva de eficiencia teórica, se emplea una función analítica. La eficiencia está, entonces, en función de la energía de los fotones.

La eficiencia se calcula por:

$$\xi = \Omega \exp(-\mu_B t_B - \mu_S t_S) [1 - \exp(-\mu_{sp} t_{as})] \quad (2.34)$$

dicha ecuación fue introducida por Wood et al. [27]

donde Ω =ángulo sólido subtendido por el detector,

t_B =espesor de la ventana de Berilio,

t_S =espesor de la capa muerta de silicio,

t_{as} =profundidad activa,

μ_B =coeficiente másico de absorción del Berilio,

μ_S =coeficiente másico de absorción del Silicio,

μ_{sp} =coeficiente másico de absorción fotoeléctrica del Silicio.

Wood et al. [27] obtienen los coeficientes de absorción másicos para los atenuadores mencionados con la siguiente expresión:

$$\mu = \exp[A + B \ln E + C (\ln E)^2] \quad (2.35)$$

donde A, B, C son obtenidos mediante una serie de ajustes y valores tabulados de μ [8].

Si se utiliza la ecuación (2.34) para calcular la eficiencia, se necesita agregarle términos adicionales, debido a la capa de mylar y la capa de Oro del detector, por lo que se necesitarían realizar cinco ajustes para determinar los coeficientes de absorción y determinar cuatro parámetros (espesores) que describirían sobre todo el comportamiento de la curva de eficiencia a bajas energías.

Por ello, para obtener la curva de eficiencia se puede emplear un método más simple, y que es utilizado por los investigadores Gallagher y Cipolla [26].

Dicho método se describe a continuación.

El uso de la aproximación de Born para fotones con energías de al menos varias veces mayor que la energía de ligadura de los electrones y mucho menor que la energía de masa en reposo de los electrones, muestra [28] que la sección eficaz es proporcional a $E^{-3.5}$. Suposiciones menos estrictas muestran que la energía de los fotones es al menos dos veces la energía de ligadura de los electrones. Esto sugiere que la ecuación (2.34) puede ser simplificada escribiendo $B=-3.5$. Del estudio de secciones eficaces totales basados sobre datos experimentales, se muestra que una buena aproximación es cuando μ a E^B , con $B \approx -2.9$ arriba de las orillas de absorción de los elementos ligeros (Be, Si y mylar (H, C, O)).

Si se supone que las B's son la misma para todos los atenuadores (Be, Si y Mylar), la ecuación (2.34) puede ser expresada explícitamente como:

$$\xi = \mu \exp(\alpha E^\beta) [1 - \exp(-\gamma/E^\delta)] \quad (2.36)$$

donde α representa la atenuación másica de los atenuadores de bajo número atómico (Be, Si, Mylar (H, C, O)).

E = energía del fotón.

$1 - \exp(-\gamma/E^\delta)$ = absorción en la región sensible del detector.

Durante la obtención de las mediciones para la calibración pueden existir pequeñas variaciones en la posición relativa de la fuente a el detector, que daría lugar a efectos significativos en el número de cuentas obtenidas (rayos-X), por lo que Campbell y McNellis [14] introdujeron términos adicionales a la ecuación (2.36).

Entonces la ecuación ajustada a los datos toma la forma:

$$\xi_i = \Omega \exp(\alpha E_i^\beta) (1 - \exp(\gamma/E_i^\delta)) (1 + aX_{1i} + bX_{2i} + cX_{3i}) + r_i \quad (2.37)$$

para cada energía E_i discreta.

donde $X_{1i} = 1$ si el punto experimental i es del ^{137}Cs , y cero si no lo es.

$X_{2i} = 1$ si el punto experimental i es de rayos-X ó rayos- γ de baja energía del ^{57}Co , y cero si no lo es.

$X_{3i} = 1$ si el punto experimental es del rayo- γ de alta energía del ^{57}Co , y cero si no lo es.

r_i = error aleatorio asociado con la medida de la ξ_i .

a , b y c son parámetros de normalización.

Para las otras fuentes utilizadas, tales como el ^{241}Am , no fue corregida por los términos adicionales citados, debido a que la construcción de la fuente le permitía una buena colocación.

La ecuación (2.37), es entonces:

$$\xi_i' = \frac{\xi_i}{1 + aX_{1i} + bX_{2i} + cX_{3i}} \quad (2.38)$$

Los parámetros Ω , α , β , γ , a , b y c pueden ser calculados por un ajuste.

Para ajustar el modelo se puede utilizar el algoritmo de mínimos cuadrados no lineales de Marquardt [29,30].

La curva de eficiencia de un detector de Si(Li) de 3 mm x 30 mm² obtenida de la ecuación (2.36) y (2.38) aparece en la figura (2-9).

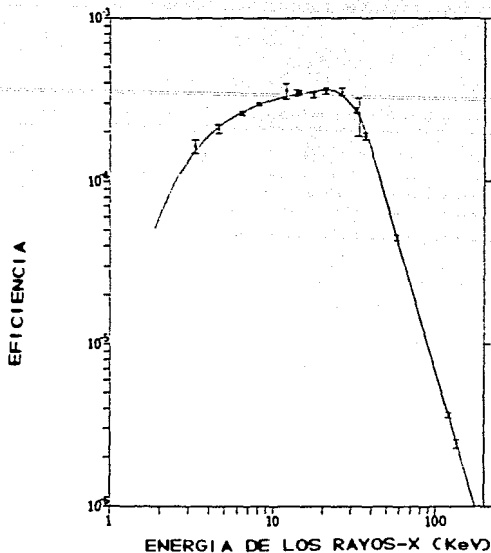


fig. (2-9) La eficiencia determinada experimentalmente. La eficiencia de la ecuación (2.36) es graficada junto con los datos normalizados por la ecuación (2.38).

Las ecuaciones (2.36) y (2.38) dan buenos resultados en la obtención de la curva de calibración, dentro de sus incertidumbres correspondientes. Sin embargo, se ha supuesto que la capa de Oro es insignificante y por lo tanto no se ha considerado. Esto último es una desventaja del modelo, debido a que estudios realizados sobre las curvas de calibración se ha visto que la capa de Oro es significativa en la obtención de dicha curva, sobre todo para bajas energías.

El método tiene la ventaja de estar considerando posibles variaciones en la posición relativa, como ya se mencionó.

A continuación se presentan otras curvas de calibración [31] obtenidas por el método de Gallagher y Cipolla [20] para un detector de Si(Li) y un detector de Ge(Li), utilizando fuentes radioactivas obtenidas por evaporación de soluciones radioactivas al vacío, con el objeto de reducir la autoabsorción, y que es

importante a bajas energías.

En estas curvas también se utilizan fuentes que no fueron obtenidas por evaporación, sino por el depósito de gotitas de material radioactivo, que tienen un valor significativo en la autoabsorción, pero que fueron utilizadas con el objeto de averiguar la magnitud de tales efectos.

La curva de eficiencia obtenida por el método de Gallagher y Cipolla, y con las fuentes obtenidas por evaporación de soluciones en vacío, resultó mejor para bajas energías que con fuentes obtenidas por el depósito de gotitas de material radioactivo.

La función utilizada de Gallagher y Cipolla ya fue especificada en la ecuación (2.36), donde no está considerada la capa de Oro.

El factor δ representa la absorción en el volumen activo del detector.

Para el silicio el coeficiente de absorción másico μ es:

$$\mu \propto E^{-3.1} \quad (2.39)$$

mientras que en el cálculo, como ya se mencionó de la aproximación teórica de Born, el valor de β y δ es de -3.5 .

La curva de eficiencia del detector de Si(Li), así como la tabla con los valores de los 5 parámetros se muestran en la figura (2-10) y en la tabla 1 respectivamente. La ecuación (2.36) fue ajustada a los datos experimentales de la eficiencia ξ , usando el algoritmo de Marquardt [29,30].

Análogamente, se obtuvo la curva de eficiencia del detector de Ge(Li) de 5 mm x 80 mm² con un intervalo de la energía de los fotones de 22 a 122 keV, con una ventana de Berilio de 0.13 mm de espesor, y una distancia de la fuente al detector de 5 cm.

Para este intervalo de energía, la atenuación por los diferentes materiales (Be, Au y Mylar) es menor que para bajas energías.

Los resultados aparecen en la tabla dos, y en la gráfica de la curva de eficiencia del detector Ge(Li) en la figura (2-11).

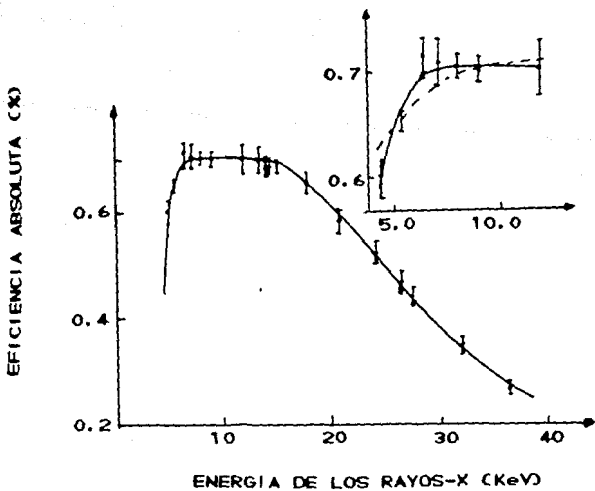


fig. (2-10) curva de eficiencia del detector Si(Li).
La línea punteada, es la curva que se obtiene al
forzar el valor de $\beta = -3.0$.

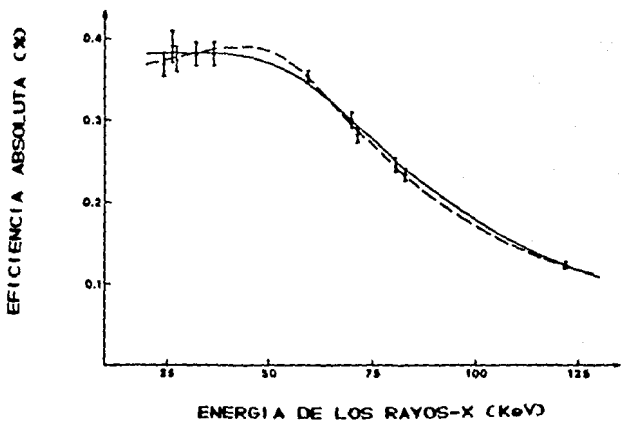


fig. (2-11) curva de eficiencia del detector Ge(Li).

TABLA No 1

Detector de Si(Li).

Ajuste de 5 parámetros

Ajuste a 4 parámetros y
forzando el valor de $\beta = -3.0$

$\chi^2 = 0.36$

$\alpha = (-6.6 \pm 1.7) \times 10^6$

$\beta = -9.5 \pm 1.8$

$\gamma = (-2.8 \pm 1.0) \times 10^8$

$\delta = -2.41 \pm 0.11$

$\Omega = (7.045 \pm 0.005) \times 10^{-3}$

0.83

-14.7 ± 2.9

////////

$(-1.8 \pm 0.9) \times 10^3$

-2.30 ± 0.13

$(7.173 \pm 0.008) \times 10^{-3}$

TABLA No. 2

Detector de Ge(Li)

Ajuste de 5 parámetros

Ajuste de 3 parámetros

$\chi^2 = 0.23$

$\alpha = (0.11 \pm 0.09) \times 10^{-3}$

$\beta = 17.9 \pm 1.5$

$\gamma = (-3.2 \pm 1.1) \times 10^5$

$\delta = -2.96 \pm 0.9$

$\Omega = (3.60 \pm 0.08) \times 10^{-3}$

0.77

////////

////////

$(-5.3 \pm 2.3) \times 10^4$

$-2.46 \pm .09$

$(3.83 \pm 0.07) \times 10^{-3}$

El siguiente método de calibración está basado en el modelo paramétrico de Gallagher y Cipolla [26], el cual ha sido desarrollado y aplicado por los Investigadores E.C. Montenegro, A. Oliver y F. Aldape [32]. En este método se hace uso de la técnica PIXE (Emisión de Rayos-X Inducidos por Partículas), utilizando blancos patrón.

Con el objeto de tener mayor información acerca del comportamiento de la curva de eficiencia para bajas energías, se

utilizan los cocientes k_{β}, K_{α} que son conocidos y se determinan los cinco parámetros (Ω , α , β , γ , δ) que aparecen en la función que es dependiente de la energía de los fotones.

A diferencia del modelo paramétrico usado anteriormente (Ecuación 2.36 y 2.38) en este método se calculan los parámetros para baja energía independientemente de aquellos para la región de alta energía, usando las razones k_{β}, K_{α} , debido a la escasez de fuentes radioactivas calibradas de baja energía.

Para determinar la eficiencia absoluta se utiliza la siguiente expresión:

$$\epsilon = \Omega \exp(-\alpha/E^{\beta}) [1 - \exp(-\gamma/E^{\delta})] \quad (2.40)$$

donde $\exp(-\alpha/E^{\beta})$ = factor de atenuación, debido a los atenuadores de bajo número atómico.

Los otros parámetros ya han sido descritos anteriormente.

En este método se considera que el 99 % de los fotones (de baja energía) que alcanzan la región sensible del detector son absorbidos. Los fotones que obedecen este criterio son tales que $\exp(-\gamma/E^{\delta}) < 1 \% \delta$

$$E < (2.1 \ln 10)^{-1/\delta} \gamma^{1/\delta} \quad (2.41)$$

es decir, que la energía de los fotones es $E < 19 \text{ keV}$.

Para bajas energías la eficiencia está dada por:

$$\epsilon = \Omega \exp(-\alpha/E^{\beta}) \quad (2.42)$$

con un error del 1 %, donde se necesitan calcular los parámetros α y β .

Los parámetros α y β pueden ser determinados con un ajuste por mínimos cuadrados lineal del $\ln \lambda$ contra $\bar{\ln} E$, es decir, se obtiene la siguiente ecuación:

$$\ln \lambda = \ln \alpha \beta - \beta \bar{\ln} E \quad (2.43)$$

donde β = pendiente y $\ln \alpha \beta$ es la ordenada al origen.

En la ecuación (2.43) se han utilizado los cocientes $E_{k\beta} / E_{k\alpha}$.

Para altas energías, se hace uso de fuentes radioactivas.

Para calcular los parámetros γ y δ que describen la eficiencia para altas energías, tomamos la ecuación (2.40) y la escribimos como:

$$Y = 1 - \exp(-\gamma/E^\delta), \quad (2.44)$$

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

Para energías $E > 20$ keV el factor $\exp(\alpha/E^\beta)$ tiende a 1; por esta razón los parámetros para la región de altas energías son prácticamente independientes de la región de bajas energías.

Usando la ecuación (2.44) y transformándola como:

$$\ln \{ \ln [1/(1 - Y)] \} = \ln \gamma - \delta \ln E \quad (2.45)$$

se pueden obtener los parámetros γ y δ , donde el ángulo sólido Ω que aparece en Y , se puede obtener por medio de las fuentes calibradas, cuyas líneas de energía satisfacen la condición (2.41), es decir la ecuación (2.42) es aún válida.

Para bajas energías de los fotones.

La emisión de rayos-X (línea K) de los elementos K, Ca, Ti, Mn, Fe, Co, Ni y Cu son obtenidos por la técnica PIXE mencionada anteriormente, para la cual utilizan un haz de protones de 600 keV. El haz de protones se obtuvo de un acelerador Van de Graaff de 0.7 MeV.

De los espectros obtenidos, las líneas K_α y K_β se analizan y se ajustan a curvas gaussianas, y se determina el valor de α y β de la ecuación (2.43).

Para altas energías.

Para determinar la región de alta energía de la curva de eficiencia se pueden utilizar fuentes radioactivas de ^{241}Am , ^{57}Co , ^{133}Ba , ^{137}Cs y las intensidades de las líneas de las referencias [33,34,35].

Los coeficientes de atenuación se pueden obtener de valores tabulados [36] como lo hicieron los investigadores [32].

En la figura (2-12) se muestra la curva de eficiencia obtenida.

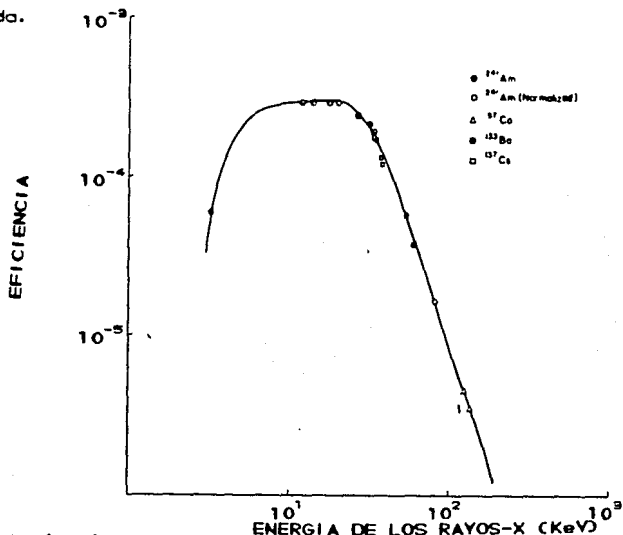


fig. (2-12) curva de eficiencia para un detector Si(Li).

Con el objeto de corroborar en la curva de eficiencia para la región de baja energía, se puede usar una fuente de ^{241}Am de baja energía de los fotones. Los investigadores [32] utilizaron dicha fuente preparada por depósito de gotitas de la solución radioactiva.

Como se mencionó en uno de los métodos citados, los valores de β y δ son del orden de 3.0.

A continuación se muestran los resultados obtenidos (Tabla tres).

TABLA No. 3

| Parámetro | Valor |
|-----------|---|
| α | $92.96 \begin{matrix} + 6.18 \\ - 5.41 \end{matrix}$ |
| β | 3.42 ± 0.21 |
| γ | $(3.95 \begin{matrix} + 1.10 \\ - 0.80 \end{matrix}) \times 10^4$ |
| δ | $3.06 \begin{matrix} + \\ - 0.05 \end{matrix}$ |
| Ω | $(2.98 \begin{matrix} + \\ - 0.11 \end{matrix}) \times 10^{-4}$ |

Los Investigadores que llevaron a cabo la calibración del detector Si(Li) consideran que las discrepancias surgidas en los parámetros obtenidos con los teóricos se debe a la autoabsorción.

Debemos recordar que la expresión (2.40) es válida para los atenuadores de bajo número atómico, por lo que no se considera la capa de Oro del detector Si(Li), antes ya mencionado.

Como se ha visto durante los métodos descritos, la capa de Oro es significativa, sobre todo para bajas energías, lo cual es una desventaja de este método.

Los investigadores utilizaron una fuente de ^{241}Am ya mencionada, en la cual hay mayor autoabsorción y que puede ser significativa en los resultados para compararse con la curva de eficiencia. Sin embargo, se pueden utilizar fuentes preparadas por evaporación para tener una comparación más confiable.

En seguida se mostrara un método para determinar la eficiencia del detector de Si(Li), el cual fue llevado a cabo por los Investigadores W.N. Lennard y D. Phillips [37] para el intervalo de energía de los fotones de 0.52 a 8.04 keV.

Para determinar dicha eficiencia se utiliza la técnica PIXE (Emisión de Rayos-X Inducidos por Protones), así como el bombardeo del blanco ($8 \leq Z \leq 29$, 18 blancos considerados) con iones de Helio. Además, se pueden comparar los resultados obtenidos

utilizando una fuente delgada de ^{57}Co .

La técnica PIXE se usa debido a que no se dispone de fuentes radioactivas patrones de baja energía, como se ha recalado.

En este método se hace uso de dos detectores de barrera superficial para medir las partículas dispersas por el blanco.

Con el fin de obtener los datos para determinar la curva de eficiencia del sistema de detección, el haz de protones y iones de helio se obtienen con un separador de masas de alto voltaje.

El esquema de la figura (2-13) representa el arreglo experimental utilizado por los investigadores ^{en este método de calificación.}

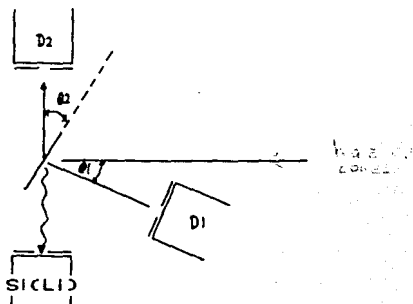


fig. (2-13) Diagrama esquemático del arreglo experimental. D1 y D2 son los detectores de barrera superficial. $\theta_1=20^\circ$ y $\theta_2=37.5^\circ$.

Algunos de los blancos delgados (películas) son autosostenidos ó evaporados sobre carbón, aluminio ó berilio, y elementos puros.

Los blancos se analizan por dispersión de Rutherford, para determinar el espesor de los blancos (compuestos).

La producción de los rayos-X característicos de la línea K ($N_x(E_x)$, $\theta=90^\circ$), donde se supone una emisión isotrópica, está dada por la relación:

$$N_x(E_x) = i_p N_i \xi_x(E_x) (\Omega_x/4\pi) \alpha_x \quad (2.46)$$

donde I_p =número de proyectiles incidentes.

N_1 =espesor del blanco (átomos/cm²).

Ω_x =ángulo sólido del detector de rayos-X.

α_x =sección eficaz de los rayos-X. Los investigadores [37] utilizaron los resultados sobre secciones eficaces proporcionados por Basbas et al. [38].

$\xi_x(E_x)$ =eficiencia absoluta del detector en función de la energía de los fotones.

Mientras que los proyectiles dispersados son obtenidos de la siguiente relación:

$$N_p = I_p N_1 \xi_p \Omega_p \frac{d\sigma_s}{d\Omega} \quad (2.47)$$

donde ξ_p =eficiencia del detector de barrera superficial.

Ω_p =ángulo sólido del detector de partículas.

$d\sigma_s/d\Omega$ =diferencial de la sección eficaz de dispersión.

Dividiendo (2.46) entre (2.47) tenemos:

$$\xi_x(E_x) = \frac{4\pi N_x(E_x)}{\omega_k \sigma_k N_p} \frac{d\sigma_s}{d\Omega} \frac{\Omega_p}{\Omega_x} \quad (2.48)$$

donde $\sigma_x = \omega_k \sigma_k$ (ω_k =producción de fluorescencia de la capa K).

Con la relación (2.48) se determina la curva de eficiencia absoluta.

Para obtener la eficiencia teórica ajustada en términos de los factores de transmisión (atenuadores) se utiliza la siguiente expresión.

$$\xi_x(E_x) = [1 - \exp(-\mu_d d)] \sum_i \exp(-\mu_i t_i) \quad (2.49)$$

donde μ_d =coeficiente de absorción másico fotoeléctrico para el silicio, d el espesor del volumen sensible del silicio ($d=3$ mm : nominal), y μ_i ($i=1,2,3$)=coeficiente de absorción másico de la ventana de Berilio, de la capa muerta y de la capa de Oro, así como t_i sus espesores correspondientes.

En el cálculo de la eficiencia se supone que la eficiencia de la colección de carga del semiconductor es la unidad para todos los fotones que penetran la capa de Oro y capa muerta.

La curva de eficiencia obtenida aparece en la figura (2-14).

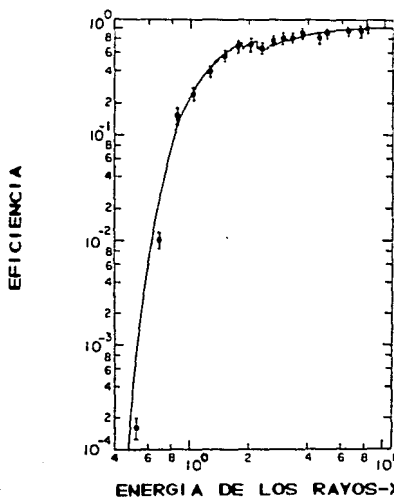


fig. (2-14) curva de eficiencia de un detector de Si(Li).

Como se mencionó anteriormente, se utilizó una fuente de ^{57}Co para corroborar la medición de la eficiencia del detector Si(Li), variando la distancia entre la fuente y el detector (distancia de 5 a 13 cm) midiendo así la eficiencia $\xi_x(E_x)$ para $E_x=6.40, 7.06$ y 14.4 keV. Los valores obtenidos concuerdan dentro de la incertidumbre con los obtenidos por la emisión de rayos-X inducidos por iones.

La técnica utilizada ha demostrado ser útil y capaz de determinar la eficiencia del detector para el intervalo de energías de los fotones ya mencionado con una incertidumbre de 15 %. La incertidumbre es grande y significativa, sobre todo cuando se consideran experimentos donde se requiere una curva de eficiencia con una incertidumbre menor, con el objeto de obtener

resultados de mayor precisión.

Dicha técnica no requiere una representación paramétrica.

El método tiene la ventaja de alcanzar un límite (0.52 keV) con un orden de magnitud más bajo que el alcanzado con fuentes radioactivas.

Se necesita que los detectores de barrera superficial estén bien calibrados, de lo contrario afectaría los resultados y se vería reflejado en la curva de eficiencia.

El siguiente método se basa en una comparación entre las intensidades de los rayos-X característicos de las líneas K_{α} medidas experimentalmente, obtenidas de blancos gruesos patrón irradiados con una fuente de ^{55}Fe , y las intensidades teóricas calculadas para los patrones correspondientes. Es aplicado por los investigadores I. Orlic, W.J.M. Lenglet y R.D. Vis [39] a un detector de Si(Li), cubriendo un intervalo de energía de rayos-X abajo de los cinco keV.

Para aplicar el método se debe tener conocimiento preciso de las secciones eficaces de los fotones y los parámetros fundamentales involucrados en los procesos de fluorescencia de rayos-X (XRF).

Para la determinación del modelo teórico se necesitan los parámetros físicos fundamentales, y se puede utilizar el método de Montecarlo para determinarlos.

En este método la intensidad de los rayos-X característicos I_i^m provenientes del blanco (muestra irradiada por una fuente de ^{55}Fe) con densidad conocida, está dada por:

$$I_i^m = I_0 G_i A_i P_i \epsilon_i C_i \quad (2.50)$$

donde G_i = factor de normalización debido a la geometría del arreglo experimental.

P_i = probabilidad de excitación.

A_i = factor de corrección debido a la absorción.

C_i = concentración.

I_0 = intensidad de rayos-X con que se irradia al blanco, donde cada uno de los términos citados pueden ser determinados como se señala en el apéndice de la referencia [39].

ϵ_i = eficiencia relativa del detector para la energía característica (E_i) del elemento de interés.

Si conocemos todos los términos de la ecuación (2.50), excepto ϵ_i , entonces podemos calcular la eficiencia relativa, es decir:

$$\epsilon_i = \frac{I_i^m}{G_i A_i P_i C_i} \quad (2.51)$$

donde G_i lo han considerado varios investigadores [40,41] constante para su intervalo de energía. Sin embargo, en el presente método, G_i es una función que se resuelve analíticamente como lo hacen Tang et al. [42] mediante el uso del método de Montecarlo.

Para obtener la eficiencia se necesitan conocer algunas dimensiones geométricas tales como: área efectiva del detector y la distancia del detector a la ventana de berilio.

Para determinar la distancia de la superficie del cristal a la ventana de Berilio, se puede utilizar una fuente de ^{57}Co con el haz colimado, a diferentes distancias del detector. El análisis de los investigadores [39] les proporcionó una distancia del detector a la ventana de Berilio de 8.3 ± 0.4 mm.

Para determinar el área efectiva del detector se puede utilizar una fuente de ^{57}Co , y colimando el haz de fotones.

Se realiza una comparación de las intensidades obtenidas con y sin diafragma (colimador).

Los investigadores [39] encontraron que el área activa no es uniforme, y la atribuyen a la capa muerta del semiconductor.

El área efectiva encontrada fue de 35 mm^2 .

Para obtener la eficiencia relativa como una función de la energía de los fotones y ajustarla por mínimos cuadrados se utiliza la ecuación (2.49) multiplicada por dos factores de

corrección, es decir:

$$\xi(E) = \xi_x(E) f_{esc} \quad (2.52)$$

el factor de corrección f_{esc} puede ser calculado con la ecuación (2.27), [19].

La ecuación (2.52) puede escribirse como:

$$-\ln(\xi_x/f_{esc} 0.948) = \mu_{Be}(E)d_{Be} + \mu_{Au}(E)d_{Au} + \mu_d(E)d_d, \quad (2.53)$$

usando los datos de la eficiencia relativa, el valor de f_{esc} y los coeficientes de absorción (μ_{Be} , μ_{Au} , μ_d) para cada energía E, se pueden formar 10 ecuaciones lineales independientes de la ecuación (2.53), y usando el procedimiento de optimización lineal de Marquardt [29] se determinan los espesores de los atenuadores.

La curva de eficiencia relativa obtenida por los investigadores se observa en la figura (2-15).

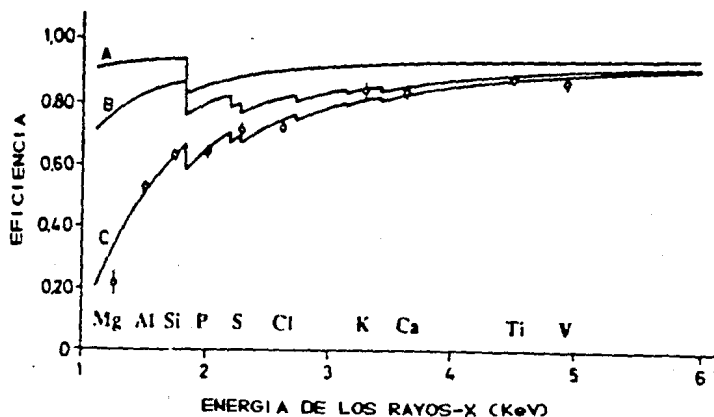


fig. (2-15) Eficiencia relativa del detector.

El método que se describe a continuación ha sido empleado por los Investigadores M. Pajek et al. [43] y está basado en la técnica PIXE para energías $E < 5$ keV, y para altas energías se hace uso de fuentes radioactivas.

En este método se considera una posible capa de hielo en la superficie del detector y cuyo espesor aumenta con el tiempo.

Para determinar la eficiencia se hace uso de la siguiente expresión:

$$\xi(E) = \frac{\Omega}{4\pi} \exp[-\sum \mu_i X_i] [1 + \alpha \exp(-\mu_{Si} X_{Si})] [1 - f_{esc}] \xi_0 \quad (2.54)$$

donde X_i = espesores de los atenuadores considerados (Berilio, capa muerta, capa de Oro y capa de hielo) con sus respectivos coeficientes de atenuación másicos.

X_{Si} = capa muerta en la periferia del silicio.

El valor de f_{esc} puede ser determinado de la ecuación (2.27) citada anteriormente.

Para determinar el espesor de la capa de Oro y la capa muerta pueden ser obtenidos de las referencias [7] y [] respectivamente.

En la ecuación (2.54) hay un término adicional (X_{Si}); el cual se supone debido a falta de información. Los investigadores [43] tienen discrepancias con sus datos experimentales en el intervalo de 6 a 20 keV (energía de los fotones); y usando dicho término adicional, la curva de eficiencia para el detector empleado es mejorada, es decir, además de suponer una capa muerta uniforme de silicio, están suponiendo otra capa muerta en la periferia del detector.

En la figura (2-16) se muestra un modelo de los componentes del detector Si(Li).

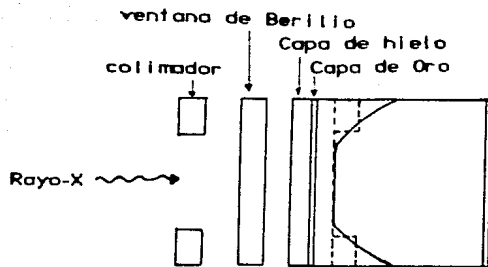


fig. (2-16) Modelo del detector Si(Li). La curva continua en el volumensensible indica la forma de una capa muerta real, mientras que la línea punteada representa la aproximación de la capa muerta de Si supuesta en el presente modelo.

La curva de eficiencia obtenida con los parámetros ya mencionados se observa en la figura (2-17).

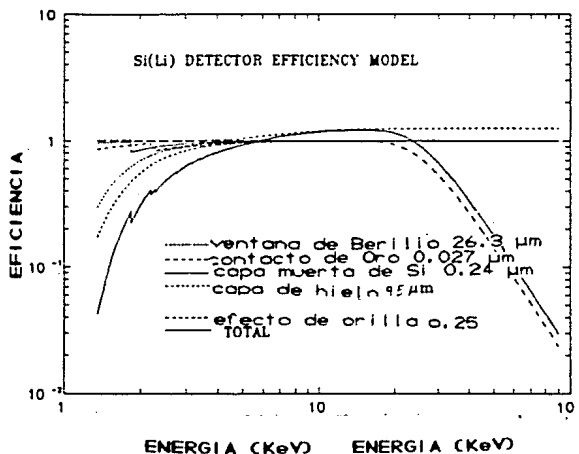


fig. (2-17) Eficiencia intrínseca del detector Si(Li)

Para determinar la eficiencia absoluta del detector de Si(LI) en función de la energía de los fotones y tomando en cuenta las secciones eficaces de ionización (secciones eficaces de Paul y Muhr [44]) de la línea K, está dada por:

$$\xi(E) = \frac{N_x \sigma_{\text{Ruth}}(E_0) \Omega_p}{N_p f \omega_k \sigma_k^{\text{ion}}(E_0)} F(E_0, E) \quad (2.55)$$

donde N_x =número de rayos-X obtenidos por la técnica PIXE.

N_p =proyectiles dispersados y captados por el detector de barrera superficial.

ω_k =producción de fluorescencia de la línea K.

f =razón de emisión relativa de los rayos-X de la línea K_{α} ó K_{β} .

Ω_p =ángulo sólido del detector de barrera superficial.

$\sigma_{\text{Ruth}}(E_0)$ =sección eficaz Rutherford con una energía E_0 del haz.

$\sigma_k^{\text{ion}}(E_0)$ =sección eficaz de ionización de la línea K del silicio con una energía E_0 del haz.

$F(E_0, E)$ =factor de corrección debido al efecto de la pérdida de energía E y la absorción de los rayos-X en el blanco [43].

Se hace uso de blancos delgados de elementos puros o compuestos químicos que pueden ser evaporados sobre una película de carbón o de mylar para elementos ligeros, así como blancos preparados por el proceso de implantación de iones (sobre silicio, para elementos más pesados).

Al ser bombardeados los blancos por el haz de protones (o iones de helio), el haz de fotones obtenido incide en el detector dando lugar a una serie de espectros, mientras que las partículas dispersadas son detectadas por el detector de barrera superficial.

Utilizaron para el cálculo de la eficiencia dos diferentes factores de la sección eficaz (RCS= Reference Cross Section)

entendiendo así pequeñas diferencias. Se puede observar en la figura 2-18 comparando la eficiencia medida experimentalmente por el impacto de iones de ^1H y ^4He .

La curva de eficiencia obtenida se puede ver en la figura (2-19).

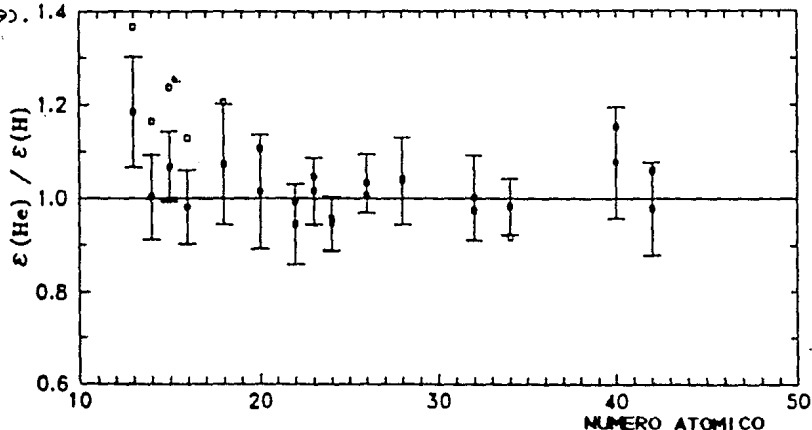


fig. (2-18) Razón de las eficiencias medidas experimentalmente para iones de ^1H y ^4He con 2 versiones de los factores de secciones eficaces.

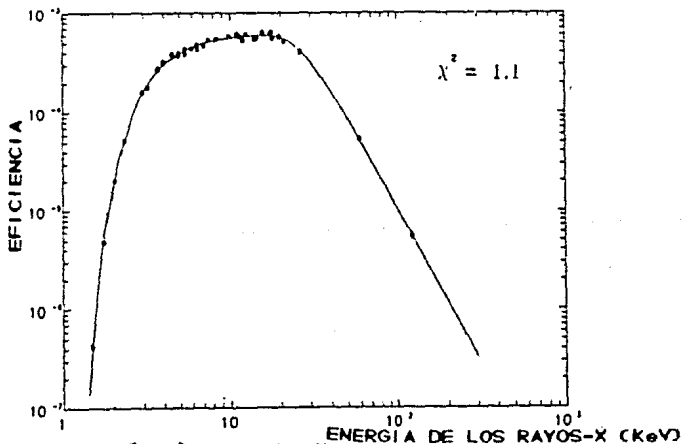


fig. (2-19) curva de eficiencia.

Las incertidumbres de las eficiencias medidas fueron atribuidas por las incertidumbres de las secciones eficaces de ionización de la línea K, siendo del 3 al 8 %. La eficiencia medida del detector Si(Li) se estimó en 8-5 % para rayos-X de energía de 1.5-5 keV y del orden de 3-6% para energías mayores de 5 KeV.

Las incertidumbres de la eficiencia con fuentes radioactivas, es decir, para altas energías fue del 4-6%.

El método ha proporcionado una curva de eficiencia con una incertidumbre del 3 al 7 %, para el rango de energías de 1.5-150 KeV.

Con el método mencionado se puede calcular la curva de eficiencia de un detector (Si(Li)), y es preciso conocer con precisión las secciones eficaces de ionización así como los parámetros físicos tomados en cuenta. Como se ha visto durante los métodos desarrollados es importante conocer con exactitud los parámetros físicos debido a que son significativos en la calibración.

Se ha podido ver que los métodos desarrollados son buenos dentro de su incertidumbre. Sin embargo, en éstos se han supuesto valores aproximados de parámetros debido a falta de información o del conocimiento impreciso de dichos parámetros.

Muchos de los investigadores para su calibración hacen uso de diferentes tablas para la obtención de la curva de calibración, debido a que algunos valores se aproximan más a su curva que otros, o porque consideran que algunos valores tienen mayor precisión que otros ofreciéndoles mejores resultados.

Esto nos refleja que es necesario buscar nuevos métodos que nos conduzcan a curvas de calibración con incertidumbres más pequeñas, sobre todo para bajas energías, o realizar extensiones de los métodos ya citados y como muchos de los investigadores lo han hecho para la obtención de mejores resultados.

Además, es necesario emplear un método sencillo y rápido, sobre todo cuando se necesita ser aplicado donde el tiempo de obtención de resultados es importante. Por ello, es un campo

abierta de Investigación, sobre todo cuando no se dispone de todo el material, y es necesario recurrir a otras alternativas que nos ofrezcan buenos resultados, sin perder la física que hay detrás.

PIXE

La Emisión de Rayos-X Inducida por Partículas Cargadas (PIXE = Particle Induced X-Ray Emission) es una técnica de análisis multielemental, basada en la emisión de rayos-X que un átomo produce al regresar a su estado base, después de que éste ha sido ionizado. Es decir, consiste en la ionización de capas internas del átomo (blanco) producidas por el impacto de partículas cargadas (iones), desexcitándose el átomo (blanco) mediante la emisión de un fotón con longitud de onda correspondiente a los rayos-X.

La técnica PIXE ha tenido un amplio desarrollo en las dos últimas décadas, en las cuales ha habido un gran avance tecnológico sobre los detectores de estado sólido, brindándonos mayor resolución y por consiguiente la posibilidad de detectar elementos a lo largo de casi toda la tabla periódica. Por ello, ha demostrado ser aplicable en una amplia variedad de campos.

Esta técnica es flexible, debido a que puede complementarse con otros métodos de análisis como RBS (Retrodispersión de Rutherford), el cual ha sido empleado por diferentes investigadores en los métodos de calibración antes mencionados, así como AES (Espectroscopía de Electrones Auger), y otras. Además permite, en principio obtener perfiles de concentración de una muestra sin destruirla [45].

FUNDAMENTOS DE LA TECNICA PIXE.

Como se ha mencionado, al incidir un haz de partículas (protones, partículas α , ó iones más pesados) sobre una muestra (átomos blancos), los fotones emitidos al desexcitarse los átomos

blancos, son captados por el detector y cuya información es procesada por la electrónica asociada al sistema de detección y analizada para obtener dicha información sobre la muestra.

Dicho proceso está esquematizado en la siguiente figura (3-1).

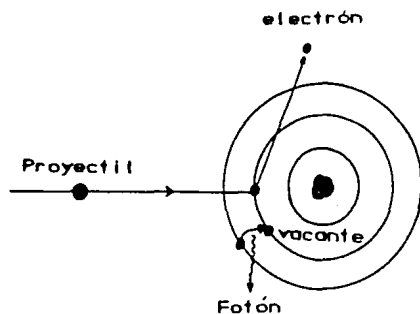


fig. (3-1) Diagrama del proceso físico PIXE.

Cuando el proyectil incide en el átomo y transfiere su energía a un electrón de las capas internas de dicho átomo, el electrón es expulsado del átomo, dejando una vacante en la capa interna de éste, y por consiguiente, dejando al átomo en estado excitado. Para desexcitarse, un electrón de capas más altas pasa a llenar la vacante, originándose así un exceso de energía, la cual puede ser liberada mediante dos formas posibles: por la emisión de un fotón ó por un tercer electrón que es expulsado del átomo (un electrón Auger).

Como en el átomo existen niveles discretos de energía, entonces la vacante puede ser creada en cualquiera de estos niveles de energía, ya sea, por el ion incidente ó por un electrón que pasa a ocupar la vacante en las capas más internas, y puede provenir dicho electrón de cualquiera de los niveles discretos de energía (subcapas), generando así una gran variedad de posibles transiciones para llevar al átomo a su estado base.

La gran variedad de posibles transiciones dan origen a grupos de rayos-X, los cuales están bien determinados, pues

dependen de qué capa fue removido el electrón. Dentro de las posibles transiciones, algunas de ellas tienen mayor probabilidad de ocurrir, generando así líneas K, L, M, etc.. Entonces, una vacante en la capa K del átomo da origen a una línea K, y así sucesivamente.

Dentro de los grupos de rayos-X, como se ha mencionado, tenemos subcapas que dan origen a líneas distintas (diferente energía) dentro de un mismo grupo, es decir, la distinción de las líneas va a estar dada en términos de su intensidad relativa. Por ello, la línea K se subdivide en líneas K_{α} y K_{β} , donde la línea K_{α} es más probable que la K_{β} .

Debido a tales subdivisiones en las líneas, tenemos entonces líneas $K_{\alpha 1}$, $K_{\alpha 2}$; $L_{\beta 1}$, $L_{\beta 2}$, ..., las cuales pueden estar comprendidas en la siguiente expresión:

$$X_{An}$$

donde $X \in \{K, L, M, \dots\}$

$A \in \{\alpha, \beta, \gamma, \dots\}$

$n \in \{1, 2, 3, \dots\}$.

La X corresponde a la capa donde se llevó a cabo la ionización, el subíndice A indica la posible transición, y el subíndice n indica las subdivisiones en los picos.

En la figura (3-2) están esquematizados algunas de las posibles transiciones y que se consideran más importantes para el análisis en la técnica PIXE.

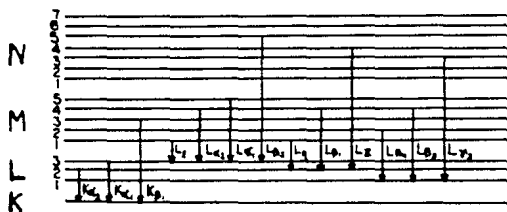


fig. (3-2) Diagrama de transiciones atómicas de las diferentes capas que dan origen a rayos-X.

Los fotones de un pico (línea) que son registrados por un detector, van a depender del número de átomos del elemento en la muestra, de la eficiencia del detector, del número de iones incidentes y de la probabilidad con que se produce la radiación por la colisión ion-átomo. Entonces, el número total de rayos-X detectados que fueron producidos por un haz de iones incidentes en una muestra es:

$$N_{x,i} = \frac{\Omega}{4\pi} \epsilon \int \sigma_{x,i}(E(x)) P(x,y,z) n(x,y,z) e^{-\mu c \sec^2(x)} dx dy dz \quad (3.1)$$

donde Ω = ángulo sólido del detector.

ϵ = eficiencia del detector.

$\sigma_{x,i}$ = sección eficaz de producción de rayos-X, que está en función de la energía.

$P(x,y,z)$ = distribución espacial de la intensidad del haz.

$n(x,y,z)$ = distribución espacial del elemento de interés en la muestra.

$e^{-\mu c \sec^2(x)}$ = absorción de la radiación, siendo μ el coeficiente de absorción y c el ángulo de incidencia.

$E(x)$ = energía del proyectil a una profundidad x .

El término $n(x,y,z)$ citado arriba es el número de átomos del elemento i por cm^3 , y está dado por: $n = N_0 C_i \rho / A_i$.

Donde N_0 es el número de Avogadro, C_i es la concentración ó fracción de la masa total de la muestra, constituida con los elementos de número atómico Z_i , y masa atómica A_i . Se supone que la muestra compuesta es homogénea y con densidad volumétrica ρ .

La ecuación (3.1) antes mencionada, puede ser simplificada si se supone que tanto el haz de partículas como la concentración de elementos de la muestra son uniformes en el plano YZ.

Con la suposición mencionada arriba la ecuación (3.1) la podemos escribir como se expresa en la ecuación (3.2).

$$N_{x,i} = \frac{\Omega}{4\pi} B \int_0^{x_{\max}} n(x) \sigma_{x,i}(E) e^{(-\mu \cos \theta x)} dx \quad (3.2)$$

donde B es una constante que depende de la eficiencia del detector y del ángulo sólido subtendido por la muestra y el detector.

Al ir penetrando el ion (partícula cargada) sobre un material, hay una pérdida de energía $E(x)$ por unidad de distancia. Esta se llama el poder de frenamiento, que depende de la energía del ion y del elemento en la muestra. Generalmente se expresa en $\text{MeV cm}^2 \text{g}^{-1}$. Dentro de la técnica de análisis PIXE de muestras gruesas está involucrado el poder frenamineto del material (blanco) sobre el proyectil (partícula cargada), el cual es considerado cuando se calcula el número de rayos-X que pueden captarse con un detector.

La pérdida de energía a una profundidad x del ion (partícula cargada) de energía incidente E_0 , se puede calcular de la siguiente expresión:

$$E = E_0 - \frac{1}{\cos \theta} \int_0^x S(E) dx \quad (3.3)$$

donde E_0 =energía de incidencia del ion.

E =energía final.

x =distancia recorrida por el ion en la superficie.

θ =ángulo entre la normal a la muestra y la dirección de incidencia del proyectil.

$S(E)=dE/dx$ es el poder de frenamiento del material sobre el proyectil (ion).

Para altas energías, el poder de frenamiento $S(E)$ es menor y la intensidad de interacción con la superficie del material es principalmente electrónica. Además del poder de frenamiento, se define la sección eficaz de frenamiento, como:

$$\epsilon = \frac{1}{N} \frac{dE}{dx} \quad (3.4)$$

con N la densidad de átomos del blanco.

Se tiene en la literatura una amplia recopilación de los valores del poder de frenamiento, como los proporcionados por los investigadores Anderson y Ziegler [46], Janni [47].

Por otro lado, el poder de frenamiento para una muestra compuesta se puede representar por la ley de Bragg:

$$S(E) = \sum_i C_i S_i(E) \quad (3.5)$$

donde $S(E)$ representa un promedio pesado de los diferentes elementos que constituyen a la muestra con concentración C_i , y $S_i(E)$ es el poder de frenamiento para el i -ésimo elemento de la muestra.

La partícula al incidir sobre la muestra, pierde su energía al interactuar con los átomos que la conforman, teniendo un carácter probabilístico de interacción.

Sin embargo, no se dispone de una función que permita determinar el poder de frenamiento, de forma tal, que sea válida para cualquier velocidad del proyectil y para cualquier interacción entre el proyectil y el blanco.

Para determinar el poder de frenamiento se puede utilizar el procedimiento de los investigadores C. Eppacher y D. Semrad [48], así como las tablas de Janni [47]. Entonces, podemos calcular la sección eficaz de frenamiento $(E^{-1})_{EPS}$, de acuerdo a la siguiente expresión:

$$(E^{-1})_{EPS} = \sum_{i=0}^3 a_i E^{\gamma_i} \quad (3.6)$$

Los exponentes γ_i ($i=0,1,2,3$) se obtienen al tener el mejor ajuste con las tablas del poder de frenamiento de Janni [47]. Los valores obtenidos son: $\gamma_0=0$, $\gamma_1=-0.4$, $\gamma_2=0.25$, $\gamma_3=0.8$ [48]. Los valores de a_0 , a_1 , a_2 y a_3 para elementos con número atómico $Z=1$ hasta $Z=92$ aparecen en las tablas de C. Eppacher y D. Semrad [48]. Por ello, para cada elemento de interés tiene sus valores correspondientes de a_0 , a_1 , a_2 y a_3 para la sección eficaz de

frenamiento. La energía E de los protones (proyectil) es considerada entre 10 keV y 1 MeV.

La ecuación (3.6), así como las tablas de Janni han sido utilizadas en el presente trabajo, y está contemplada en un programa que determina las concentraciones de los diferentes elementos que constituyen la muestra a analizar, al ser comparada con los valores experimentales obtenidos.

Entonces, para un proyectil de energía E_0 y poder de frenamiento $S(E_0)$, calculado con la ecuación (3.6) y las tablas de Janni [47], se puede determinar la energía del proyectil, al atravesar un espesor ΔX de la muestra, es decir, $E_1 = E_0 - [S(E_0) \Delta X / \cos \theta]$. Con la energía E_1 se determina el poder de frenamiento $S(E_1)$ del proyectil que recorre una distancia X al alcanzar una energía E_2 , es decir, $E_2 = E_1 - [S(E_1) \Delta X / \cos \theta]$.

Esto se repite sucesivamente, por lo que hace posible determinar la energía de la partícula al recorrer una distancia x , y su correspondiente poder de frenamiento. Por ello, se tiene la siguiente iteración:

$$E_n = E_{n-1} - [S(E_{n-1}) \Delta X / \cos \theta] \quad (3.7)$$

donde $n \geq 1$ es el número de intervalos considerados para un espesor X y en consecuencia nos va dando la profundidad del proyectil en la muestra que se está analizando. Esta relación ha sido utilizada en el presente trabajo y está contemplada en un programa, así como el cálculo de los coeficientes de absorción de los elementos que componen la muestra a analizar.

El número de rayos-X que alcanzan el sistema de detección depende de la cantidad de material a través de la cual pasan. La absorción de los rayos-X es de naturaleza exponencial. Al ir penetrando los rayos-X en el material su intensidad decrece exponencialmente.

Como se sabe, la atenuación está íntimamente relacionada con los efectos producidos por los rayos-X que generan diferentes fenómenos físicos, tales como efecto fotoeléctrico, Compton y

producción de pares. Por ello, las secciones eficaces de los diferentes fenómenos pueden estar contemplados en el coeficiente de absorción.

Si la muestra estuviera compuesta por diferentes elementos, entonces el coeficiente de atenuación del material será un promedio pesado de los coeficientes de cada uno de los elementos.

Para determinar el coeficiente de absorción μ_i de la muestra para los rayos-X del elemento i de la línea $K\alpha$, se usa la ley de Bragg [1].

$$\mu = \sum_i C_i \mu_{i,i} \quad (3.8)$$

donde C_i es la concentración del elemento i en la muestra.

La atenuación de los rayos-X, mencionada arriba, está tomada en cuenta en la ecuación (3.1), por el término $\exp(-\mu csc\theta x)$.

A continuación se presenta un esquema de la geometría para la producción de rayos-X por el bombardeo de iones, figura (3-3).

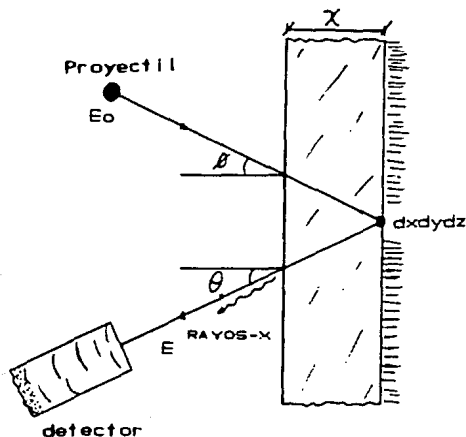


fig. (3-3) Esquema para la producción de rayos-X al ser bombardeada la muestra (blanco) por partículas cargadas (iones) para un elemento de volumen $dx dy dz$.

La sección eficaz de producción de rayos-X está relacionada con la sección eficaz de ionización es decir:

$$\sigma_{x,i} = \sigma_i \omega_k P_i \quad (3.9)$$

para la línea K.

donde σ_i = sección eficaz de ionización

P_i = intensidad relativa de todas las posibles transiciones que producen radiación en la línea i.

ω_k = producción de fluorescencia (fluorescence yield) ó probabilidad de producir rayos-X, definida como el cociente del número total de fotones X emitidos entre el número total de vacantes en la capa K.

Para la capa L y superiores, se incrementa la complejidad de las expresiones, debido a que además de las posibles transiciones radiativas de los elementos provenientes de capas más externas existe la posibilidad de transiciones no radiativas entre las subcapas L₁, L₂ y L₃, llamadas transiciones Coster-Kronig [45,50].

Entonces, la sección de producción de las líneas L_α, L_β, L_γ y LL más comunes en el análisis PIXE está dado por las siguientes expresiones:

$$\sigma_{x,L} = (\sigma_L f_{13} + \sigma_L f_{12} f_{23} + \sigma_L f_{23} + \sigma_L) \omega F_{3\alpha} ; \quad (3.10)$$

$$\sigma_{x,L\beta} = \sigma_L \omega F_{1\beta} + (\sigma_L f_{12} + \sigma_L) \omega F_{2\beta} + (\sigma_L f_{13} + \sigma_L f_{12} f_{23} + \sigma_{L23}^X) \omega F_{3\beta} ; \quad (3.11)$$

$$\sigma_{x,L\gamma} = \sigma_L \omega F_{1\gamma} + (\sigma_L f_{12} + \sigma_L) \omega F_{2\gamma} ; \quad (3.12)$$

$$\sigma_{x,LL} = (\sigma_L f_{13} + \sigma_L f_{12} f_{23} + \sigma_L f_{23} + \sigma_L) \omega F_{3\beta} \quad (3.13)$$

donde las σ_{Lj} son las secciones de ionización de las subcapas i, ω_i son las fluorescencias, f_{ij} la probabilidad de una transición no radiativa de la capa j a la i, F_{ix} es la probabilidad de que

ocurra una transición radiativa, tomada como la fracción de rayos-X originados por una vacante en la subcapa L_n , y que constituye a la línea L_x .

Se puede apreciar que para poder calcular la sección de producción de rayos-X de cada una de las líneas L , se necesita conocer las secciones de ionización de cada subcapa.

Sin embargo, a veces es posible definir una fluorescencia promedio y utilizar una intensidad relativa de la línea i , como en el caso de la capa K . Entonces, la expresión para la sección eficaz de producción es:

$$\sigma_{x,L} = \sigma_{i,L} \bar{\omega}_L P_i \quad (3.14)$$

donde $\sigma_{i,L}$ es la sección eficaz de ionización total de la capa L , $\bar{\omega}_L$ es la fluorescencia promedio y P_i la intensidad relativa de la línea i .

Para determinar el número total de rayos-X emitidos al ser inducidos por protones, se utiliza la ecuación (3.1), donde se necesita conocer algunos factores, tal como, la sección eficaz de producción de rayos-X. Para determinarla se conocen desarrollos teóricos y formas semiempíricas.

La forma analítica de la sección eficaz de ionización es el resultado de desarrollos teóricos que pueden hacerse utilizando aproximaciones clásicas ó el modelo cuántico. Dentro de los más importantes se encuentra la Aproximación de Onda Plana de Born (PWBA), la aproximación semiclassical (SCA), la Aproximación de Encuentro Binario (BEA), y la Aproximación de Onda Plana de Born con correcciones por pérdida de energía, efectos relativistas del electrón a expulsar, deflexión Coulombiana del proyectil, y perturbación de estados estacionarios del electrón (ECPSSR) [51,52].

Para que la teoría de onda plana sea válida se requieren tres condiciones fundamentales: el proyectil debe actuar como una carga puntual, las ondas inicial y final de la partícula son

planos en todo el espacio y los estados de los electrones del blanco son los de éste sin perturbaciones. Por otro lado, la Aproximación de Encuentro binario (BEA) es un modelo clásico para el proceso de ionización, y tiene la desventaja de ser inadecuada para predecir la sección eficaz de ionización de subcapas. Además de que por ser clásica, no se aplica a regiones en la que los efectos cuánticos son importantes, como en el caso de proyectiles de baja velocidad.

La teoría ECPSSR desarrollada por Brandt et al. [52] es una mejora sobre la teoría PWBA y la SCA, que toma en cuenta efectos de pérdida de energía del proyectil en la colisión (E), la deflexión coulombiana del proyectil en la colisión (C), el incremento por la presencia de la partícula incidente en la energía de ligadura del electrón expulsado, que es estudiada con la teoría de Estados Estacionarios Perturbados (PSS), y la descripción relativista del electrón activo (R). La teoría ECPSSR es utilizada en el presente trabajo para el cálculo de secciones eficaces de producción de rayos-X. El algoritmo de Z. Smit [53] se usa en la evaluación de esta sección eficaz.

Como se ha visto teórica y experimentalmente, cada elemento tiene un espectro característico, lo que permite éste sea identificado en una muestra. En los espectros obtenidos experimentalmente se presenta una contribución de la radiación de fondo, la cual está formada principalmente por el frenamiento de los electrones secundarios, el cual es llamado bremsstrahlung. También hay contribución por el frenamiento de las partículas cargadas incidentes, así como la dispersión Compton de rayos- γ producidos en la excitación de átomos.

Varios autores han atribuido la parte dominante de la radiación de fondo a bajas energías, al bremsstrahlung de electrones secundarios mencionados arriba, y que es más significativo en blancos gruesos. Conforme aumenta la energía de los proyectiles, el bremsstrahlung decrece muy rápidamente, y la máxima transferencia de energía de un ion de masa M y energía E_p a un electrón libre con masa m , puede ser determinada por la

siguiente expresión:

[53]

$$T_m = 4m E_p / M$$

(3.15)

El mecanismo, es el siguiente: los electrones expulsados por el impacto de iones en el material de la muestra, frecuentemente llamada la matriz y constituida por unos cuantos elementos, tiene durante su desaceleración en la matriz una cierta probabilidad de producir bremsstrahlung cuando es deflelado el ion por el campo eléctrico del núcleo. En la gráfica siguiente se puede apreciar el comportamiento del bremsstrahlung conforme aumenta la energía del proyectil, figura (3-4).

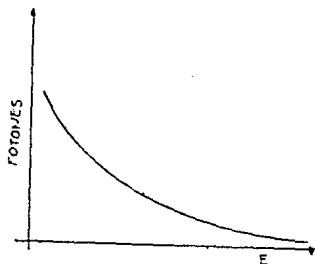


fig. (3-4) gráfica del comportamiento del bremsstrahlung.

Los electrones expulsados por el impacto del proyectil convierten parte de su energía cinética en bremsstrahlung inmediatamente después de la colisión. Folkman et al. [54] han hecho un estudio de la radiación de fondo y comparan el bremsstrahlung esperado con sus datos obtenidos experimentalmente. En la figura (3-5) se puede apreciar la comparación.

Para reducir el bremsstrahlung, una posibilidad es usar blancos delgados, debido a que un electrón que sea expulsado del átomo, tiene menor probabilidad de interactuar con otro átomo vecino, en comparación a si se tuviera un blanco grueso donde la

cantidad de átomos es mayor. En consecuencia, el bremsstrahlung decrece ya que el electrón puede no hacer impacto con otro átomo. Sin embargo, a veces el uso de muestras de espesor delgado es un tanto Impráctico, sobre todo cuando se trata de preparar muestras, y no se tiene la instrumentación adecuada.

Los efectos secundarios, pueden alterar la información recibida. No obstante se conocen formas de evitarlo [55].

Para calcular las integrales de los picos superpuestos (espectros), se pueden utilizar métodos gráficos, aproximando las curvas a gaussianas y restando la radiación de fondo presente en el espectro.

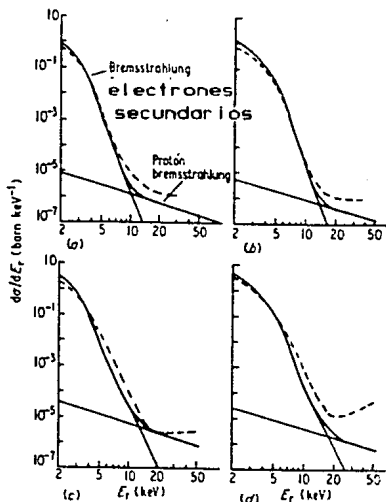


fig (3-5) Sección eficaz teórica y experimental para protones de 2 y 3 Mev bombardeando muestras de carbon y aluminio. La línea continua es el cálculo teórico, mientras que la punteada es experimental.
 a) 2 Mev sobre C; b) 3 Mev sobre C; c) 2 Mev sobre Al; d) 3 Mev sobre Al.

Mayor información sobre la radiación de fondo es proporcionada por los Investigadores: Folkman et al. [54], Johansson et al. [56] y Finn Folkman [57].

Un espectro de PIXE se puede apreciar en la figura (3-6).

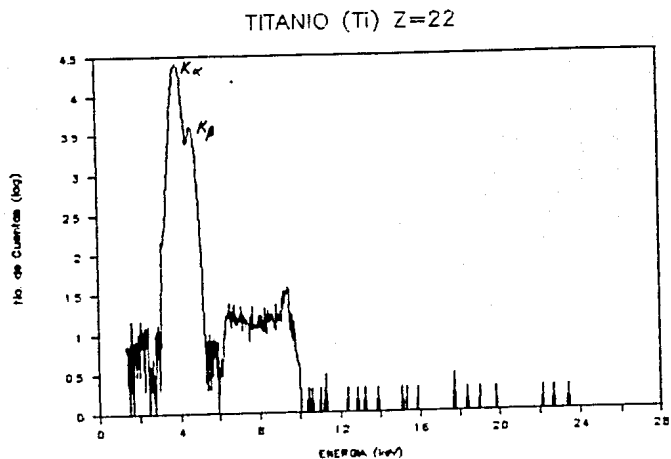


fig. (3-6) Espectro obtenido por la técnica PIXE.

Para poder llevar a cabo la técnica PIXE descrita arriba, se necesita de un equipo no muy complicado. El arreglo experimental más general se presenta en el siguiente diagrama de bloques, figura (3-7).

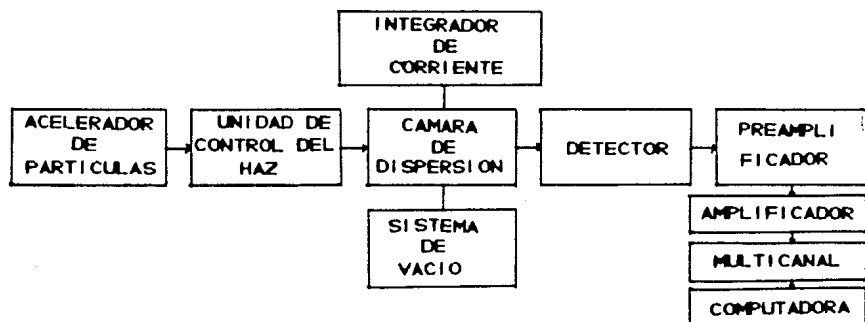


fig. (3-7) Diagrama a bloques del arreglo más general para la técnica PIXE.

Para obtener un haz monoenergético de partículas cargadas para bombardear la muestra se necesita un acelerador, como por ejemplo un acelerador electrostático Van de Graaff ó un ciclotrón. Después de obtener el haz se necesita de la unidad de control del haz, cuyo objetivo es alinear el haz o desviarlo, que puede ser mediante un separador de masas y además de estar compuesta la unidad por colimadores que definan bien el haz monoenergético. Al incidir el haz sobre la muestra en estudio, la cual se encuentra en una cámara de dispersión que tiene asociado un sistema de vacío para evitar posibles interacciones del haz con partículas no deseadas, los rayos-X producidos son captados por el detector de estado sólido, que puede ser un detector de Si(Li), Ge(Li) ó Ge intrínseco.

En la capa activa del detector, la radiación-X se convierte en pares electrón-vacante los cuales son colectados. El pulso de la carga acumulada es amplificada por un preamplificador y un amplificador y llevada a un analizador de altura de pulsos, en un canal cuya número es proporcional a la original energía del fotón, es decir, va directamente al multicanal. Los espectros obtenidos pueden ser estudiados en la computadora.

EXPERIMENTO, RESULTADOS Y CONCLUSIONES

Para obtener la curva de calibración del sistema de detección de rayos-X que se encuentra en el laboratorio Van de Graaff de 0.7 MeV del Instituto de Física de la UNAM se ha seguido el método de calibración basado en el modelo paramétrico de Gallagher y Cipolla [26] que como se ha mencionado anteriormente, es un método en el que los parámetros para baja energía se calculan de manera independiente de aquellos para alta energía de los fotones. Por ello, para altas energías se han utilizado fuentes radioactivas, mientras que para baja energía se ha utilizado la técnica PIXE. Además, se ha llevado a cabo el análisis de dos muestras cuyas concentraciones se desconocen. La muestra una esta compuesta por Paladio, Oro y Cobre, y la muestra dos por Plomo y Estaño. Para llevar a cabo dicho análisis se hace uso de la curva de calibración obtenida.

Como se menciona anteriormente, la técnica PIXE requiere de cierta instrumentación, en este caso, la instrumentación utilizada será descrita a continuación.

4.1 DISPOSITIVO EXPERIMENTAL.

Para obtener el haz monoenergético de partículas que incidió en la muestra se ha utilizado el acelerador electrostático de partículas del tipo Van de Graaff de 0.7 MeV, modelo ANS-700, de la High Voltage Engineering Corpo. del laboratorio citado.

Este acelerador consiste, de un tubo acelerador con dos electrodos, uno en cada extremo, uno de ellos está conectado a tierra, y el otro es una terminal mantenida a un alto voltaje, dentro de la cual se encuentra la fuente de iones. La fuente de iones está diseñada para poder trabajar principalmente con hidrógeno (H, H_2) y con helio (He), aunque puede utilizar otro tipo de gases, como el argón. En este caso el gas utilizado es

hidrógeno, que nos proporciona por medio del acelerador un haz de protones.

La fuente de iones es una cámara de ionización hecha de cuarzo, que se llena con el gas que se va a ionizar. El gas se ioniza al aplicar una señal de radiofrecuencia al par de electrodos, y los iones producidos en el plasma que se forma son acelerados y sacados de la cámara de ionización mediante la aplicación de un potencial en el ánodo. Las señales de radiofrecuencia son ondas electromagnéticas de alta frecuencia, que agitan al gas, transfiriéndole a los electrones la energía necesaria para que se separen de los átomos del gas (13.6 eV al menos).

La distribución espacial del plasma depende de la presión del gas en la fuente. Si la presión del plasma es de 3×10^{-4} Torr, el plasma se encuentra en la región interior del ánodo. Si la presión es de 6×10^{-4} Torr, se distribuye en el espacio entre los electrodos, y si es mayor de 9×10^{-4} Torr, entonces ocurre el rompimiento dieléctrico. En consecuencia, se da una caída de voltaje en la fuente.

Los iones del plasma pueden salir con trayectorias convergentes o divergentes, según sea el potencial acelerador. Pero se puede corregir, en cierta forma, por la lente Einzel, que es capaz de cambiar las características focales del haz, sin modificar su energía. Por ello es posible seleccionar el diámetro del haz.

La aceleración de las partículas ionizadas se realiza por medio de la diferencia de potencial entre las terminales. En una de ellas se acumula la carga, que es llevada a la terminal de alto voltaje, donde es recogida por un peine colector, manteniendo un voltaje entre 20 y 30 Kv. Esto se lleva a cabo en forma mecánica, es decir, por medio de una banda de material aislante que se encuentra entre dos poleas, una de ellas está a tierra, mientras que la otra en la terminal de alto voltaje, en la cual se encuentra la fuente de iones. La banda se mueve por un motor conectado a una de las poleas.

La carga eleva el potencial de la terminal, hasta el momento en que la carga que suministra la banda se equilibra con las que se pierden por descargas, alcanzando una condición estable entre las corrientes de la banda, la que va por el tubo acelerador, así como la de las resistencias de carga y las puntas de corona.

Las terminales de alto voltaje están inmersas en una atmósfera de Hexafluoruro de azufre (SF_6), que es un gas inerte con propiedades dieléctricas apropiadas, manteniéndose a una presión entre 10 y 15 atmósferas. Para mayor información ver la Ref. [59].

Para obtener las partículas deseadas producidas por el acelerador se utiliza un separador de masas del tipo segmento magnético (electroimán) [60], capaz de deflectar protones con energías del orden de 2 MeV. En este caso el electroimán deflecta un haz de protones de hidrógeno a un ángulo de 45° , para introducirlo a la línea de conducción, y poder llegar el haz a la cámara de dispersión.

Para calibrar el separador de masas, se emplean resonancias magnéticas nucleares. El hidrógeno es utilizado para ello.

El núcleo de hidrógeno es sometido a un campo magnético variable para hacerlo entrar en resonancia. Sabiendo las energías de los rayos- γ que se producen en una reacción nuclear, conociendo el campo magnético aplicado, se puede obtener una relación entre la energía y el campo, que es la manera cómo se calibra en el laboratorio. Se pueden utilizar diferentes reacciones nucleares [61].

Para tener una visión más amplia del acelerador utilizado junto con su sistema de detección, en seguida se presenta un esquema del arreglo experimental utilizado en este trabajo figura (4-1). En la figura (4-2) se presenta el acelerador electrostático.

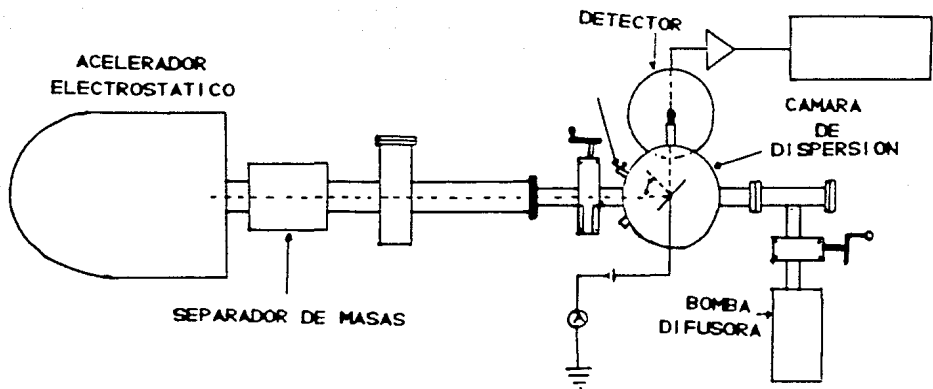


fig. (4-1) Esquema del arreglo experimental.

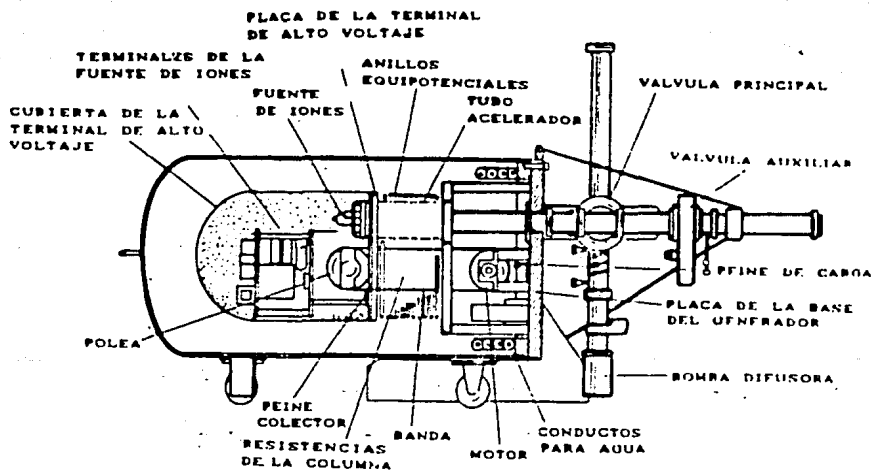


fig. (4-2) Acelerador electrostático.

Como se mencionó arriba después de que el haz es deflektado, se introduce a la línea de conducción, que está formada por los siguientes aditamentos: válvulas de cortina, una trampa de nitrógeno líquido, una bomba difusora, dos bombas mecánicas, un posicionador múltiple, las rejillas, un electroiman (dipolo) y la cámara de dispersión. Los elementos citados están interconectados por medio de cilindros de acero inoxidable y las uniones selladas por medio de sellos de aluminio de tipo "Comflat" de Varian.

Los componentes distribuidos en la línea de conducción aparecen en la figura (4-3).

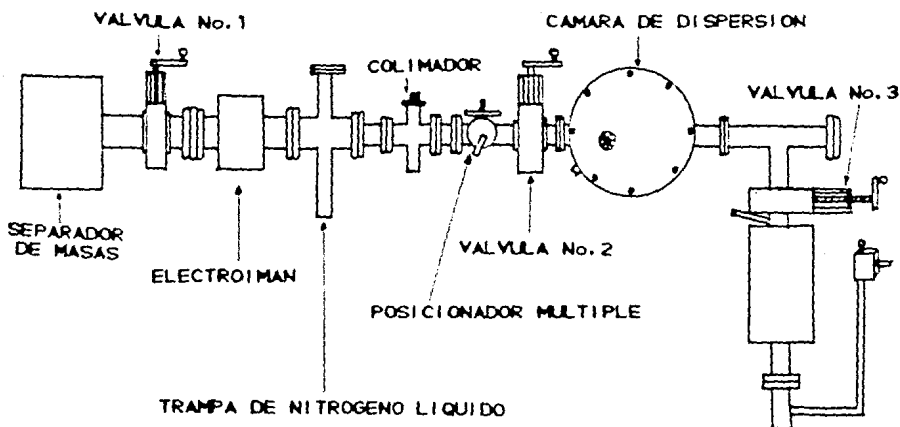


fig.(4-2) Diagrama de la línea de conducción.

Con las válvulas de cortina se aísla parte de la línea de conducción, en particular la cámara de dispersión, que generalmente en los experimentos se abre para intercambiar muestras, es decir, el resto de la línea se mantiene al vacío que se tenía antes de abrir la cámara.

El haz, al entrar a la línea de conducción tiene la posibilidad de que se desvíe verticalmente. Por esto, se dispone de un electroimán (dipolo) en la (línea), para corregir la desviación del haz.

La trampa de nitrógeno líquido se utiliza para condensar y atrapar gases no deseados en la línea de conducción, que pudieron ser ionizados o arrastrados por el haz de protones del hidrógeno.

Las rejillas, que son 2 cilindros, se utilizan como colimadores, y recogen una señal de la energía del haz, y junto con otra señal de la energía del haz que han pasado cada una de ellas por un amplificador, son enviadas las señales a un tríodo que maneja las puntas de corona en el acelerador con el objetivo de mantener una energía del haz lo más estable posible; es decir el acelerador dispone de su sistema de retroalimentación para un mejor dominio de la energía del haz.

El posicionador múltiple, es un dispositivo que contiene un cristal de cuarzo, y puede ser utilizado para dejar pasar libremente el haz o para verificar ópticamente el haz al interponer el cristal al paso del haz.

Para poner en práctica la técnica PIXE, se hace un vacío en la línea de conducción, así como en la cámara de dispersión. Por ello, se utiliza primero la bomba mecánica modelo 1405, de la Welch Scientific Company, que es capaz de alcanzar un vacío de 1×10^{-3} Torr. Después de alcanzar este vacío, se pone en funcionamiento la bomba difusora, la cual fue diseñada en los talleres del Instituto de Física, que alcanza una presión de 1×10^{-6} Torr. Si en la línea de conducción se tiene ya un vacío de 1×10^{-6} Torr y se necesita abrir la cámara, entonces se cierran las válvulas de cortina número dos y tres, aislando la línea de conducción y la bomba de difusión. Después de cerrar la cámara se pone en funcionamiento la segunda bomba mecánica, modelo 1405, que se conecta directamente a la cámara de dispersión hasta alcanzar un vacío de 1×10^{-3} Torr. Inmediatamente después se cierra

totalmente la cámara y se abre la válvula número tres para poder alcanzar la presión de 1×10^{-6} Torr, y finalmente se abre la válvula número dos para dejar pasar el haz.

Después de que el haz ha recorrido la línea de conducción, llega a la cámara de dispersión, cuya geometría circular se puede apreciar en la figura (4-4).

La tapa de la cámara de dispersión contiene un portamuestras cuya posición es manejada por una perilla en el exterior de la cámara. La tapa al cerrar dispone de un sello de "Vitón" que garantiza poder mantener un vacío en el interior de la cámara del orden de 1×10^{-7} Torr.

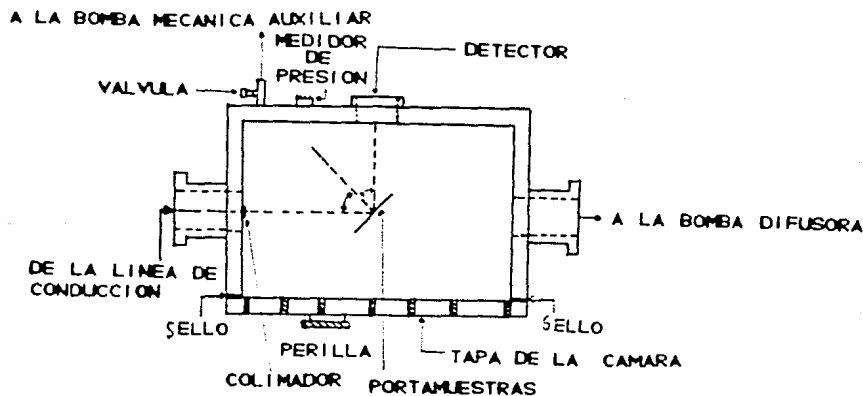


Fig. (4-4) Diagrama de la cámara de dispersión.

El portamuestras es una base plana flotada, es decir, está aislada eléctricamente del resto de la cámara. Este da la posibilidad de colocar hasta 5 muestras, en consecuencia, se tiene un rápido cambio de muestras a analizar, y se conecta el portamuestras directamente al integrador de corriente, para cuantificar el número de protones incidentes. Como la intensidad del haz puede variar con el tiempo, entonces se deja incidir cierto número de protones sobre la muestra hasta que se tiene una buena estadística en los espectros de rayos-X.

Los rayos-X producidos al bombardear la muestra, son captados por un detector de Si(Li) modelo SLP-06165 ORTEC, con número de serie 23-4233, con una configuración del criostato CFG-SH-SLP, adquirido el 18 de Febrero de 1983 presentando una resolución del 165 eV en 5.9 KeV (^{55}Fe), con un intervalo de operación de 1 a 60 KeV [62], un voltaje de polarización inverso aplicado al cristal de -1500 V., en condiciones normales de operación. Las dimensiones especificadas por el fabricante son: diámetro activo de 6.0 mm, profundidad sensible de 5.2 mm. Distancia del detector a la ventana de Berilio 5.0 mm, la ventana de Berilio con un espesor de 0.025 mm, película de Oro de 200 Å y una capa muerta de 0.1 μm .

En la figura (4-5) se puede apreciar el detector de Si(Li) utilizado.

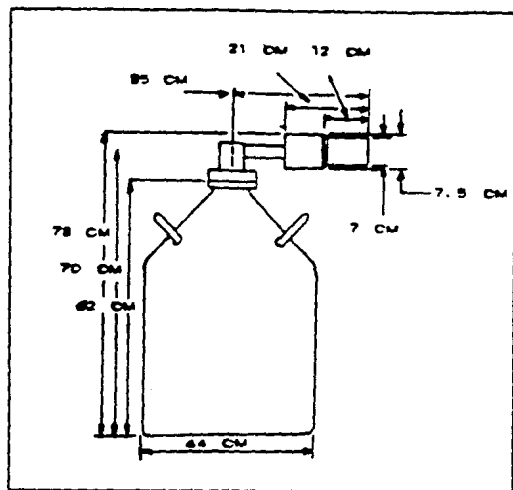


fig.(4-5) Detector de Si(Li).

Los fotones al ser absorbidos por el elemento detector semiconductor produce pares electrón-vacante los cuales son llevados a los contactos opuestos del semiconductor mediante un

campo eléctrico. El pulso de corriente es integrado por el preamplificador produciendo un pulso de voltaje en la salida con altura proporcional a la energía del fotón incidente, y amplificado el pulso por el amplificador para ser analizado por el multicanal (analizador de altura de pulsos).

El preamplificador criogénico, es un ORTEC modelo 139

El amplificador modelo ORTEC 572 se utilizó bajo los siguientes parámetros:

- Ganancia 5.50
- Tiempo de formación de pulsos de 2 μ s.
- Polarización de pulso negativa.

Las señales al ser procesadas por el amplificador van al analizador de altura de pulsos, donde son repartidas y almacenadas en determinado número de canal según su altura de pulso. Así, un espectro obtenido por el analizador de altura de pulsos representa el número de cuentas por canal como una función de la altura del pulso o energía.

El analizador de altura de pulsos es una tarjeta microcontroladora marca ORTEC ADCAM MCA, construida a partir del microprocesador Z-80 A, que presenta un tiempo muerto fijo, equivalente al tiempo de conversión analógico-digital.

Dentro del analizador de altura de pulsos, la señal de entrada va directamente al convertidor analógico-digital. El convertidor analógico-digital mide la amplitud de cada pulso de entrada y genera una señal digital proporcional a la altura del pulso.

Esta señal digital es llevada al procesador, el cual agrega una cuenta a la dirección de memoria que representa el número de canal apropiado. El número de canal donde un pulso dado es contado de acuerdo a su altura, de pulso cae dentro de los límites del ancho del canal.

Si una fuente radiactiva emite fotones de una energía específica, un gran número de cuentas es alcanzado en el canal correspondiente a esa energía. Sin embargo, el ruido del sistema

(principalmente en la entrada del FET del preamplificador) y la aleatoriedad de la producción de pares electrón-vacante dentro del detector produce una fluctuación en la altura de pulso para fotones de la misma energía. Así, el pico resultante es ampliado a varios canales.

La resolución de un sistema de detección, a una energía dada, es expresada como el ancho a la mitad del máximo del pico, como fue mencionado anteriormente.

DESARROLLO EXPERIMENTAL

Para obtener la curva de calibración se ha utilizado la técnica PIXE, así como el uso de fuentes radioactivas, como se mencionó anteriormente. Para la aplicación de la técnica PIXE se hizo lo siguiente:

Antes de colocar los blancos gruesos Fe, Co, Ni, Cu y Zn en el portamuestras de la cámara, se les hizo una limpieza superficial por medio de ultrasonido. El elemento Arsenico, se presentaba como polvo, por lo cual no era posible colocarlo directamente en el portamuestras, por ello, se prepara como una solución; el otro elemento utilizado fue el germanio de alta pureza.

Después de tener los elementos con la mayor limpieza posible, para evitar que en el espectro de rayos-X aparezcan líneas que pudieran dificultar el análisis de estos, se procedió a colocar los blancos gruesos sobre el portamuestras y en seguida se cierra la cámara de dispersión. Posteriormente se puso en funcionamiento el sistema de vacío, cuyos pasos a seguir ya fueron anteriormente citados. Después de alcanzar un vacío de 1×10^{-6} Torr se puso en marcha el acelerador electrostático, y por medio del separador de masas el haz fue deflectado a la línea de conducción a un ángulo de 45° , con una energía del haz de protones de Hidrógeno de 650 KeV. Al incidir el haz de protones sobre la primera muestra (Fe) después de ser colimado con un radio de 1 mm a la entrada de la cámara, los rayos-X producidos son captados por

el detector de Si(LI), proporcionando señales que son llevadas a través del preamplificador, el amplificador, hasta el multicanal donde la información es procesada por la computadora, y el espectro puede ser observado en el monitor de la computadora, en el cual se presenta como una gráfica de canales contra número de cuentas (fotones). El haz de protones se mantiene incidiendo sobre la muestra, hasta que se considera que se tiene la suficiente estadística para poder llevar a cabo el análisis. Para las otras muestras, basta girar la perilla exterior a la cámara y poner en posición la segunda muestra a analizar, y así sucesivamente.

Como se pueden colocar hasta cinco muestras en el portamuestras, se abre la cámara y se realiza el cambio de muestras, enseguida se cierra y se hace el vacío siguiendo los pasos mencionados anteriormente, para poder ser bombardeados.

Con el procedimiento citado se obtienen los valores de los parámetros para la región de baja energía. Para alta energía se utilizan fuentes radioactivas de ^{241}Am , ^{57}Co , ^{137}Cs y ^{132}Ba .

Para obtener los espectros, se coloca la fuente radioactiva sobre el portamuestras y enseguida se cierra la cámara. Posteriormente se pone en funcionamiento el sistema de vacío, en este caso sólo se utiliza un vacío de 1×10^{-3} Torr.

Las fuentes radioactivas se colocan una a la vez, por lo que es necesario abrir la cámara varias veces, es decir, hasta obtener los espectros de todas las fuentes radioactivas. La información obtenida del análisis de los espectros, es utilizada para obtener la curva de calibración.

La función semiempírica (2.40) mencionada anteriormente es corregida por un factor de atenuación debido a la capa de Oro. El espesor de la capa de Oro es determinada en base a la ecuación (2.7) anteriormente citada. Por ello, se bombardea un blanco grueso de Bromuro de Sodio (NaBr), con un haz de protones (H) de 650 keV. Los picos K_{α} y K_{β} del Bromo, así como la L_{α} del Oro que se presentan en el espectro son ajustados a curvas gaussianas. La información obtenida del análisis del espectro se utiliza para determinar el espesor de la capa de Oro.

Posteriormente se colocan dos muestras cuyas concentraciones se desconocen, pero que serán determinadas después de obtener la curva de calibración del sistema de detección, pues se necesita esta curva para poder conocer con precisión las concentraciones de los elementos que constituyen cada una de las muestras. Las 2 muestras son bombardeadas con el haz de protones a la energía citada anteriormente, y así obtener sus espectros para ser analizados.

Se sabe que para detectores con tiempos muertos muy pequeños este factor es insignificante. Sin embargo, para conocer que tan pequeño es el tiempo muerto del detector, se determina por medio del método de las dos muestras [7]. Para ello, se hace uso de dos muestras de ^{137}Cs , el detector, preamplificador, amplificador y un contador.

MEDIDAS Y RESULTADOS

Para obtener la curva de calibración se ha utilizado la siguiente ecuación semiempírica:

$$\epsilon(E) = \eta \exp(-\alpha/E^\beta) [1 - \exp(-\gamma/E^6)] \exp(-\mu t) \quad (4.1)$$

donde los parámetros α y β fueron determinados de acuerdo a la ecuación (2.43) anteriormente citada, donde se hizo uso de la técnica PIXE.

Para determinar los valores de los parámetros involucrados, en la obtención de la curva de calibración en la región de baja energía de los fotones, se utilizaron elementos (blancos gruesos) de alta pureza. Por ello, se ha utilizado el método β/α . Para obtener el valor teórico β/α se ha utilizado el cociente de la ecuación (3.1) citada anteriormente, para β y α respectivamente, donde se ha supuesto que la distribución del haz es uniforme y el elemento de interés homogéneo. El valor de β/α para cada uno de los elementos que aparecen en la tabla número 1 fueron calculados por integración numérica (programa; ver apéndice), mientras que el valor experimental del cociente β/α es obtenido calculando el área bajo cada uno de los picos correspondientes a las líneas K_α y K_β , esto es llevado a cabo para cada uno de los elementos. Las energías de las líneas producidas por los diferentes elementos, fueron identificadas como se describe a continuación.

Para el primer elemento que fue el fierro, en su espectro se observan dos líneas características, muy intensas, correspondientes a las líneas K_α y K_β cuyas energías aparecen en la literatura (61,63). A partir de éstas y conociendo en qué número de canal caen, se pueden verificar que las energías de las líneas características que aparecen en el espectro de cada uno de los elementos citados en la tabla número 2 corresponden a tales elementos. Adicionalmente a esto, y como forma de corroborar que la energía de las líneas características K_α y K_β obtenidas en los espectros de cada uno de los elementos citados (tabla número 1)

concordarán con aquellos que aparecen en la literatura, se utilizó un espectro de ^{241}Am que decae en ^{237}Np , obtenido bajo las mismas condiciones normales de operación que los elementos de la tabla 1

Las líneas características del ^{241}Am pueden ser bien identificadas, y la energía de cada una de ellas aparece en la literatura [63]. Con esto, se puede obtener una ecuación por medio de un ajuste por mínimos cuadrados de la energía contra el número de canal. En este trabajo la ecuación encontrada fue la siguiente:

$$Y = (0.023 \pm 0.00012)X - (0.202 \pm 0.143) \quad (4.2)$$

donde X es el número de canal del pico de interés, y Y la energía correspondiente. Es decir, la energía de las líneas características de los elementos que aparecen en el espectro, pueden ser identificadas con la ecuación (4.2) encontrada, y en consecuencia el elemento que produce tales líneas.

TABLA No. 1

| Elemento | Número Atómico (Z) | Línea | Canal | Energía [63] (KeV) | Energía exp. (KeV) |
|----------|--------------------|--------------|-------|--------------------|--------------------|
| Fe | 26 | K_{α} | 281 | 6.398 | 6.261 ± 0.109 |
| | | K_{β} | 309 | 7.058 | 6.905 ± 0.106 |
| Co | 27 | K_{α} | 304 | 6.923 | 6.790 ± 0.107 |
| | | K_{β} | 335 | 7.649 | 7.503 ± 0.103 |
| Ni | 28 | K_{α} | 328 | 7.470 | 7.342 ± 0.104 |
| | | K_{β} | 361 | 8.265 | 8.101 ± 0.100 |
| Cu | 29 | K_{α} | 353 | 8.038 | 7.917 ± 0.101 |
| | | K_{β} | 390 | 8.905 | 8.768 ± 0.096 |
| Zn | 30 | K_{α} | 378 | 8.628 | 8.492 ± 0.098 |
| | | K_{β} | 419 | 9.572 | 9.435 ± 0.093 |
| Ge | 32 | K_{α} | 432 | 9.871 | 9.734 ± 0.091 |
| | | K_{β} | 480 | 11.042 | 10.838 ± 0.085 |
| As | 33 | K_{α} | 460 | 10.526 | 10.378 ± 0.087 |
| | | K_{β} | 511 | 11.795 | 11.551 ± 0.082 |

Los líneas y energías identificadas en los espectros para los elementos utilizados aparecen en la tabla número 1, citada anteriormente. La energía que se presenta para cada uno de los elementos fue tomada de la literatura [63] después de corroborar, que corresponde a los elementos mencionados.

Después de obtener el número de cuentas y su canal correspondiente, se graficó en papel semilogarítmico el número de canal contra el número de cuentas acumuladas en cada canal. El espectro obtenido de cada uno de los elementos arriba citados se encuentran superpuestos sobre un continuo de radiación de fondo (background), debido principalmente al bremsstrahlung. Por ello, es necesario restar la radiación de fondo y ajustar los picos obtenidos en el espectro a curvas gaussianas. Cuando se tienen líneas cuyas energías son muy cercanas entre ellas, y el sistema de detección no es capaz de separar, entonces en el espectro se observan picos superpuestos. Debido a esto, para poder determinar el número de cuentas bajo cada pico puede ser determinada por integración numérica del pico, y restar el continuo (radiación de fondo) bajo el pico de energía E, así como el método gráfico. En este último, al ajustar a curvas gaussianas, es preciso tener cuidado de no alterar el número de cuentas en un canal determinado [32,49].

Los límites de integración del pico se fijan escogiendo el punto a la derecha y a la izquierda de éste, de energía E, y de tal forma que los puntos fijos, puedan ser fácilmente reproducibles para la obtención de la curva de calibración, incluso cuando se tienen líneas aisladas o múltiples líneas (picos) complejas.

En la tabla número 2 se presentan los valores de λ y \bar{E} , donde se ha utilizado los valores de los cocientes β/α , como se menciona anteriormente. Los valores de λ y \bar{E} fueron ajustados por mínimos cuadrados, obteniéndose la siguiente ecuación:

$$\ln \lambda = -\beta \ln E + 5.904 \quad (4.3)$$

donde $\ln(\alpha \beta) = 5.904$; los valores de α y β aparecen en la tabla número 5. La gráfica obtenida aparece en la figura (4-6).

TABLA No. 2

| Elemento | Numero atómico (Z) | λ | \bar{E} (63) (KeV) |
|----------|--------------------|---------------------|----------------------|
| Fe | 26 | 0.9228 ± 0.0669 | 6.7310 |
| Co | 27 | 1.3678 ± 0.1010 | 7.2895 |
| Ni | 28 | 0.8172 ± 0.0589 | 7.8715 |
| Cu | 29 | 0.6769 ± 0.0474 | 8.4765 |
| Zn | 30 | 0.4688 ± 0.0361 | 9.1055 |
| Ge | 32 | 0.2940 ± 0.0219 | 10.4340 |
| As | 33 | 0.2943 ± 0.0141 | 11.1350 |

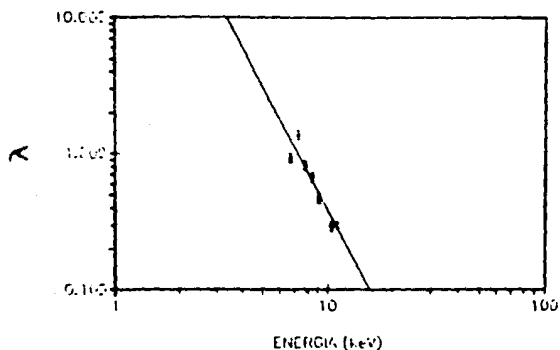


fig. (4-6) Ajuste por mínimos cuadrados del valor λ de las líneas K de los elementos citados en la tabla No. 2, contra \bar{E} , para determinar los parámetros α y β . Gráfico en escala $\log \times \log$.

Para la región de altas energías, se utilizaron fuentes radioactivas calibradas, como se menciona anteriormente. Se determinó la eficiencia de cada uno de las líneas de interés, de los espectros obtenidos, de acuerdo a la siguiente expresión:

$$E = \exp \left(\ln 2 \left(\frac{1}{\tau} \right) N_0 \right) \exp(\mu L) / (T \text{ o } 3.7 \times 10^4) Br \quad (4.4)$$

donde t = tiempo transcurrido, desde que se calibraron las fuentes hasta la fecha en que se llevó a cabo el experimento.

τ = vida media de la fuente radioactiva.

T = tiempo transcurrido, para obtener el espectro de la fuente.

I_0 = intensidad de la fuente, en μCi . $1 \mu\text{Ci} = 3.7 \times 10^4 \text{ des/seg}$.

N_0 = número de cuentas bajo el pico a analizar.

μ = coeficiente másico de atenuación, en (cm^2/g)

L = espesor.

Br = intensidad relativa.

Para determinar el área de cada uno de los picos de interés de los espectros de las fuentes radioactivas, se hizo de forma análoga a los picos de los elementos de la tabla No. 1, como se ha descrito anteriormente.

La eficiencia experimental para cada uno de las líneas de interés de las fuentes, aparecen en la tabla número tres.

Para energías $E > 20 \text{ keV}$, se hizo uso de la ecuación (2.44) y (2.45), en este caso la ecuación toma la siguiente forma:

$$\ln \left[\ln \left[\frac{1}{1-y} \right] \right] = 11.620 - 6 \ln E \quad (4.5)$$

donde $\ln y = 11.620$ (ver ecuación (2.45)). Los valores de 6 y y aparecen en la tabla número 5.

En la tabla número 4 se presentan los valores de $\ln(1/(1-y))$ y las energías E correspondientes.

TABLA No. 8

| Fuente | Líneas | Energía (63) (KeV) | Eficiencia |
|-------------------|----------------------|-----------------------|--------------------------------|
| ²⁴¹ Am | (Nb L ₁) | 11.871 | $(6.7 \pm 0.4) \times 10^{-4}$ |
| | Nb L _α | 13.946 | $(6.0 \pm 0.3) \times 10^{-4}$ |
| | Nb L _β | 17.284 | $(6.3 \pm 0.3) \times 10^{-4}$ |
| | Nb L _γ | 21.075 | $(6.1 \pm 0.3) \times 10^{-4}$ |
| | γ ₁ | 26.350 | $(6.0 \pm 0.3) \times 10^{-4}$ |
| | γ ₂ | 33.200 | $(4.1 \pm 0.3) \times 10^{-4}$ |
| | γ ₄ | 59.540 | $(1.1 \pm 0.1) \times 10^{-4}$ |
| ⁵⁷ Co | Fe K _α | 6.404 | $(2.7 \pm 0.2) \times 10^{-4}$ |
| | Fe K _β | 7.058 | $(3.9 \pm 0.3) \times 10^{-4}$ |
| | γ ₁ | 14.410 | $(6.1 \pm 0.3) \times 10^{-4}$ |
| | γ ₂ | 122.060 | $(1.1 \pm 0.1) \times 10^{-3}$ |
| | γ ₃ | 136.470 | $(7.1 \pm 0.9) \times 10^{-5}$ |
| ¹³⁷ Cs | Ba K _α | 32.100 | $(4.6 \pm 0.2) \times 10^{-4}$ |
| | Ba K _{β1} | 36.378 | $(3.9 \pm 0.2) \times 10^{-4}$ |
| | Ba K _{β2} | 37.255 | $(3.4 \pm 0.2) \times 10^{-4}$ |
| ¹³⁹ Ba | Cs K _α | 30.900 | $(4.7 \pm 0.2) \times 10^{-4}$ |
| | Cs K _{β1} | 34.970 | $(4.1 \pm 0.2) \times 10^{-4}$ |
| | Cs K _{β2} | 36.000 | $(4.0 \pm 0.2) \times 10^{-4}$ |
| | γ ₁ | 53.148 | $(1.3 \pm 0.1) \times 10^{-4}$ |
| | γ ₂ | 79.612 | $(3.9 \pm 0.3) \times 10^{-3}$ |
| | γ ₃ | 80.989 | $(3.8 \pm 0.2) \times 10^{-3}$ |

TABLA No. 4

| Fuente | Energía (KeV) | $\ln(I/I - \gamma)$ | Intensidad μCi |
|-------------------|---------------|---------------------|---------------------------|
| ²⁴¹ Am | 21.075 | 4.185 ± 0.628 | $10.33 \pm 5\%$ |
| | 26.350 | 3.396 ± 0.504 | |
| | 33.200 | 1.105 ± 0.263 | |
| | 59.540 | 0.187 ± 0.022 | |
| ⁵⁷ Co | 122.060 | 0.018 ± 0.002 | $11.34 \pm 4.4\%$ |
| | 136.470 | 0.012 ± 0.002 | |
| ¹³⁷ Cs | 32.100 | 1.366 ± 0.274 | $11.34 \pm 3.7\%$ |
| | 36.378 | 1.000 ± 0.169 | |
| | 37.225 | 0.792 ± 0.129 | |
| ¹³³ Ba | 30.900 | 1.433 ± 0.329 | $11.73 \pm 4.8\%$ |
| | 34.970 | 1.073 ± 0.200 | |
| | 36.000 | 1.050 ± 0.198 | |
| | 53.148 | 0.243 ± 0.031 | |
| | 79.612 | 0.065 ± 0.008 | |
| | 80.989 | 0.063 ± 0.007 | |

En la figura (4-7) se presenta la gráfica del $\ln(I/I - \gamma)$ contra la energía de los fotones.

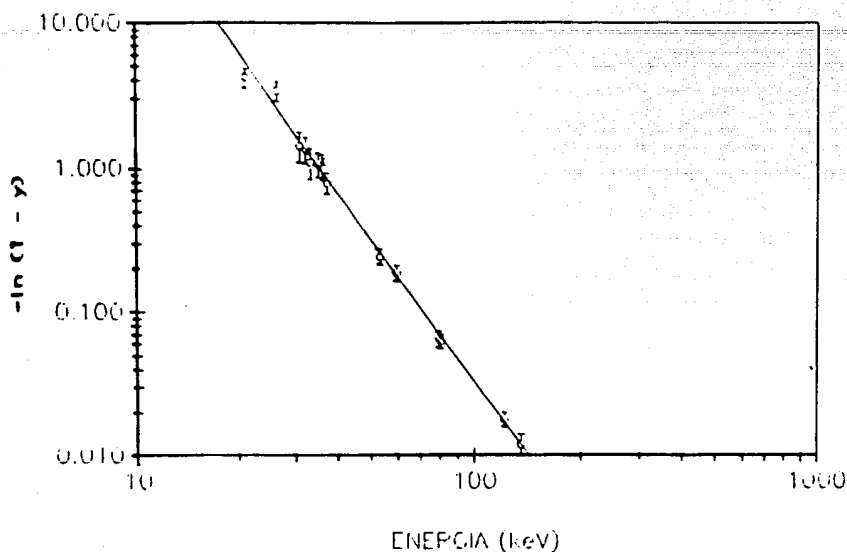


fig. (4-7) Ajuste por mínimos cuadrados de los puntos obtenidos, usando la ecuación (2.43), para los diferentes líneas de las fuentes calibradas, para determinar los parámetros γ y δ .

Recordemos, que en la expresión (4.1) antes citada aparece un factor de atenuación ($\exp(-\mu(E)t)$), debido a la capa de Oro, la cual no se considera en la expresión (2.40) citada anteriormente. Para determinar el espesor de la capa de Oro se ha utilizado la siguiente expresión, basada en la ecuación (2-7) [7].

$$C_L = 0.5 \omega_f L_a E_L [C_k \mu_{Au} / E_k \beta] t \quad (4.6)$$

donde el coeficiente de absorción del Oro (μ_{Au}), fue determinado de acuerdo al método de Tran Phuc Thinh y Jean Leroux [64].

Los valores de $w_p=0.3$ y $f_{L_a}=0.8$ fueron tomados del artículo [7]. ϵ_{K_β} es la eficiencia correspondiente a la línea K_β del Bromo, y ϵ_{L_a} la eficiencia correspondiente a la línea L_a del Oro. C_{K_β} es el número de cuentas de la línea (pico) K_β del Bromo y C_{L_a} es el número de cuentas del pico de la línea L_a del Oro, t el espesor de la capa de Oro.

El área del pico K_β del Bromo y del pico L_a del Oro se determina de forma análoga, a los picos de los elementos de la tabla No. 1. Como se observa en la ecuación (4.6), necesitamos la eficiencia de la línea K_β del Bromo y de la L_a del Oro. Por ello, se hace una primera aproximación de las eficiencias, al calcularlas con la función semiempírica (2.40).

En este caso, el valor experimental del espesor de la capa de Oro es de: $t = 379 \pm 20$ A.

Como podemos observar del valor experimental del espesor de la capa de Oro es mayor que la del especificado por el fabricante.

Recordemos, que otros investigadores [17] al determinar la capa de Oro de su detector utilizado, ha resultado mucho menor que la del especificado por el fabricante.

A continuación, se presentan los valores de los parámetros que aparecen en la ecuación semiempírica (4.1) mencionada anteriormente.

TABLA No. 5

| Parámetro | Valor |
|-----------|--------------------------------|
| α | 123.0 ± 20.0 |
| β | 3.0 ± 0.5 |
| γ | $(11.0 \pm 2.0) \times 10^4$ |
| δ | 3.26 ± 0.05 |
| η | $(6.2 \pm 0.3) \times 10^{-4}$ |

La curva de calibración del sistema de detección determinada, aparece en la figura (4-8).

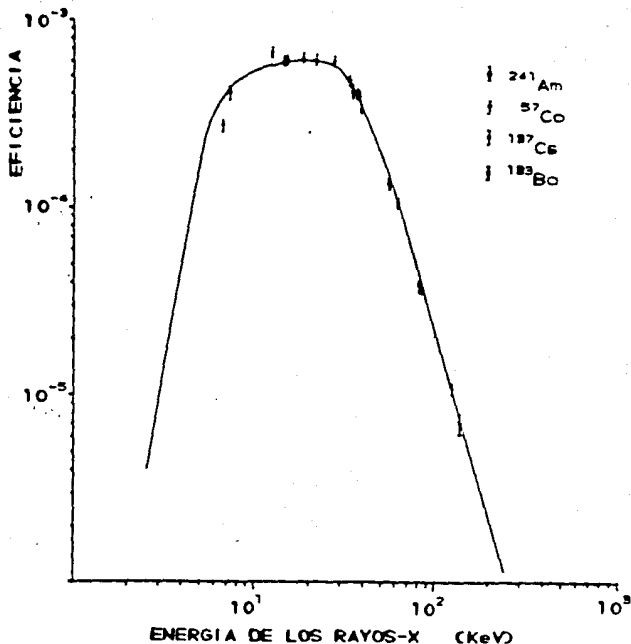


fig. (4-8) curva de eficiencia del detector SIAU. La línea continua es la curva obtenida por la ecuación (4.1).

Como se observa en la figura (4-8) la máxima eficiencia del sistema de detección se obtiene en el intervalo de 10 y 25 KeV. Antes de los 10 KeV la eficiencia del sistema de detección empieza a disminuir conforme disminuye la energía de los fotones, mientras que para energías mayores de 25 KeV la eficiencia empieza a decrecer conforme aumenta la energía de los fotones, como se puede observar en la curva de calibración obtenida.

En el análisis de los datos, no se ha considerado el tiempo muerto del detector, debido a que se considera insignificante. El tiempo muerto obtenido por medio del método de los dos muestras (1) fue de $2.20 \pm 0.04 \mu\text{s}$.

Para determinar las concentraciones de los diferentes elementos que componen la muestra uno (Pd,Cu,Au) y la muestra dos

(Sn,Pb), se hace uso de la expresión (3.1) contemplada en un programa de computador.

Para poder llevar a cabo el análisis (concentraciones), se determinó el número de fotones de rayos-X de los espectros obtenidos de la muestra uno y dos. Para la muestra uno, se obtuvo del espectro el número de fotones de las líneas (picos) K_{α} del Paladio, L_{α} del Oro y K_{α} del Cobre, así como las líneas L_{α} del Estaño y L_{α} del Plomo correspondientes a la muestra dos.

El número total de fotones de rayos-X para cada elemento que componen las muestras están corregidos por la eficiencia del sistema de detección.

Las concentraciones de los diferentes elementos se obtienen cuando el número de fotones de rayos-X calculado coincide con los valores experimentales.

A continuación se presenta la tabla de las concentraciones de los elementos que componen las muestras.

Tabla No. 6

| Muestra | Elemento | |
|---------|----------|-------------------|
| 1 | Pd | (97.826 ± 0.783)% |
| | Cu | (0.980 ± 0.012)% |
| | Au | (1.194 ± 0.013)% |
| 2 | Sn | (94.840 ± 2.372)% |
| | Pb | (5.160 ± 0.057)% |

4.4 CONCLUSIONES

De acuerdo a los resultados obtenidos, el valor de los parámetros β y δ son muy aproximados a los valores teóricos [28]. Los valores de estos parámetros ya han sido determinados por otros investigadores [31,32], y las discrepancias surgidas que se ve reflejada en algunas curvas de calibración, sobre todo muy notorio para la parte de baja energía, la atribuyen a la autoabsorción así como a la colección de carga incompleta. Como podemos observar de la curva de calibración del sistema de detección obtenida en este laboratorio, para altas energías, el método empleado ajusta muy bien la función semilempírica a los datos experimentales, mientras que para bajas energías, la técnica PIXE empleado con blancos gruesos de alta pureza para la obtención de los parámetros requeridos, la función semilempírica no se ajusta muy bien. Esto se puede atribuir, en blancos gruesos, a la autoabsorción. Sin embargo, en este momento en el laboratorio se empieza a adquirir nuevo material, por lo que una nueva posibilidad es utilizar películas delgadas y observar qué tanto cambiaría nuestra curva de calibración.

Recordemos que la ecuación (2.40) utilizada por otros investigadores [26,32] no toman en cuenta la capa de Oro. En este caso, se calculó el espesor y se tomó en cuenta para la obtención de la curva de calibración. Al considerar la capa de Oro en la curva de calibración, se observa una disminución en la eficiencia del sistema de detección, pero es más notable en la región de baja energía, ya que donde empieza la meseta hacia altas energías el considerar la capa de Oro es prácticamente insignificante conforme aumenta la energía de los fotones.

Por otro lado, el uso de fuentes radioactivas, como las que se utilizaron en este laboratorio, tienen la desventaja de que para obtener el espectro de cada una de las fuentes, se necesitan tiempos que oscilan entre 2.5 y 16.5 horas para obtener una buena estadística. Sin embargo, no se puede decir que en general es una desventaja, debido a que existen laboratorios en el mundo donde se

dispone de fuentes radioactivas de mayor intensidad que las utilizadas en este trabajo, y dependiendo de qué tan intensas sean, se necesita del equipo adecuado para su manejo. Esto último es una desventaja si en el laboratorio no se dispone del equipo. Es por ello que se trata de tener un buen método de calibración sencillo, rápido y con un equipo no muy sofisticado.

Además, como se ha visto en el estudio de los métodos de calibración, la utilización de fuentes radioactivas evaporadas ofrece mejores resultados, como ha sido constatado por los investigadores [24].

Como se puede observar de la expresión (3.1) para llevar a cabo la cuantificación de las dos muestras se ha utilizado la curva de calibración obtenida, es decir, para la muestra uno, que esta compuesta por paladio, oro y cobre, al calcular la eficiencia para estos elementos con la ecuación (4.1), éstos caen prácticamente en la meseta de la curva de calibración. Por esto, los valores obtenidos en la cuantificación son mucho más confiables que los obtenidos para la muestra dos compuesta por plomo y estaño. Esto es debido a que al calcular la eficiencia para la línea L del estaño, cae en la región de baja energía (a la izquierda de la meseta), que es la zona donde la eficiencia empieza a disminuir y se tiene mayor incertidumbre. Sin embargo el uso de la técnica PIXE, en la actualidad ha tomado un gran auge debido a que ha dado mejores resultados que otros métodos utilizados, sobre todo cuando se trata de una técnica que no destruye las muestras a analizar y es de análisis multielemental, como se ha constatado en este trabajo, al identificar y cuantificar los diferentes elementos que componen la muestra, aunque hasta el momento sólo es posible identificar a elementos presentes en la muestra con número atómico $Z \geq 13$.

```

DECLARE SUB music ()
DECLARE FUNCTION jarmi (s0, s1, s2, s3, e)
DECLARE FUNCTION espasit (e)
DECLARE SUB kba=energia ()
CLS
CONST pi = 3.14159265, m1 = 1.00, z0 = 1, m0 = 5.29177e-09, m2 = m1 * 1e+007, c = 137.036
DIM SHARED sim0, ro, u0, u1, m, m0, sb0, sb1, sb2, sb3
DIM SHARED z1, z2, m2a, u2, o, m0r, sim0a, v2, theta, dr
DIM SHARED sig0, sig1, sig2, sig3, sig4
SCREEN 0
ON ERROR GOTO manejaerror
CLS
1 INPUT "Elemento Utilizado: "; sus
PRINT "Numero Atómico de "; sus;
INPUT z1
IF z1 > 92 THEN 1
2 INPUT "Unidad de los Archivos de Datos: "; unid
dat10 = unid + "datos1.dat": dat20 = unid + "jarmi.dat"
TYPE dat1
sim0 AS STRING * 2
z AS INTEGER: ze AS INTEGER
ro AS SINGLE: da AS SINGLE: ma AS SINGLE
ka AS SINGLE: ia AS SINGLE
u0 AS SINGLE: u1 AS SINGLE: u2 AS SINGLE: u3 AS SINGLE
omeg0 AS SINGLE: omeg1 AS SINGLE: tba AS SINGLE
END TYPE
TYPE jarmi
z AS INTEGER: s0 AS SINGLE: s1 AS SINGLE: s2 AS SINGLE: s3 AS SINGLE
END TYPE
DIM datavar1 AS dat1: DIM datajarmi AS jarmi
OPEN dat10 FOR RANDOM AS #1 LEN = LEN(datavar1)
IF ERR = 76 THEN 2
GET #1, z1 = 2, datavar1
sim0 = datavar1.sim0: ze = datavar1.ze
ro = datavar1.ro: da = datavar1.da: ma = datavar1.ma
ka = datavar1.ka: ia = datavar1.ia
u0 = datavar1.u0
m1 = datavar1.omeg0: m2 = datavar1.omeg1: tba = datavar1.tba
CLOSE #1
OPEN dat20 FOR RANDOM AS #1 LEN = LEN(datajarmi)
IF ERR = 76 THEN 2
GET #1, z1, datajarmi
sb0 = datajarmi.s0: sb1 = datajarmi.s1: sb2 = datajarmi.s2: sb3 = datajarmi.s3
CLOSE #1
z0 = z1 - .3: m2a = m2 * 1022.857: u2 = u0 / 27.2116
m = m1 * m2 / (m1 + m2): m0r = m * 1022.857: sim0e0 = 1E+24 * 8 * pi * pi / 2 * (z0 + 1) * z0 - 4
v2c = z0: theta = 2 * u2 / z0 ^ 2
CALL kba=energia
END

```

```

* Manejo de errores:
SELECT CASE ERR
CASE 5
PRINT "La Energía se Ha Vuelto Negativa."
RESUME NEXT
CASE 11
PRINT "¡Cuidado! Se Está Dividiendo Entre Cero."
RESUME NEXT
CASE 25, 27
LOCATE 1, 1
PRINT "La Impresora Está Apagada o No Tiene Papel."
RESUME
CASE 52
PRINT "Este Nombre de Archivo No es Valido. Iete Corregirlo."
PRINT "Debe Comenzar de Nuevo."
DO: LOOP UNTIL INKEY < " "
ENI:
RESUME
CASE 53
PRINT "Los Archivos de Datos No se Encuentran en Esta Unidad de Disco."
PRINT "Coloque el Disco Correcto y Corra Cualquier Tecla."
DO: LOOP UNTIL INKEY < " "
RESUME
CASE 61
PRINT "El Disco Esta Lleno. Cambielo y Corra Cualquier Tecla."
DO: LOOP UNTIL INKEY < " "
RESUME
CASE 64
PRINT "Este Nombre de Archivo No es Valido. Iete Corregirlo."
PRINT "Iete Comenzar de Nuevo."
DO: LOOP UNTIL INKEY < " "
ENI:
RESUME
CASE 65
PRINT "El Disco no Esta Listo."
PRINT "Introduzcalo ó Baje la Palanca de la Unidad."
RESUME
CASE 76
PRINT "La Especificación de Directorio No es Correcta."
PRINT "Iete Corregirla Iesones de Comenzar de Nuevo."
DO: LOOP UNTIL INKEY < " "
ENI:
RESUME
CASE ELSE
PRINT "Error No Detectable."
PRINT "Debe Comenzar de Nuevo."
DO: LOOP UNTIL INKEY < " "
ON ERROR GOTO 0
ENI: SELECT

```


FUNCTION ecossr(x)

```
ela = e1 * 1600000 / 27.2116
eta1 = 2 * ela / (m1 * z1) ^ 2
v1 = 137.03 * SQRT(1 - 1 / (1 + e1 * (1931.496 * m1) ^ 2))
cs1h = 2 * v1 / (theta1 * v2)
b = zh * z2 / (m1 * v1)
c1 = 1.51 * m1 * c1 / cs1
SELECT CASE m1
CASE 15 TO 11
  fun1 = 0
CASE 3 TO 11
  fun1 = 2 * EXP(-2 * m1) / m1 + 1.6
CASE .035 TO 3
  fun1 = EXP(-2 * m1) / (.031 + z1 * m1 ^ .5 + .005 * m1 - .069 * m1 ^ 1.5 + .324 * m1 ^ 2)
CASE 0 TO .035
  fun1 = .75 * pi * (LOG(1 / m1) - 2) - 11
CASE ELSE
  PRINT "Error en el Calculo": EN
END SELECT
h1 = 2 * fun1 / (theta1 * cs1) ^ 3
g1 = (1 + 3 * cs1 + 31 * cs1 ^ 2 + 93 * cs1 ^ 3 + 11 * cs1 ^ 4 + 25 * cs1 ^ 5 + 41 * cs1 ^ 6 + .515 * cs1 ^ 7) / (1 + cs1)
dzetal = 1 + (2 * zh / (z2 * theta1)) * (g1 - h1)
IF 1 - 4 * (dzetal / cs1) ^ 2 / (m1 * dzetal * theta1) < 0 THEN ecossr = 0: GO TO 10
zetal = SQRT(1 - 4 * (dzetal / cs1) ^ 2 / (m1 * dzetal * theta1))
dzredetal = 4 * (dzetal / cs1) ^ 2 / (m1 * dzetal * theta1)
arg10 = 6 * pi * zh * (dzetal / cs1) ^ 3 * (z2 / z1) / (m1 * dzetal * theta1) ^ 2 * zetal ^ 2 + zetal
exp10 = (EXP(-arg10) / (arg10 + 10) + (1 + 10 / (arg10 + 10) ^ 2 + 10 * (10 - 2 * arg10) / (arg10 + 10) ^ 4
+ 10 * (6 * arg10 ^ 2 - 6 * 10 * arg10 + 100) / (arg10 + 10) ^ 6)
cebl = 9 * exp10
r1 = .4 * (z2 / (1 + 2 * (cs1 / dzetal))
m1 = SQRT(1 + 1.1 * pi ^ 2) * v1
cs1r = SQRT(m1) * cs1
argf1 = cs1r / dzetal
fun1 = (19 * zetal - 1) * (1 + zetal) + 3 * (5 * zetal + 1) * (1 - zetal) / 2 + (2 * zetal + 1)
IF argf1 < 1 THEN f1 = (2 + 5 / 45) * (argf1 - 6) + .11 + 1.72 * (argf1 - 2) / 4 ELSE f1 = 1 / (argf1 ^ 2)
sigm1e = (sigm10 / (dzetal * theta1)) * f1
ecossr = cebl * fun1 * sigm1e
erre = .8551 + .1267 * cs1 + .001632 * cs1 ^ 2 - .02003 * cs1 ^ 3 + .003685 * cs1 ^ 4 - .0001417 * cs1 ^ 5
IF z1 < 30 THEN ecossr1 = ecossr * erre ELSE ecossr1 = ecossr
```

100 END FUNCTION

FUNCTION jarr(s0, s1, s2, s3, e)

```
elev = e * 1600
esp = 1 / (s0 + (s1 / elev ^ .4) + s2 * elev ^ .25 + s3 * elev ^ .8)
jarr = da * 1E-21 * esp
END FUNCTION
```


REFERENCIAS

- 1.- G. F. Knoll, *Radiation Detection and Measurement* (Wiley, New York, 1979).
- 2.- C.S. Garner, *J. Chem. Educ.*, 26:542 (1949).
- 3.- A.P. Boerg, *Nucl. Instr. and Meth.*, 112, 95 (1973).
- 4.- J. Legrand, M. Blondel and P. Magner, *Nucl. Instr. and Meth.*, 112, 101 (1973).
- 5.- P.J. Compton, *Nucl. Instr. and Meth.*, 112, 77 (1973)
- 6.- Boylestad Nashelsky, *Electrónica (teoría de circuitos)*, Ed. Prentice Hall.
- 7.- J.S. Hansen et al. *Nucl. Instr. and Meth.*, 106 (1975) 365.
- 8.- E. Storm and H. I. Israel, *Nucl. Data tables A7(1970) 565.*
- 9.- R. E. Wood, J.M. Palms and P.V. Rao, *Phys. Rev.* 187 (1969) 1497.
- 10.- H. U. Freud, J. S. Hansen, E. Karttunen and R. W. Fink, *Proc. Intern. Conf. Radioactivity In Nuclear Spectroscopy, Nashville* (Gordon and Breach Publ; New York, 1972)P. 623.
- 11.- David Damien Cohen, *Nucl. Instr. and Meth.* 178 (1980) 481-490.
- 12.- J. W. Mayer and E. Rimini, *Ion beam handbook for material analysis* (Academic Press, N. Y., 1977)P. 454.
- 13.- P. Richard, T. I. Bonner, F. Furuta, I. L. Morgan and J. P. Rhodes, *Phys. Rev. A1* (1970) 1044.
- 14.- J. L. Campbell and L. A. McNellis, *Nucl. Instr. and Meth.*, 98 (1972) 433.
- 15.- A. P. Kusehevski and Z. B. Alfassi, *Nucl. Instr. and Meth.*, 117 (1974) 519.
- 16.- J. L. Campbell and L. A. McNellis, *Nucl. Instr. and Meth.*, 117 (1974) 519.
- 17.- W. Maenhaut and H. Raemdonck, *Nucl. Instr. and Meth.*, B1 (1984) 123-136.
- 18.- J. Billiet, R. Dams and J. Hoste, *X-ray Spectrom.* 9 (1980) 206.

- 19.- S. J. B. Reed and N. G. Ware, J. Phys. E5 (1972)582.
- 20.- H. Paul, IEEE Trans. Nucl. Sci. NS-28 (1981) 1119.
- 21.- J. H. Scofield, Phys. Rev. A9 (1974) 1041.
- 22.- K. Shima, K. Umetani and T. Mikumo, J. Appl. Phys. 5 (1980) 846.
- 23.- B. Rosner, D. Gun and L. Shabason, Nucl. Instr. and Meth., 131 (1975) 81-83.
- 24.- J. L. Campbell and P. L. Maghee, Nucl. Instr. and Meth., A248 (1986) 393-404.
- 25.- K. Shima, K. Umetani and T. Mikumo, J. Appl. Phys. 51 (1980) 846.
- 26.- William J. Gallagher and Sam J. Cipolla, Nucl. Instr. and Meth., 122 (1974) 405-414.
- 27.- R. E. Wood P.V. Rao, O. H. Puckett and J. M. Palms, Nucl. Instr. and Meth., 94 (1971) 245.
- 28.- K. Gottfried, Quantum Mechanics, Vol. 1 (W. A. Benjamin, Inc, New York, 1966)P. 463.
- 29.- D. W. Marquart, J. Soc. Indust. Appl. Math., 11 (1963) 431.
- 30.- P. R. Berington, Data reduction and error analysis for the physical Sciences (Mc Graw-Hill Book Co., New York, 1969) P.235.
- 31.- J. L. Campbell, H.H. Jorch and J. A. Thompson, Nucl. Instr. and Meth., 140 (1977) 167-173.
- 32.- E. C. Montenegro A. Oliver, F. Aldape, Nucl. Instr. and Meth., B12 (1985) 453-457.
- 33.- G.F. Knoll, Radiation Detection and Measurement (Wiley, New York, 1979)P.
- 34.- Table of Isotopes, 17th ed., C. Michael Lederer and U. S. Shirley (Wiley, New York, 1978) Appendix 25. P. 4.
- 35.- B. Chauvenet, J. Morel and J. Legrand, Inst. J. Appl. Radiat. Isot., 34 (1983) 479.
- 36.- E.C. Montenegro, G. B. Baptista and P.W. E. P. Duarte, At. Data and Nucl. Data Tables 22 (1978) 131.
- 37.- W.N. Lennard and D. Phillips, Nucl. Instr. and Meth., 166 (1979) 521-529.

- 38.- G. Basbas, W. Brandt and R. Laubert, Phys. Rev., A17 (1978).
- 39.- I. Orlic, W.J.M. Lenglet and R. D. VIS, Nucl. Instr. and Meth. A276 (1989) 202-209.
- 40.- K. Shatendra K L. Alavadi and B.S. Sood, Phys. Rev. A31 (1985) 2918.
- 41.- I. Orlic, Fizikalni Efekti u Kratnoj; Analizi Spektroskopijom Karakteristicnih X-zraka, Master Thesis, Zagreb (1983).
- 42.- S.M. Tang, P. Kump, C. T. Yap and M. C. Bilal, X-Ray Spectr. 15 (1986) 289.
- 43.- M. Pajek et al., Nucl. Instr. and Meth., B42 (1989) 346-358.
- 44.- H. Paul y J. Muhr, Phys. Reports 135 (1986) 47.
- 45.- Javier Miranda M. , Tesis doctoral (1988).
- 46.- H.H. Andersen and J. F. Ziegler, Stopping Powers and Ranges In all Elements, Vols. 1-6. (Pergamon Press ,N.Y., 1977).
- 47.- J. F. Janni, At Data Nucl. Data Tables 27 (1982) 147,341.
- 48.- C. Eppacher and D. Semrad, Nucl. Instr. and Meth., B35 (1988) 109-117.
- 49.- J. Carlos Cheong Wang, Tesis de licenciatura (1988).
- 50.- W. Bambynek, B. Craseman, R.W. Fink, H.U. Freud, H. Mark, C.D. Swift, R.E. Price y P.V. Rao, Rev. Mod. Phys. 44(1972) 716.
- 51.- Basbas, W. Brandt y R. Laubert, Phys. Rev. A7 (1973) 983.
- 52.- W. Brandt y G. Lapicki, Phys. Rev. A23 (1981) 1717.
- 53.- Z. Smit, Nucl. Instr. Meth., B36 (1989) 254-258.
- 54.- Folkman et al. Nucl. Instr. and Meth., 116 (1974) 487-499.
- 55.- Javier Miranda M., Tesis de licenciatura.
- 56.- Johansson et al., Nucl. Instr. Meth. 137 (1976) 473-516.
- 57.- Fin Folkman, Journal of physics; E8 (1975) 429.
- 58.- M.J. Renan, X-Ray Spectrometry, Vol. 9, No. 2, 1980.
- 59.-The model AN 700.Positive Ion Accelerator, High Voltage Engineering Instruction Manual.
- 60.- F.J. Ruiz, Tesis de licenciatura (1990).
- 61.- J.W. Mayer and E. Rimini , Ion beam handbook for material analysis (Academic Press,N.Y.,1977)P.
- 62.- Ortec model No. SLP-06165 Si(Li) X-Ray Detector Description.
- 63.- J.W. Mayer and E. Rimini, Ion beam handbook for material

analysis (Academic Press, N.Y., 1977)p.

64.- Than Phuc Thinh and Jean Leroux, X-Ray Spectrometry 8(1979)85