



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

FACULTAD DE CIENCIAS

"PRODUCCION Y ANALISIS DE TRAZAS DE IONES DE CARBONO EN CR-39"

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL TITULO DE:

F I S I C A

P R E S E N T A :

VANESA PAOLA ROMO HERNANDEZ ROJAS

DIRECTOR DE TESIS: DR. JORGE RICKARDS CAMPBELL

FACULTAD DE CIENCIAS
MEXICO, D.F.

2000



28/1/00



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

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

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



UNIVERSIDAD NACIONAL
AUTÓNOMA DE
MÉXICO

MAT MARGARITA ELVIRA CHÁVEZ CANO
Jefa de la División de Estudios Profesionales
Presente

Comunicamos a usted que hemos revisado el trabajo de Tesis:

“Producción y análisis de trazas de iones de carbono en CR-39”

realizado por Romo Hernández Rojas Vanesa Paola

Con número de cuenta 9150770-1 , pasante de la carrera de Física

Dicho trabajo cuenta con nuestro voto aprobatorio

Atentamente

Director de tesis
Propietario

Dr. Jorge Rickards Campbell

Propietario

Dr. Guillermo Espinosa García

Propietario

Dra. María Isabel Gamboa de Buen

Suplente

M en C Olga Leticia Avila Aguirre

Suplente

Dr. José Luis Ruvalcaba Sil

Consejo Departamental de Física

Dra. Patricia Goldstein Menache
Coordinadora de Licenciatura

**A Natalia †
por mostrarme que la magia existe.**

**A mi abue Alicia
Por su manera de dar amor en cada suspiro.**

**Sin ellas las cosas bellas no lo serían tanto
tendría miedo de la noche oscura
y no podría ver las estrellas.**

AGRADECIMIENTOS

Al **Dr. Jorge Rickards Campbell**, por dirigir mi trabajo de tesis y compartir conmigo su experiencia .

A mis sinodales:

Guillermo Espinosa García
María Isabel Gamboa de Buen
Olga Leticia Avila Aguirre
y José Luis Ruvalcava Sil

por sus comentarios a esta tesis.

A **Karim U. López Guzmán** por el manejo del acelerador Pelletron y por hacer mas amenas las no siempre cortas jornadas de trabajo.

Al **Laboratorio de Aplicaciones a la Dosimetría** y en especial a **José Ignacio Golzarri** por sus consejos.

En el diseño y construcción del portamuestras al **M. en C. Jesús Armando Lara Velázquez**, al **Ingeniero Francisco Mercado**, y al **técnico Ricardo Ramírez Jiménez**.

Así como a los proyectos de **CONACYT FO36-E9109** y **G0010-E**.

Quiero agradecer:

A mis padres

María Eugenia Hernández Rojas Pérez Gallardo y Rubén Romo Mondragón

Mami y Pá

Porque con su ejemplo me han dado un mundo hermoso, con pequeñas cosas que disfrutar y grandes metas que conseguir, siempre con una sonrisa. .
... Y sobre todo, por tanto amor.

A **Armando**, por coincidir una mañana tibia de primavera (. un beso más).

A mi llovizna **Laura** y a **Iván** por su amistad.

A mis amigos y maestros; **Javier Miranda Martín del Campo** y **Jesús Armando Lara Velázquez**.

A los amigos con los que conocí la facultad de Ciencias; **la dulce Rosario, Isaura, Alejandra, Benjamín, Nora y Giselle**.

A mis amigos: **Magdalena, Arcadio, Claudia, Luis Aalberto, Claudio y Adrián** Por las muchas fiestas, bromas, juegos y pláticas, que hicieron mi estancia en el IFUNAM inolvidable

Al departamento de Física experimental

Y el apoyo de todos y cada uno de aquellos que un mucho mas cerca o un nada mas lejos, me han seguido la pista y me han acompañado en cada paso que doy.

Contenido

1	INTRODUCCION	3
2	Aspectos básicos sobre trazas en sólidos.	6
2.1	Marco Histórico	6
2.2	Tipo de partícula	7
2.3	Clasificación	8
2.4	Materiales detectores	8
2.5	Visualización y análisis	9
2.5.1	Grabado (Ataque químico)	9
2.5.2	Geometría de una traza grabada	9
2.5.3	Herramientas para conteo y medición	10
3	Procesos básicos de frenado y de dispersión de iones	12
3.1	Cinemática de una colisión	12
3.1.1	Factor cinemático	13
3.1.2	El blanco	14
3.2	Flujo de un haz de partículas	14
3.3	Sección diferencial	15
3.4	Retrodispersión de Rutherford	16
3.4.1	Un espectro RBS	16
3.5	Poder de frenado de iones en materia	17
3.6	Frenado electrónico	20
3.6.1	Alcance	21
3.7	Aproximaciones de blanco grueso	22
4	Modelos de la formación de trazas en polímeros	25
4.1	Fenómenos que dan origen a una traza latente	25
4.2	Evolución de una traza grabada	29
5	Método experimental	35
5.1	Planteamiento general del experimento	35
5.2	Producción de trazas	36
5.2.1	El acelerador Pelletron	36

<i>CONTENIDO</i>	2
5.2.2 Exposición a radiación ionizante	37
5.3 Grabado	39
5.4 Conteo, Registro y Caracterización	40
6 Resultados y Análisis	42
6.1 Espectros RBS	42
6.2 Mediciones en las muestras de CR-39 (DTS)	44
6.3 Cálculos con el TRIM y comparación con el modelo	52
6.4 Análisis de errores	58
6.4.1 Producción	59
6.4.2 Grabado	64
6.4.3 Lectura de las trazas	65
7 Conclusiones	67

Capítulo 1

INTRODUCCION

A finales de los años 50, se descubre que hay materiales que son capaces de registrar la huella de partículas nucleares e iones pesados cuando inciden en ellos. A esta huella, que no es más que un patrón muy fino de daño intenso, se le denomina traza latente; existen dos grandes grupos de materiales con esta característica; los minerales (obsidiana, cuarzo, etc.), y los polímeros.

En los polímeros la traza latente es apenas observable. Para su estudio son sometidos a tratamientos de erosión que permiten observar las trazas con ayuda de instrumentos no muy potentes como un microscopio óptico.

El descubrimiento de estos materiales denominados "Detectores por trazas en sólidos" (DTS), fue explotado principalmente en el campo de la dosimetría de la radiación, en el cual se les encontraron aplicaciones inmediatas, como por ejemplo cuantificar radón, elementos transuránicos, radiación cósmica e iones pesados, entre otras. Es por esto que en un principio las investigaciones sobre estos materiales se realizaron con partículas provenientes de fuentes radiactivas (emisores de α , fragmentos de fisión, iones pesados, etc.). Con estos trabajos se encontró que los polímeros son excelentes en el registro de partículas pesadas (Capítulo 2). Aún cuando no se conocieran los fenómenos involucrados en la formación de trazas, las aplicaciones de los DTS fueron creciendo. Conforme se contó con partículas provenientes de fuentes de iones y aceleradores, las posibilidades de analizar dichos fenómeno se fueron haciendo cada vez más amplias. Se ha estudiado qué materiales son más sensibles a qué partículas, y qué posibilidades hay de ampliar su uso como detectores de radiación; pero estas preguntas prácticas serían más fáciles de responder si se entendiera qué procesos dan lugar a la formación de trazas en los materiales.

Para un estudio de trazas nucleares es necesario contar con un dispositivo experimental en el que las condiciones de irradiación del material esten controladas, es decir que se conozcan la energía, dirección de incidencia y estado de carga de los proyectiles. También es conveniente contar con varios iones, para que el número atómico pueda ser una variable a relacionar con las características de las trazas y el estudio sea más general. Algo muy importante es que este dispositivo permita tener una densidad adecuada de trazas en el material.

El objetivo de este trabajo fue producir trazas latentes en un polímero, para posterior-

mente obtener información sobre la interacción partícula-material, relacionando los parámetros medibles en las trazas formadas, con los parámetros de las partículas que les dieron origen.

Para cumplir con las condiciones antes mencionadas se diseñó un experimento de "retrodispersión de Rutherford" (RBS) que fue realizado en el acelerador Pelletron del Instituto de Física de la UNAM. Se eligió un blanco formado por una capa delgada de oro sobre un sustrato de carbono, lo cual permitió tener partículas prácticamente monoenergéticas incidiendo en las muestras de un polímero denominado CR-39; este dispositivo nos permitió también tener incidencias normales en las muestras y una adecuada densidad de trazas. Para este trabajo en particular se utilizó un haz de carbono, pero el acelerador Pelletron permite trabajar con otros haces en un amplio intervalo de energías. (Un análisis más detallado de las posibilidades de trabajo con este equipo se menciona en la subsección Análisis de errores). Los principios físicos involucrados en la irradiación se explican en el capítulo 3; las teorías de formación de trazas en el capítulo 4.

Después de realizar el experimento de RBS que nos permitió obtener trazas en el CR-39, se sometió el material irradiado a un proceso de visualización (grabado químico), obteniendo lo que llamamos trazas grabadas. Se midieron las dimensiones de las trazas grabadas, relacionándolas con los parámetros controlados al momento de irradiar (Capítulo 5). De estas medidas se obtuvieron como resultado curvas de diámetro de traza grabada vs. energía del ion incidente, para distintos tiempos de grabado. También se graficó cómo crece el agujero formado como consecuencia del paso de la partícula, como función del tiempo de grabado para distintas energías incidentes (Capítulo 6).

A las energías trabajadas, 1.5 a 10 MeV aproximadamente, se sabe que el frenado electrónico domina por varios ordenes de magnitud al nuclear. Este hecho, además de los trabajos previos realizados al respecto, nos llevan a buscar una relación entre el tamaño de la traza grabada y algún parámetro relacionado con el frenamiento electrónico, como lo son el poder de frenado electrónico dE/dx , la ionización primaria J , y la energía depositada por rayos delta, entre otros. También es importante resaltar que para el caso de trazas en polímeros se cree que un buen modelo de mecanismo de formación debe considerar tanto el daño provocado por fenómenos directos o primarios del ion al atravesar el material, como el de fenómenos secundarios desencadenados.

Con este trabajo se logró en primera instancia diseñar un dispositivo que permite tener control de los parámetros requeridos para hacer un estudio de trazas en sólidos, logrando incidencias monoenergéticas y normales a las muestras, además de poder barrer un intervalo de energías bastante amplio con el acelerador usado.

Las gráficas obtenidas experimentalmente se comportan según los modelos reportados por autores previos [34], y su comportamiento se intenta aún asociar a algún parámetro de pérdida de energía debido a interacción del ion con los electrones del material (Capítulo 4)

De este experimento se observa que el daño producido al CR-39 por el ion incidente se limita a una zona muy bien localizada, la cual es susceptible a ser desgastada químicamente mucho más rápido que la velocidad natural de desgaste del polímero.

El análisis hecho a los datos obtenidos, y los cálculos teóricos que se anexan, muestran la utilidad del uso de este dispositivo experimental para investigar las propiedades de los detectores sólidos por trazas.

Capítulo 2

Aspectos básicos sobre trazas en sólidos.

El paso de iones energéticos por algunos materiales, como plásticos, vidrios, micas, etc. produce zonas de daño que se denominan trazas latentes, las cuales pueden hacerse visibles mediante un proceso de ataque químico. Esto da como resultado trazas que pueden ser observadas mediante un microscopio óptico.

2.1 Marco Histórico.

Las trazas se han formado en los materiales desde el inicio de la creación, pero los científicos tuvieron interés en ellas hasta finales de los años cincuenta, en que D. A. Young encontró que los cristales de LiF con que trabajaba presentaban trazas después de haber estado en contacto con una muestra de uranio, y la cantidad de trazas coincidía con el número estimado de fragmentos de fisión que debían haber llegado al cristal [14]. Más tarde Silk y Barnes en 1959 [33]; reportaron haber observado trazas de fragmentos de fisión en mica con un microscopio electrónico de transmisión[9].

En los albores de la investigación sobre trazas nucleares, y una vez conocido el modo de grabarlas, se creyó que la formación de trazas estaba lo suficientemente estudiada y no se le vislumbraban aplicaciones inmediatas, pero esto cambió a partir de dos hechos [34]: a) se encontró que las trazas de partículas nucleares de distintos tipos y distintas energías registradas en el mismo material detector, presentaban un comportamiento distinto en el transcurso de su proceso de grabado químico; y b) también se encontró que los parámetros o propiedades de las trazas latentes y grabadas, podían ser afectados de diversas maneras, por ejemplo, que los parámetros externos (como la temperatura) jugaban un factor que no podía ser despreciado.

A mediados de los años 60 se propuso que el diámetro de trazas grabadas, medible en la superficie del material detector, dependía de parámetros de la partícula incidente tales como energía y tipo de partícula [35]. Fleischer y Price utilizaron la información obtenida de diámetros de trazas grabadas de fragmentos de fisión en detectores de vidrio, para formular

un modelo que explica el proceso de grabado químico. Este modelo plantea que la zona afectada por la partícula en su paso por estos materiales es un cono; los principios básicos de este modelo siguen siendo válidos. El modelo geométrico de la formación de las trazas grabadas fue extendida en 1968 por Benton, quien explicó la cinética del grabado de trazas formadas por iones pesados. En 1973, G. Somogyi y S. A. Szalay publican un artículo en el cual se explica el desarrollo del diámetro de la traza durante su proceso de grabado; en este artículo plantean que se pueden predecir los tamaños de las trazas medidos en la superficie del material grabado, a partir de unos pocos parámetros que es posible medir o calcular, como desgaste del material y alcance del ion [34].

El desarrollo del estudio de trazas nucleares en sólidos ha tenido dos vertientes: Se ha trabajado en probar qué materiales son capaces de formar trazas y permitir su observación, y qué propiedades son las que los hacen sensibles en el registro de partículas cargadas, al respecto varios autores han reportado umbrales para parámetros del material detector, (como por ejemplo la resistividad) a partir de los cuales se forman trazas, sin embargo los números varían considerablemente de un autor a otro. El único hecho fácilmente comprobable y en que todos los autores coinciden es que los detectores de trazas son materiales aislantes (no son buenos conductores eléctricos). Y una segunda vertiente se ha dado a la par del desarrollo tecnológico de los aceleradores de partículas, que ha permitido el bombardeo de distintos materiales para relacionar los parámetros de las trazas grabadas con los parámetros de los proyectiles que les dieron origen.

Los detectores sólidos por trazas (DTS) representan un método de registro que no precisa de tecnología muy complicada, como podrá verse a lo largo de este trabajo. Actualmente se considera confiable, además de tener aplicaciones inmediatas (estudio de materiales, de radiación cósmica, de microporos, de iones de alta energía, aplicaciones arqueológicas, etc.). La mayoría de los trabajos en el campo de las trazas nucleares, se han dedicado a sus aplicaciones, y metodologías de uso, siendo muy pocos los que estudian los mecanismos que llevan a la formación de la traza latente y grabada. Así, los científicos ocupados del desarrollo de teorías de formación de trazas, no han llegado aún a un modelo general.

2.2 Tipo de partícula

Los parámetros de interés de las partículas que darán origen a una traza son: su masa m_1 , su número atómico Z_1 y la energía con que incide en el material. Otro parámetro de interés, no propiamente de la partícula, es el ángulo al cual ésta incida, ya que se ha demostrado que a ciertos ángulos de incidencia los detectores son ciegos [24]. La distribución de trazas en un material, así como el registro de trazas de fondo, puede ser alterada por los efectos térmicos y mecánicos a los que haya sido sometido el material antes de ser expuesto a la radiación [11]. Los DTS sólo son sensibles a partículas que ionizan directamente y cuya masa es mucho mayor que la del electrón. Por lo tanto son sensibles a partículas α , protones, iones pesados y fragmentos de fisión, y ciegos a rayos γ , χ , y β .

2.3 Clasificación

El tipo de daño producido por la radiación en sólidos, depende no sólo de la naturaleza de la radiación ionizante, sino también de las propiedades del sólido mismo. Según el tipo de daño que en ellos se produce, estos sólidos dieléctricos se dividen en dos grupos: cristales inorgánicos y vidrios, y polímeros orgánicos sintéticos. La distinta sensibilidad de estos grupos para registrar trazas es una de sus diferencias más evidentes. Por ejemplo, los minerales pueden registrar fragmentos de fisión, y los polímeros partículas alfa con gran eficiencia.

2.4 Materiales detectores

En la búsqueda de materiales para usarse como detectores sólidos de trazas, los primeros intentos se enfocaron hacia los minerales, pero hacia los años 70 se descubrió que los polímeros eran excelentes DTS, además de tener sensibilidad a energías mucho menores, en general los detectores inorgánicos responden a partículas muy energéticas como los fragmentos de fisión (más de 60 MeV) pero son muy poco sensibles a energías menores a 10 MeV, región en la que los polímeros resultaban altamente sensibles. Entre los materiales poliméricos el Lexan, usado como material de protección, se convirtió por un tiempo en uno de los más valiosos detectores por trazas. El policarbonato CR-39, se comenzó a utilizar a principios de los 80's como detector. Anteriormente se había usado en la industria óptica y en la aeronáutica, pero se encontró que era un detector muy efectivo de partículas alfa entre 0.3 y 13 MeV, un amplio intervalo en energía, pasando a ser el material más usado como DTS. Desde entonces se volvió una tendencia generalizada el desplazar a los minerales, para dar paso a los polímeros como detectores para detectar partículas a bajas energías.

CR-39 es el nombre comercial del polímero carbonato allyl diglycol, cuya composición es $C_{12}H_{18}O_7$ y cuya fórmula desarrollada se muestra en la figura 2.1 [11].

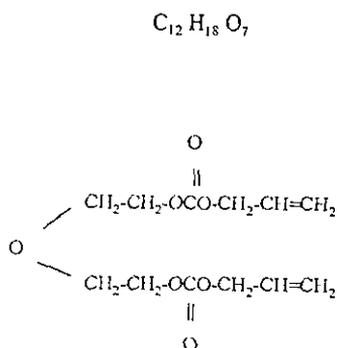


Figura 2.1. Fórmula química del CR-39

Algunas de sus características de nuestro interés son:

- 1) Gran claridad. Su índice de refracción a 20°C es 1.504, un poco menor que el del vidrio (1.52).
 - 2) Estabilidad de sus propiedades ópticas.
 - 3) Transmisión de la luz de un 89 a un 92 %.
 - 4) Gran resistencia a altas temperaturas. Muestra distorsiones mínimas a 130°C, temperatura a la cual se funde el acrílico.
 - 5) Resistencia a la radiación gamma (no se altera su color, ni su respuesta a α 's).
 - 6) Los hidróxidos alcalinos son agentes convenientes para grabarlo.
 - 7) Es más sensible a la exposición de radiación que otros detectores poliméricos.
 - 8) Su uniformidad e isotropía de respuesta ha demostrado que es posible una buena discriminación de energía de protones y partículas alfa.
 - 9) Bajo umbral de detección.
 - 10) Densidad 1.32 g/cm³
- [17].

2.5 Visualización y análisis

2.5.1 Grabado (Ataque químico)

Después de ser expuesto el material detector a radiación ionizante y para la visualización de las trazas formadas, se deberá someterlo a un baño en cierta solución corrosiva que provoque un desgaste de su superficie. Dicho desgaste es preferencial en la zona de incidencia de la radiación y provoca la formación de un cono a lo largo de la trayectoria de la partícula incidente, el cual recibe el nombre de traza grabada.

Este proceso mediante el cual se revela la traza latente, se llama grabado químico. Los parámetros de mayor importancia que influyen en él son los siguientes: características del material detector, solución química empleada, concentración de la solución, temperatura y tiempo de permanencia en ella.

2.5.2 Geometría de una traza grabada

Si bien la geometría de trazas sometidas a un proceso de revelado ha sido estudiada en casos más generales, en la figura 2.2 se muestra ésta en el caso de incidencia normal de la partícula ionizante y para V_H y V_T constantes.

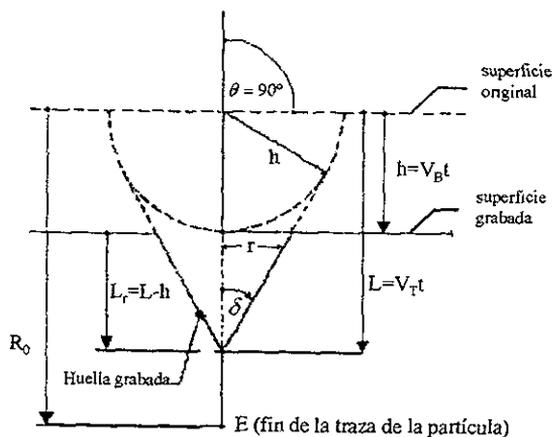


Figura 2.2. Geometría de una traza grabada.

Donde:

V_B es la velocidad con que se desgasta el material en general al someterse al ataque químico superficial;

V_T es la velocidad con que se desgasta el material en la zona afectada por la partícula a lo largo de su trayectoria;

r es el radio del agujero en la superficie del detector, después de ser desgastado,

h el espesor de la superficie desgastada;

L_r la longitud de la traza grabada;

L es el alcance que tuvo el grabado químico a lo largo de la trayectoria de la partícula;

θ el ángulo de incidencia de la partícula

R_0 el alcance de la partícula en el material; y

t el tiempo de grabado químico.

De lo anterior es fácil deducir que una condición para que se formen trazas en un material es que V_T sea mayor que V_B . (En el capítulo 4 se tratan con más detalle las condiciones necesarias para que existan trazas en un material).

Cuando la radiación no incide normalmente, se forma una elipse en la superficie del material grabado; es una convención llamar diámetro mayor y diámetro menor respectivamente a los ejes de ésta elipse, de modo que cuando la incidencia es normal, el diámetro menor es igual al mayor, es decir las trazas se observan como círculos

2.5.3 Herramientas para conteo y medición

Esta parte del estudio de trazas en sólidos tiene múltiples opciones; la más simple es la observación de las trazas grabadas al microscopio óptico. Casi todas las herramientas usadas

para determinar parámetros de las trazas grabadas se basan en la observación de la superficie del material, ya sea para medir la densidad de trazas o para medir sus diámetros; entre otros métodos están por ejemplo los que muestran la topografía del material grabado, obteniendo un negativo de las trazas en otro material. En la figura 2.3 se muestran algunas fotografías de trazas en sólidos como son vistas por un microscopio óptico.

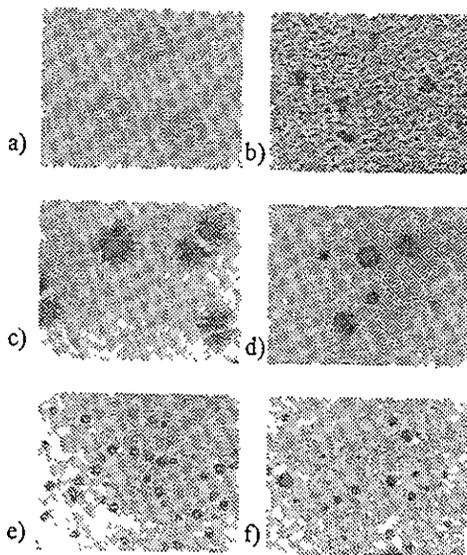


Figura 2.3. Trazas de partículas alfa con distintos procesos y materiales [11].

a) Nitrato de celulosa a 90, b) nitrato de celulosa a 45, c) CR-39 sin pregrabado, d) CR-39 con pregrabado, e) Lexano con pregrabado químico, f) neutrones en Lexano.

Si bien el registro de partículas cargadas en DTS es un método que no requiere de grandes recursos tecnológicos o instrumentación complicada, ha sido muy importante el desarrollo de métodos de conteo, no sólo cada vez más precisos, sino también automatizados, que hagan el conteo rápido y confiable para un gran número de trazas, (lo cual es necesario para tener una buena estadística en los experimentos) y permitan la calibración de los materiales detectores.

Entre muchos otros, podemos mencionar los siguientes métodos: microscopio óptico, microscopio electrónico, y microdensitómetro clasificados en una primera generación de contadores; análisis de imagen e interferometría láser clasificados en la segunda, contador de bacterias en la tercera [18]; y procesamiento de imágenes y digitalización [12], que se clasifican en la cuarta generación.

Aquí concluye este capítulo sobre generalidades en cuanto a trazas en sólidos, a continuación se abordarán los procesos físicos de frenado y dispersión de partículas en materia, que han de tomarse en cuenta en la realización del experimento presentado en este trabajo.

Capítulo 3

Procesos básicos de frenado y de dispersión de iones

Gran parte de la información experimental sobre la física nuclear y la física de partículas es obtenida de experimentos de dispersión; los primeros experimentos de este tipo fueron realizados por Ernest Rutherford y sus colaboradores de la Univesrsidad de Manchester, Inglaterra. Alrededor de 1910 sus experimentos los llevaron al descubrimiento del núcleo atómico y a la iniciación de lo que hoy se conoce como física de partículas y física nuclear. Un experimento típico de dispersión consiste en hacer incidir un haz de partículas energéticas en un blanco y estudiar el comportamiento de las partículas después de su interacción con él (ver figura 3.2). Para estudiar la dispersión de un haz de partículas por un blanco, se considera que cada proyectil interactúa con cada uno de los átomos del material que encuentra a su paso, los cálculos de la cinemática de dicho proyectil se hacen considerando una colisión de dos partículas puntuales. Después se extiende este concepto considerando que no se lanza sólo una partícula sino un gran número de ellas, y que el blanco tiene una cierta densidad de centros dispersores con los que interactuar. El resultado neto de la interacción de los proyectiles con cualquier medio es hacerles disminuir su energía, por lo cual para analizar los proyectiles dispersados por un blanco o bien implantados en él es necesario conocer los procesos de frenado que dominan en esa interacción. A continuación se explican las características más importantes de estos fenómenos.

3.1 Cinemática de una colisión

Considérese un experimento donde colisiona una partícula de masa m_1 y velocidad v_1 , correspondiente al haz y que llamaremos proyectil, con otra de masa m_2 inicialmente en reposo correspondiente a la muestra o blanco, como se muestra en la figura 3.1. Posteriores a la colisión se tienen las partículas m_3 y m_4 con sus respectivas velocidades. Cuando se cumple que $m_1 = m_3$ y $m_2 = m_4$, esta colisión recibe el nombre de "dispersión elástica", en la cual el proyectil y el blanco no cambian de estado, pero sí intercambian energía cinética y cantidad de movimiento.

En el sistema del laboratorio, la conservación de cantidad de movimiento se expresa clásicamente como:

$$m_1 v_1 = m_1 v_3 \cos \theta_1 + m_2 v_4 \cos \theta_2 \quad (.3.1)$$

$$0 = m_1 v_3 \operatorname{sen} \theta_1 + m_2 v_4 \operatorname{sen} \theta_2, \quad (.3.2)$$

Y la conservación de la energía se expresa como

$$E_1 = E_3 + E_4 \quad (.3.3)$$

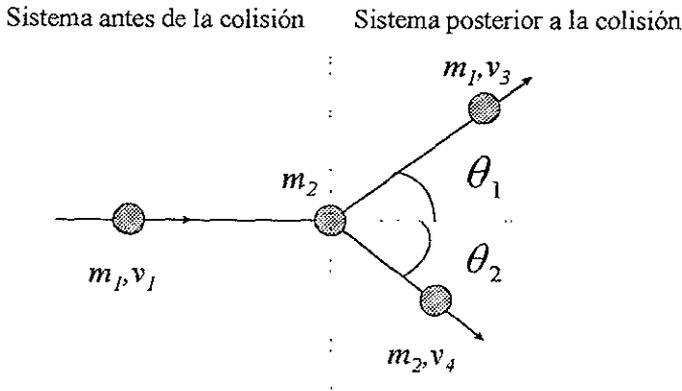


Figura 3.1. Choque de una partícula de masa m_1 y velocidad v_1 con otra inicialmente en reposo.

3.1.1 Factor cinemático

El sistema de la figura 3.1 tiene una energía inicial $E_0 = \frac{1}{2} m_1 v_1^2$ y una energía posterior a la colisión para la partícula incidente $E = \frac{1}{2} m_1 v_3^2$, al despejar E de las ecuaciones .3.1, .3.2 y .3.3 se obtiene

$$E = \left\{ \frac{m_1 \cos \theta_1 + \sqrt{m_2^2 - m_1^2 \operatorname{sen}^2 \theta_1}}{m_1 + m_2} \right\}^2 E_0 = K E_0 \quad (.3.4)$$

de donde se define $K = \frac{E}{E_0}$ [5].

La cantidad K , conocida como factor cinemático, es un factor de proporcionalidad entre la energía de un proyectil justo antes de ser dispersado por el núcleo y su energía justo después de dicha colisión.

Esto es válido para una partícula con energía E_0 , que sufre la dispersión en la superficie de la muestra, o bien una partícula con una energía menor que E_0 , por haber recorrido cierta distancia en el material y que es ahí dispersada.

Observemos que K es independiente de la energía de incidencia de la partícula. (El factor cinemático será una de las primeras cantidades a calcular, que nos permitirá saber la energía con que llegan los proyectiles iones de carbono a las muestras de CR-39 después de interactuar con el blanco).

3.1.2 El blanco

Será importante determinar la cantidad de centros dispersores en el sistema, para lo cual se define n_2 , la densidad atómica como: $n_2 = N_0\rho/M$, con N_0 el número de Avogadro, ρ la densidad del material (con unidades g/cm^3) y M el peso atómico (en g/mol). La densidad superficial n_α es la densidad atómica $n_2 = [\text{átomos/cm}^3]$ del material multiplicada por el espesor de una capa monoatómica: $n_\alpha = n_2t = [\text{átomos/cm}^2]$.

En un sólido típico la densidad superficial es del orden de 10^{15} átomos/ cm^2 . Por ello una monocapa de cualquier material se define como 10^{15} átomos/ cm^2 .

3.2 Flujo de un haz de partículas

En un experimento típico con radiaciones se tienen gran número de partículas (proyectiles) que constituyen un flujo de radiación incidiendo en un blanco. El número de proyectiles que pasa por un área unitaria en un lapso de tiempo determinado se conoce como densidad de flujo de proyectiles, ϕ [proyectiles/ cm^2s]. Cuando dichos proyectiles forman un haz paralelo, $\phi = n_1v_1$, con n_1 la densidad espacial de proyectiles [proyectiles/ cm^3] y v_1 su velocidad [cm/s].

La afluencia Φ [proyectiles/ cm^2] es la densidad de flujo ϕ , integrada sobre el tiempo que dura la exposición, es decir el número total de proyectiles que llega al blanco por unidad de área durante el experimento:

$$\Phi = \int \phi(t)dt. \quad (.3.5)$$

Si la densidad de flujo es constante en el tiempo la afluencia es simplemente ϕt .

Cuando los proyectiles son partículas cargadas, el flujo constituye una corriente eléctrica. Para el caso de un haz paralelo de proyectiles, cada uno con carga $e = 1.602 \times 10^{-19}$ C, como electrones o átomos una vez ionizados, tenemos que 1 Coulomb de carga equivale a 6.242×10^{18} partículas. La corriente i del haz se mide comúnmente en submúltiplos de Ampere: $1\text{mA} = 10^{-3}\text{A} = 6.242 \times 10^{15}$ e/s.

La carga total Q , se obtiene integrando la corriente sobre el tiempo de exposición:

$$Q = \int i(t)dt. \quad (.3.6)$$

Para calcular la densidad de flujo en [proyectiles/cm²s] a partir de la corriente, es necesario dividir la corriente entre el área expuesta del blanco en [cm²], dicha area está generalmente determinada por un colimador colocado frente al blanco [31].

3.3 Sección diferencial

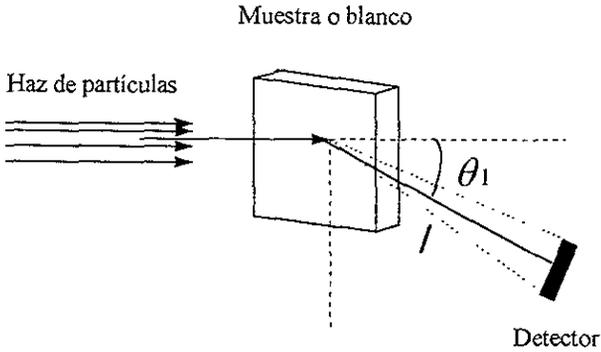


Figura 3.2. Experimento típico de dispersión.

La figura 3.2 esquematiza un experimento de dispersión visto en el sistema de laboratorio; el haz de partículas tiene incidencia normal al blanco. Se tiene un detector a una distancia ℓ del blanco y se define un cono con vértice en el punto de incidencia del haz, cuya base está determinada por el colimador del detector. El ángulo sólido que subtende el detector se define como:

$$\Omega = \frac{\text{Área}}{\ell^2} = [\text{steradián}], \quad (3.7)$$

donde el área es la del detector en cuestión.

El ángulo θ_1 al cual se encuentra el detector se considera fijo, aunque en realidad tendrá una pequeña variación según el tamaño que tenga el colimador.

En un experimento la cantidad de eventos registrados por el detector N_{disp} , dependerá proporcionalmente al número de partículas incidentes en el blanco N_{inc} , al ángulo sólido, a la densidad superficial del blanco y a una cantidad llamada sección diferencial $\sigma(\theta_1)$, que representa la probabilidad de que un centro dispersor produzca una dispersión justo en la dirección θ_1 . Es decir

$$\frac{N_{disp}}{N_{inc}} = \sigma(\theta_1) n_\alpha \Omega, \quad (3.8)$$

σ tiene unidades de mb/sterad (un barn equivale a 10^{-24} cm²).

3.4 Retrodispersión de Rutherford

Esta técnica de análisis de materiales debe su nombre a las investigaciones hechas por Ernest Rutherford a principios de siglo. Un experimento de retrodispersión de Rutherford, RBS (Rutherford Backscattering Spectroscopy), es un caso particular de un experimento de dispersión, que consiste en estudiar las partículas que son dispersadas por el blanco a un ángulo mayor que 90° respecto de la dirección de incidencia del haz, por lo cual también se le conoce con el nombre de retrodispersión de iones.

A esta dispersión se le asocia una sección diferencial particular. Para definir la sección diferencial de Rutherford, tanto blanco como proyectil son considerados puntuales y ambos con carga positiva (corresponde a una dispersión elástica de partículas cargadas por núcleos). La fuerza que provoca la dispersión es la Coulombiana (Por lo que también se conoce con el nombre de sección de Coulomb). Estas consideraciones dan por resultado la siguiente expresión para la sección diferencial en el sistema relativo, el cual mantiene su origen siempre en el blanco:

$$\sigma(\theta) = \frac{(Z_1 Z_2 e^2)^2}{16 E_r^2} \frac{1}{\text{sen}^4 \frac{\theta}{2}} \quad (3.9)$$

donde Z_1 y Z_2 son los números atómicos del proyectil y del blanco respectivamente, E_r la energía del proyectil en el sistema relativo y θ el ángulo al cual se dispersa la partícula en el sistema relativo.

Al hacer las transformaciones al sistema de laboratorio la sección de Rutherford se calcula según la fórmula:

$$\sigma(\theta_1) = \left(\frac{Z_1 Z_2 e^2}{2 E_1 \text{sen}^2 \theta_1} \right)^2 \frac{\left[\sqrt{m_2^2 - m_1^2 \text{sen}^2 \theta_1} + \cos \theta_1 \right]^2}{\sqrt{m_2^2 - m_1^2 \text{sen}^2 \theta_1}} \quad (3.10)$$

Cuando $m_1 \ll m_2$ es correcta la aproximación:

$$\sigma(\theta_1) = 1.296 \left(\frac{Z_1 Z_2}{E_1} \right)^2 \left[\csc^4 \frac{\theta_1}{2} - 2 \left(\frac{m_1}{m_2} \right)^2 + O \left[\frac{m_1}{m_2} \right]^4 \right] \text{ mb/sterad.} \quad (3.11)$$

donde E_1 es la energía del proyectil en MeV en el sistema de laboratorio, m_1 y m_2 son las masas del proyectil y el blanco respectivamente, y O son términos del orden indicado [31].

Es claro que el cálculo de la sección de Rutherford, de la densidad superficial del blanco, y de los factores geométricos del bombardeo, nos permitirán determinar la densidad esperada de trazas en el material detector.

3.4.1 Un espectro RBS

La información que se obtiene de un espectro RBS viene dada por la energía de las partículas retrodispersadas que llegan al detector. Cada partícula que impacta en el detector genera

una señal eléctrica de tamaño proporcional a su energía; a cada tamaño se le asigna un canal de una secuencia que abarca todos los posibles tamaños de señal, es decir todas las energías posibles de dispersión, dando como resultado una serie de canales ordenados que representan incrementos iguales en la energía y que al final del experimento han almacenado el número de partículas cuya energía cae dentro de la magnitud correspondiente a ese canal. A esta forma de registrar los eventos se le llama espectro. Debido a que existe una correspondencia uno a uno entre el número de canal y la energía, una vez determinada la energía por canal, se puede obtener el espectro correspondiente en número de cuentas vs. energía.

Apartir de un espectro de energías de este tipo, puede obtenerse valiosa información del blanco que dispersa a los proyectiles, como su composición y tamaño (espesor) de cada capa que lo forma; y también de los proyectiles mismos, como la variedad de energías posibles que tenderán después de ser dispersados por el blanco.

3.5 Poder de frenado de iones en materia

En general cualquier proyectil interactúa con el medio que atraviesa perdiendo energía a su paso por él, de modo que desde que obtenemos un haz de partículas viajando en un medio, después su interacción con el blanco dispersor y finalmente su incidencia en cualquier tipo de detector, se presentan fenómenos de frenado o pérdida de energía.

Las partículas cargadas pesadas (específicamente protones, deuterones, partículas α e iones pesados) ceden energía al medio que los frena mediante dos tipos principales de procesos [9]:

1. Ionización y excitación.- Como resultado de las interacciones entre los proyectiles y los electrones de los átomos del material, los electrones pueden ser sacados de sus órbitas o removidos a estados de menor energía de amarre en el átomo.

2. Desplazamiento de átomos de sus lugares en la red cristalina, o en las cadenas moleculares.- Éstos se dan a consecuencia de la interacción de fuerzas electrostáticas entre el proyectil en movimiento y los átomos completos del material.

En general los electrones del material que frena son más abundantes que los núcleos por un factor de Z_2 , por lo que las interacciones con electrones contribuyen en mayor parte al frenado de proyectiles energéticos que los procesos nucleares.

Se define el poder de frenado $-(dE_1/dx)$ como la energía perdida por unidad de longitud recorrida. Como se ilustra la figura 3.3, un proyectil de energía inicial E_1 que incide sobre un material recorriendo una distancia Δx , pierde en el trayecto una cantidad de energía ΔE_1 . Si hacemos tender Δx a cero, el poder de frenado $\Delta E_1/\Delta x$ queda expresado como una derivada. Para esto se supone que la trayectoria del proyectil es rectilínea, lo cual no es siempre cierto. Las unidades del poder de frenado son [energía/distancia], por ejemplo MeV/cm.

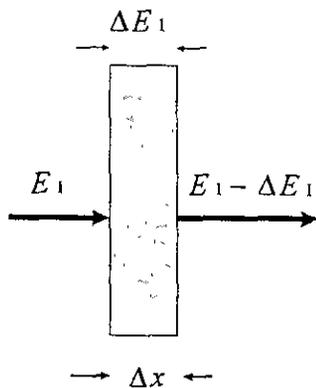


Figura 3.3. Pérdida de energía de un ion después de atravesar un espesor ΔX de un material.

La pérdida de energía por unidad de longitud de partículas cargadas, se define tomando en cuenta los procesos debidos a la interacción partícula-electrones y partícula- átomos completos del medio, (procesos 1 y 2 antes mencionados) asociando una pérdida de energía a cada tipo de fenómeno, de modo que al haber atravesado una distancia dx del material, la partícula habrá perdido una energía total dE , de la siguiente manera:

$$-\frac{dE}{dx} = -\left(\frac{dE}{dx}\right)_{\text{electrónico}} - \left(\frac{dE}{dx}\right)_{\text{nuclear}} \quad (.3.12)$$

Se ha encontrado experimentalmente que $-dE/dx$ depende de la energía de la partícula incidente según se muestra en la figura 3.4, dominando a bajas energías (algunos keV) el poder de frenado nuclear, mientras que a altas energías el frenamiento debido a la interacción con electrones es mayor. Sin embargo conforme la velocidad del proyectil varía dentro del material, puede pasar por diferentes etapas en las que dominen distintos procesos de frenado.

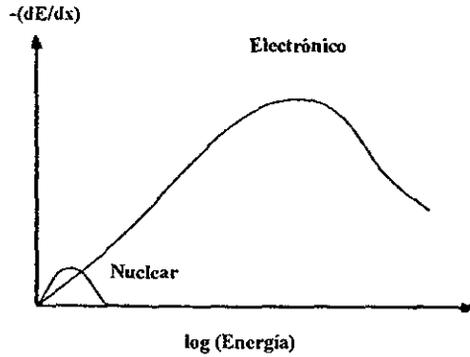


Figura 3.4. Dibujo que esquematiza el comportamiento del poder de frenado nuclear y electrónico con la energía del ion.

Uno de los procesos posibles es que el proyectil al atravesar el material intercambie electrones con los átomos del medio, de manera que para velocidades muy altas, puede llegar a viajar completamente ionizado, siendo despojado de todos sus electrones; mientras que para velocidades mucho más bajas puede intercambiar electrones hasta quedar completamente neutro. De aquí surge la definición de carga efectiva del ion q y fracción de ionización γ , la cual toma valores entre cero y uno para indicar que el átomo está completamente neutro o completamente ionizado [37]. Para iones pesados las interacciones son esencialmente coulombianas, y la carga efectiva puede llegar a ser un factor de importancia al trabajar con teorías de poder de frenado.

El poder de frenado depende también del tipo de proyectil, su carga Z_1 y su masa m_1 ; de parámetros del material, como su composición, número atómico Z_2 , densidad ρ y energía de ionización.

Hay otras cantidades proporcionales al poder de frenado, como la sección eficaz de frenado ε :

$$\varepsilon = \frac{1}{N} \left[\frac{dE}{dx} \right],$$

con N el # de átomos por unidad de volumen en el material. ε es una propiedad atómica de la pareja proyectil blanco, y en algunos cálculos es más útil. Así a cada proceso también se asocia una sección eficaz de frenado electrónica y una sección eficaz de frenado nuclear. Como ya se explicó en el caso de sección diferencial de Rutherford, el concepto de sección eficaz nos indica la probabilidad de que suceda un evento o fenómeno determinado.

3.6 Frenado electrónico

En la figura 3.5 se representa el comportamiento del frenado electrónico para un amplio intervalo de energías en el caso de un proyectil energético.

Analizando cada región de esta gráfica, tenemos que en la región 3 llamada de alta energía, que es la más estudiada, la velocidad del proyectil es mucho mayor que la velocidad orbital de los electrones en el blanco, por lo que pueden considerarse éstos en reposo, lo cual correspondería al tratamiento cinemático que se dió en la sección 3.1 y que se aplica al choque de iones energéticos con un blanco fijo. En esta zona existen varias teorías que describen con éxito los hechos observados [5] y [31]. Entre ellas se encuentran:

a) La teoría de Bohr.

Se basa en la transferencia de energía del proyectil a los electrones individuales del material. El calcula clásicamente la energía que es cedida por el proyectil a un solo electrón del medio, y luego se aplica a todos los electrones que encuentra el proyectil al recorrer una distancia Δx . La mínima energía transferible al electrón en esta teoría es su energía de ionización promediada sobre todos los electrones del átomo del blanco. La expresión que resulta es:

$$\left(\frac{-dE_1}{dx}\right)_e = \frac{4\pi Z_1^2 e^4}{m_e v_1^2} n_2 B \quad (.3.13)$$

en donde m_e es la masa del electrón, v_1 la velocidad del proyectil, n_2 la densidad atómica del blanco y B el número de frenado, que está definido por

$$B = \frac{Z_2}{2} \ln \left(\frac{2m_e v_1^2}{\langle I \rangle} \right), \quad (.3.14)$$

donde $\langle I \rangle$ es la energía promedio de ionización.

b) La teoría de Bethe.

Esta teoría es cuántica. Utilizando la aproximación de Born para ondas planas, Bethe llega también a la ecuación .3.13, pero con la siguiente expresión para B :

$$B = Z_2 \ln \left(\frac{2m_e v_1^2}{I} \right), \quad (.3.15)$$

en esta ecuación I es la energía promedio de excitación.

c) Teoría de Lindhard.

El considera el blanco como un plasma de electrones (gas de Fermi), en el que el proyectil provoca polarización dinámica y plasmones (oscilaciones cuantizadas del plasma).

Estas tres teorías han sido modificadas o aumentadas por varios autores, de manera que en las regiones 1 y 3 se cuenta con teorías muy completas de frenado electrónico.

En la región 1 la velocidad del proyectil es mucho menor que la velocidad orbital de los electrones. Una definición aproximada es $v_1 \ll Z_1 v_0$, donde se toma como referencia la velocidad de Bohr, $v_0 = 2\pi e^2 / h = 2.19 \times 10^8$ cm/s, que es una constante relacionada con la velocidad orbital del primer electrón en el átomo de Bohr, y con h la constante de Planck.

Experimentalmente, se ha encontrado que en esta región el poder de frenado electrónico es proporcional a la velocidad del proyectil, llegando un momento en que deja de aumentar en la misma proporción hasta decrecer, esto puede explicarse suponiendo que a mayores velocidades del ion, la influencia de los electrones de las capas más internas de los átomos del blanco va siendo menos significativa, lo cual está comprendido en la sección dos del dibujo. El valor máximo del poder de frenado se obtiene cuando la velocidad del ion se encuentra en la vecindad de la velocidad de Fermi ($V_F = Z_1^{2/3} V_0$) [7].

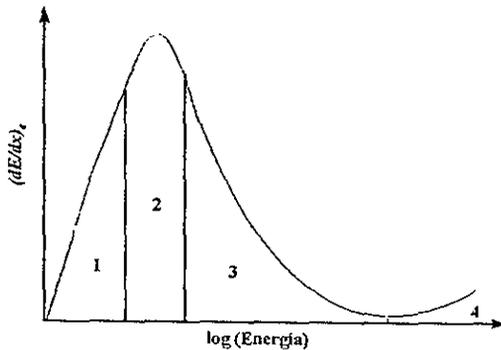


Figura 3.5. Representación esquemática del comportamiento del poder de frenado electrónico para distintas energías del proyectil.

La región 4, de muy altas energías, se caracteriza porque empiezan a ser importantes los efectos relativistas. Bethe propone la siguiente modificación para el número de frenado;

$$B = Z_2 \left[\ln \left(\frac{2m_e v_1^2}{i} \right) - \ln(1 - \beta^2) - \beta^2 \right], \quad (3.16)$$

donde $\beta = v/c$.

3.6.1 Alcance

Un proyectil (ion) de energía E_0 que incide en cierto material, se va frenando gradualmente como ya se explicó, hasta detenerse, quedando implantado como átomo extraño dentro del material. En el trayecto recorrido el proyectil sufre ligeras desviaciones debidas al frenado electrónico si la velocidad con que viaja es alta, y desviaciones debidas en su mayoría al frenado nuclear cuando viaja más lento. Estas interacciones de carácter aleatorio hacen que

su trayectoria sea compleja (tridimensional), y que no haya dos trayectorias iguales. La distancia total recorrida sobre esta trayectoria, desde el punto de incidencia hasta el punto en que se detiene se llama alcance lineal R_L , y es proporcional a E_0 .

La profundidad a la cual se detiene el ion R_p queda determinada por la proyección de R_L en la dirección de incidencia (ver fig 3.6) y se llama alcance proyectado. También se usa el alcance transversal R_t , que es la proyección de R_L en la dirección perpendicular a la dirección de incidencia. El R_p , será un parámetro de los iones incidentes a relacionar con las trazas formadas en el material detector.

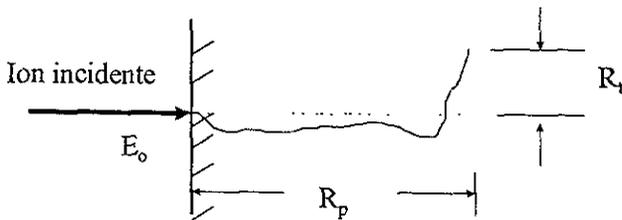


Figura 3.6. Alcance de un ion en un material.

3.7 Aproximaciones de blanco grueso

En el caso particular de un experimento de RBS, hay partículas que antes de ser retrodispersadas por el blanco, recorren dentro del material una cierta distancia; como ya se explicó previamente en su trayecto van perdiendo energía, la energía E_1 con que salen de la muestra depende del factor de pérdida de energía $[S]$, en dicho material, el cual será descrito más adelante.

En la Figura 3 7 aparecen las energías involucradas en la colisión: ν_1 , representa el ángulo que forma la partícula incidente de energía E_0 con una perpendicular al blanco, y ν_2 el ángulo de la partícula retrodispersada después de recorrer una distancia x

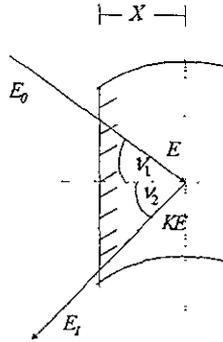


Figura 3.7. Energías involucradas al ser retrodispersado un ion de energía E_0 que incide en un material.

A partir de la trayectoria de entrada tenemos que:

$$\frac{x}{\cos \nu_1} = - \int_{E_0}^E \frac{dE}{\left(\frac{dE}{dx}\right)_{\text{entrada}}} \quad (3.17)$$

y

$$\frac{x}{\cos \nu_2} = - \int_{KE}^{E_1} \frac{dE}{\left(\frac{dE}{dx}\right)_{\text{salida}}} \quad (3.18)$$

a partir de la trayectoria de salida.

Si consideramos que la pérdida de energía por unidad de longitud dE/dx es constante a lo largo de ambas trayectorias, tenemos que:

$$E = E_0 - \frac{x}{\cos \nu_1} \left(\frac{dE}{dx}\right)_{\text{entrada}} \quad (3.19)$$

$$E_1 = KE - \frac{x}{\cos \nu_2} \left(\frac{dE}{dx}\right)_{\text{salida}} \quad (3.20)$$

eliminando E .

$$KE_0 - E_1 = [S] x = \Delta E \quad (3.21)$$

donde:

$$[S] = \frac{K}{\cos \nu_1} \left(\frac{dE}{dx}\right)_{\text{entrada}} + \frac{1}{\cos \nu_2} \left(\frac{dE}{dx}\right)_{\text{salida}}, \quad (3.22)$$

a $[S]$ se le llama factor de pérdida de energía [7].

El valor que tome dE/dx dependerá de la energía y debe evaluarse en una energía intermedia entre E_0 y E a la entrada, y entre KE y E_1 a la salida.

Usando la aproximación de que $\bar{E}_{ent} = (E + E_0)/2$ y $\bar{E}_{sat} = (KE + E_1)/2$, y suponiendo que la mitad de la energía total perdida $\Delta E = KE_0 - E_1$, se pierde durante la trayectoria de entrada y la otra mitad durante la trayectoria de salida, es decir que $E = E_0 - \frac{1}{2}\Delta E$. entonces:

$$\bar{E}_{ent} = E_0 - \frac{\Delta E}{4} \quad (.3.23)$$

y

$$\bar{E}_{sat} = E_1 + \frac{\Delta E}{4} \quad (.3.24)$$

A esta aproximación para evaluar los valores de dE/dx se le llama aproximación de energía media, y es válida para espesores muy pequeños [4].

Los conceptos físicos planteados en este capítulo son aplicados tanto al diseño del experimento, como al análisis de datos; por ejemplo los programas de cómputo que calculan el poder de frenado, como son el TRIM y el programa realizado por el Dr. J. R. Campbell se basan en alguna modificación de la teoría de Bohr anteriormente planteada. A continuación se abordaran los modelos que intentan explicar la formación de trazas latentes y grabadas

Capítulo 4

Modelos de la formación de trazas en polímeros

4.1 Fenómenos que dan origen a una traza latente

Como ya se ha presentado en el capítulo anterior la interacción de iones con materia tiene como resultado el frenamiento o pérdida de energía de estos proyectiles. La formación de una huella a lo largo de la trayectoria de la partícula, tiene que ser consecuencia de la manera en que fue perdida o depositada en el material dicha energía. En particular en el caso de los polímeros, como respuesta a la irradiación se dan varias etapas en la interacción ion-medio antes de obtenerse un estado estable; los procesos intermedios suceden en tiempos tan cortos que no permiten mediciones o análisis muy finos. S. A. Durrani[9] identifica tres etapas que explica de la siguiente manera: la primer interacción medio-ion da como resultado un estado físico-químico en el cual se dan los primeros productos, ya sea iones, átomos y o moléculas excitados y electrones libres. Estos productos propician rápidamente una segunda etapa de interacción (reacción secundaria) como son la desexcitación o disociación de moléculas excitadas, que tendrá lugar hasta que se llegue a un equilibrio termodinámico. Este equilibrio es seguido de un tercer estado, al que se le podría llamar químico, en el cual los iones y radicales libres reaccionan entre sí y con otros átomos y moléculas hasta llegar al estado final del material irradiado. La división entre cada una de estas tres etapas realmente no existe, y para un observador la mayoría de las veces sólo puede estudiar el material antes de irradiarlo y una vez que el depósito de energía ha finalizado. La complejidad de las medidas de procesos tan rápidos como éstos ha llevado a diversas formulaciones sobre la formación de trazas en polímeros. Cada una de ellas hace énfasis en algún proceso de pérdida de energía o en tomar cierta región como significativa y despreciar alguna otra. Desde luego los modelos más funcionales son los que se apegan a los hechos experimentales, aunque tengan algún parámetro cuya explicación física no esté del todo comprendida aún. Más adelante mencionaremos algunos de estos modelos, sus pros y contras.

Como ya se ha visto, el tipo de interacción entre ion y medio será función de la velocidad del ion (Ver figura 3 5). Para iones con energías en la región de los MeV el tipo de dispersión

dominante será la de un potencial coulombiano debido a la carga positiva de los núcleos de los átomos del material. Esta interacción se describe con la dispersión de Rutherford. Conforme la energía del ion incidente se reduce, aumenta la distancia de máximo acercamiento entre ion y núcleo y aparece el efecto de apantallamiento de la carga del núcleo por sus electrones. Cuando su velocidad es comparable a la velocidad orbital de los electrones, el ion tenderá a adquirir electrones hasta quedar eventualmente neutro. En general un átomo de número atómico Z_1 , que se mueve a través de un material con velocidad v , tenderá a intercambiar electrones con los átomos del material convirtiéndose en un ion de carga efectiva Z_{eff} . Heckman et al. (1969) [19] establecen la siguiente expresión para la carga efectiva:

$$Z_{eff} = Z_1 \left[1 - \exp \left(\frac{-130\beta}{Z_1^{2/3}} \right) \right], \quad (4.1)$$

donde $\beta = \frac{v}{c}$ con c la velocidad de la luz.

En caso de que el átomo quede completamente neutro, la fuerza de repulsión entre él y los átomos del blanco se deberá a la superposición de las capas electrónicas. En estos casos, es decir a bajas velocidades del ion, se consideran dominantes las colisiones atómicas.

Cuando la interacción dominante es coulombiana entre ion y átomos del medio, las consecuencias pueden ser: (1) la excitación de electrones a niveles de energía mayores, o (2) la ionización y consecuente pérdida de electrones (Ver sección 3.5). El efecto neto y dominante de estos procesos será la producción de gran cantidad de rupturas de cadenas moleculares, dando como resultado radicales libres, esto se puede comprobar con espectroscopía EPR: la ruptura de enlaces C-C y C-H puede dar como resultado degradación del material o entrecruzamiento de cadenas (crosslinking), fenómenos que pueden ocurrir simultáneamente [?]. La degradación reflejará una pérdida del peso molecular promedio de la substancia y hasta el momento se sostiene que en el caso del CR-39 no hay entrecruzamiento al ser expuesto a radiación ionizante.

Cuando se habla de un ion que atraviesa un material, debe tomarse en cuenta que el ion tiene cierta cantidad de interacciones primarias a lo largo de su trayectoria, pero en el caso de altas velocidades los electrones con que interactuó pueden a su vez adquirir la energía suficiente para seguir interactuando con otros átomos (electrones) del material y de esta manera esparcir el daño en el material perpendicularmente a la trayectoria seguida por la partícula. A los electrones lo suficientemente energéticos como para viajar lejos de la trayectoria del ion incidente, se les llama "rayos delta", y pueden ir produciendo ionización y excitación a su paso dependiendo de su energía. Para el tratamiento teórico se considera que el electrón original está inicialmente en reposo, ya que la velocidad del ion es mucho mayor, y la energía cedida al electrón es inversamente proporcional al cuadrado del parámetro de impacto. En caso de que la energía del ion sea mucho menor, el resultado de la colisión atómica consiste en desplazar el átomo produciéndose vacancias [27] y [28].

Aunque para iones con energías mayores que 1 MeV la interacción predominante es la dispersión coulombiana, las dispersiones atómicas tienen una contribución mayor en la región final de la trayectoria del ion.

Los autores dedicados a formular modelos que calculen la rapidez de formación de trazas

en polímeros, no han llegado aún a un consenso en cuanto a si deben tomarse en cuenta los procesos secundarios o sólo los primarios desencadenados de la irradiación. Sin embargo se han dedicado varios trabajos (Bean et al. (1970) [2]; DeSorbo y Humphrey (1970)[8]; Kobetich y Katz(1968)[26]; Baum (1970)[1]; y Fain et al (1974)[13]) al cálculo de la extensión de la huella de una partícula debida a rayos delta, reportando daño hasta aproximadamente 200 Å del centro de la traza. A continuación se mencionan algunos modelos propuestos que involucran distintas formas de pérdida de energía:

a) Pérdida total de energía, $(\frac{dE}{dx})$.

El primer parámetro que se intentó relacionar con la formación de trazas fue la cantidad total de energía depositada en el material por el ion. Fleischer y su grupo de trabajo propusieron que la formación de traza se producía cuando se superaba un valor crítico $(dE/dx)_c$, pero los datos experimentales para iones de altas energías difieren de los teóricos [15]. Lo cual los llevó a proponer la dependencia con la ionización primaria J .

b) Ionización primaria J .

En este modelo [16], se relaciona la formación de la traza con el número de ionizaciones primarias producidas cerca de la trayectoria del ion. El motivo de su éxito comparada con la pérdida total de energía, es que los rayos δ de altas energías depositan una cantidad no despreciable de energía en una región mas alejada del centro de la traza ($\sim 50-100$ Å), y en la fórmula de dE/dx se les da el mismo factor de peso a los δ altas energías que a los rayos δ de bajas energías, los cuales deben tener una contribución en la formación de la traza que debe cuantificarse.

Sin embargo este criterio tiene algunos problemas; uno es que la expresión para calcular J ,

$$J = C' \frac{Z_{eff}^2}{\beta^2} \left[\ln \left(\frac{\beta^2}{1 - \beta^2} \right) - \beta^2 - \delta + K \right]$$

contiene ciertas constantes C' y K que dependen del medio que frena, y K no puede calcularse en primera instancia, sino que es un parámetro que se ajusta a un grupo de datos experimentales. El problema radica en que los potenciales calculados a partir de los valores de K que mejor se ajustan a los datos no tienen un significado físico.

El criterio de ionización primaria ha resultado bastante exitoso en la práctica y se sigue considerando como una buena aproximación al problema. Tanto para polímeros como para minerales se ha encontrado que la velocidad de grabado V_T es una función continua de J Comúnmente $V_T \propto J^\alpha$, para polímeros $\alpha \simeq 2$.

c) Pérdida de energía de electrones secundarios.

Esta aproximación hecha por Katz y su grupo de trabajo [23] se opone a la propuestas de Fleisher, Pice y Walker, descritas anteriormente. La hipótesis de Katz sostiene que la

energía depositada por los rayos δ , más que la ionización primaria en sí misma es el factor crucial para la formación de una traza.

De los cálculos de Katz y Kobetich, se obtiene que cuando existen rayos δ que depositan energía a alrededor de 20 Å de la trayectoria del ion, la posibilidad de que se forme una traza es mayor.

Físicamente no es adecuado un modelo en el que se desprezien por completo los efectos de la ionización primaria. Por otro lado esta teoría trae algunas consecuencias que contradicen hechos comprobados experimentalmente, por ejemplo, predice un mínimo para la formación de trazas de elementos con $Z=70$ en Lexano, mientras que experimentalmente se han encontrado trazas en este material de proyectiles con $Z=57$.

d) Pérdida restringida de energía (REL)

Este modelo propuesto por Benton [3] sugiere que se desprezie la energía cedida lejos de la traza por rayos delta muy energéticos, lo cual se logra asumiendo que la pérdida de energía relevante en la formación de trazas es únicamente la de los rayos delta de energías menores a W_0 , lo cual se denota $(dE/dx)_{W < W_0}$.

La gran desventaja de este modelo es la elección del valor W_0 , ya que hay electrones de relativa baja energía (~ 350 eV) que depositan parte de ella lejos del centro de la traza. De manera que no es aún clara la manera de elegir este parámetro.

e) Pérdida de energía de radio restringido (L_r)

Este concepto ha sido propuesto por Paretzke [30]; es una variación del planteado por Benton, y difiere de él en que incluye todos los efectos de pérdida de energía que suceden en un radio comprendido en una distancia r de la trayectoria de la partícula; el criterio de Benton nulifica los eventos de ionización cerca de la trayectoria debidos a electrones que ceden una energía mayor que W_0 , y si toma en cuenta la energía depositada por electrones de $W < W_0$, fuera del centro. El criterio L_r da importancia central a la región cercana a la trayectoria, en este modelo el parámetro ajustable es r .

f) Densidad lineal de eventos (LED)

También propuesta por Paretzke, es el número de ionizaciones primarias y secundarias y eventos de excitación dentro de una distancia r del centro de la traza. Este parámetro da información más completa que los demás, pero es más difícil de calcular, ya que intenta tomar en cuenta mayores tipos de interacciones en una zona muy bien definida.

Los modelos planteados y cualquier modelo que intente relacionar algún parámetro de pérdida de energía con la formación de trazas, deben estar restringidos o apegados a ciertos hechos: las trazas se forman generalmente por iones a energías en que la interacción electrónica domina como forma de pérdida de energía, además no hay daño registrado comúnmente al final de la trayectoria del ion (donde se observa la punta de un cono), donde las interacciones nucleares se hacen importantes.

Hay técnicas de análisis de materiales que dan información sobre el tipo de daño provocado por la radiación en el material. Por ejemplo el recocido térmico usado en metalurgia. El someter un material a un proceso de recocido a muy altas temperaturas es una manera de reparar el daño causado al estado sólido. Para el caso de la formación de trazas se ha visto que la energía necesaria para reparar este tipo de daño es de varios electrón-volts, energías típicas para casos en que se da difusión atómica, lo cual amplía la información sobre la naturaleza atómica de los defectos que deben dar lugar a la huella de la partícula.

Experimentalmente, Chambaudet [6] ha encontrado que la existencia de trazas de iones pesados debe estar relacionada con la formación de radicales libres, semejantes a los del carbono; similar a los producidos en procesos de pirólisis de polímeros; Mediante experimentos de erosión iónica, se ha llegado a resultados que parecen confirmar esta información.

Hasta aquí se mencionaran fenómenos relacionados con traza latente, la parte del revelado o gabado químico de una traza también tiene modelos asociados que describen su evolución.

4.2 Evolución de una traza grabada

Los modelos más sencillos para explicar la evolución de una traza grabada toman la velocidad de desgaste a lo largo de la zona dañada V_T como constante, sin embargo modelos más finos toman el número de defectos a lo largo de la trayectoria de la partícula como variable y por lo tanto V_T también, estas variables se explicarán más detalladamente para un modelo específico.

G. Somogyi y S. A. Szalay desarrollaron en 1973 [34] un modelo para la evolución del tamaño y forma de la huella que constituye una traza durante su proceso de grabado químico. Ellos obtienen la información necesaria para su modelo a partir de medir los semi-ejes de las elipses formadas en la superficie del material durante ese proceso. Se parte de un modelo simple de traza grabada según el cual la traza es un hueco cónico con ángulo del cono $\delta = \arcsen(V_B/V_T)$. Cuando la partícula incide a un ángulo menor que el ángulo crítico θ_c con respecto a la superficie del detector, no se registra ninguna trayectoria, además se cumple que $\theta_c = \delta$. Se halla la siguiente expresión para el diámetro de la traza:

$$d = 2h\sqrt{\left(\frac{V-1}{V+1}\right)} \quad (4.2)$$

donde $V = V_T/V_B$ (Ver la figura 2.2.).

Los modelos posteriores son modificaciones o complementos de éste, utilizado para el análisis de los datos arrojados por este trabajo experimental. En 1968 Benton agregó al modelo geométrico de formación de trazas el caso en que la razón de grabado V_T/V_B , cambia a lo largo de la trayectoria de la partícula. Cuando V_T es variable, la pared que va dando forma a la traza es un cuerpo de rotación más complicado que un cono simple.

Para seguir este análisis definiremos un intervalo residual R_c , a lo largo del cual se cumple $V > 1$, es decir que la traza puede grabarse hasta R_c (Ver figura 4 1) Se cree que la densidad de defectos a lo largo de la traza varía, por lo cual es lógico asignar distinta velocidad de

grabado a distintos puntos sobre la trayectoria de la partícula. $V(x)$ es una función con tendencia monótonamente creciente en el caso de partículas con carga efectiva considerada constante en gran parte de su trayectoria (como las partículas alfa) y es monótonamente decreciente para partículas con carga efectiva continuamente decreciente (como en el caso de fragmentos de fisión). Los parámetros R_c , $V(x)$, el alcance de la partícula R_0 , y el ángulo de entrada θ , bastan para la explicación teórica propuesta por Somogyi y Szalay. El cambio en la razón de grabado V a lo largo de la trayectoria no sucede bruscamente, lo cual justifica estudiar el caso $V(x) = cte \equiv V$. En este caso el comportamiento de V queda descrito por la curva 1 de la figura 4.1 y por la ecuación:

$$V^{-1} = \frac{1}{L} \int_0^L V^{-1}(x) \delta x, \quad (4.3)$$

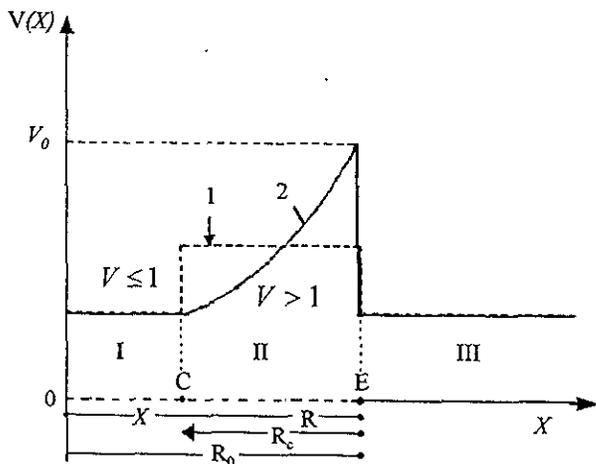


Figura 4.1. Variación en la razón de grabado $V(X)$ a lo largo de la trayectoria de la partícula. Curva 1, V_T constante. Curva 2 V_T variable.

La determinación de los diámetros de una traza grabada según esta teoría se basa en los siguientes puntos:

- 1) La condición general para la formación de una traza puede escribirse como:

$$V(x) \operatorname{sen} \theta > 1, \quad 90^\circ \geq \theta > \theta_c. \quad (4.4)$$

donde:

$$\theta_c = \begin{cases} \arcsen V^{-1}, & \text{si } V(x) = cte \\ \arcsen V_0^{-1}, & \text{si } V(x) \neq cte \end{cases}$$

y V_0 es el valor máximo de la razón de grabado.

Si se cumple esta condición en la superficie original del material, la formación de la traza comienza en $h = 0$. Mientras que si se cumple que:

$$V(x)\text{sen}\theta < 1. \quad (4.5)$$

el punto a partir del cual se empezará a registrar la traza, se da a una distancia h_c de la superficie original (Para $V(x)$ monótonamente creciente). La parte removida satisface:

$$V\left(\frac{h_c}{\text{sen}\theta}\right)\text{sen}\theta = 1. \quad (4.6)$$

Cuando $R_0 \geq R_c$ y $\theta = 90^\circ$, la formación de la traza comienza después de remover la capa $h = R_0 - R_c$, es decir depende del alcance del proyectil. Por lo tanto, partículas del mismo tipo pero con distinta energía inicial retrasaran su aparición unas de otras al momento de grabarlas. Este punto del modelo es crucial, ya que da un peso por encima de otros parámetros al alcance del proyectil como determinante en las dimensiones de la traza.

2) Suponiendo que la región sensible a ser grabada está limitada a una zona estrecha fuertemente dañada a lo largo de la trayectoria de la partícula, el cambio de V se considera únicamente en una dirección; en cualquier otra se supone que el material se disuelve con velocidad V_B , característica del material sin irradiar.

En un punto x_0 de la trayectoria, la disolución empieza después de un tiempo de grabado

$$t(x_0) = \int_0^{x_0} V_T^{-1}(x)\delta x. \quad (4.7)$$

La forma de la pared de la traza está determinada por la superficie que envuelve las esferas sucesivas, cada vez de radio mayor, que se van disolviendo. Puede hacerse la comparación con la estela que describe un bote que avanza a velocidad que varía según la función $V_T(x)$, en un medio en el que la velocidad de propagación de onda es V_B y es menor (Análogo al efecto Cerenkov).

3) Tan pronto como el agente químico alcanza el final de la trayectoria de la partícula (punto E en la figura 4.1), la disolución posterior del material se da isotrópicamente en todas direcciones, a la misma velocidad de grabado V_B (Zona III en la figura).

4) La rapidez con que es removido el material, para dar paso a la formación del hueco que constituye la traza, es tal que los procesos de transporte y difusión no contribuyen al incremento en la razón de grabado a lo largo de la trayectoria del ion.

5) No debe haber cambios significativos en las condiciones de grabado (temperatura, concentración, etc.) durante la evolución de este proceso.

La figura 4.2 muestra las fases de grabado para los semiejes de la traza según esta teoría. En este esquema el diámetro mayor Dm pasa por tres fases de grabado, y el diámetro menor dm por dos, las cuales se denominan; Dm_1 , Dm_2 , Dm_3 , dm_1 y dm_2 respectivamente.

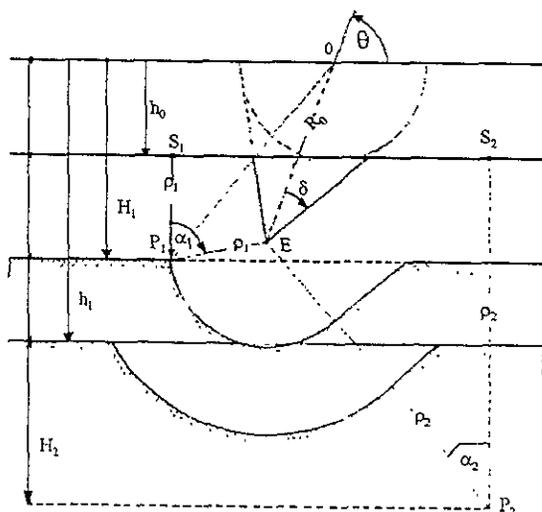


Figura 4.2. Evolución de los diámetros de una traza durante el proceso de grabado.

En donde para los ejes menores:

$$d = \begin{cases} d_1, & \text{si } 0 \leq h \leq h_1 \\ d_2, & \text{si } h_1 \leq h \end{cases}$$

y para los ejes mayores:

$$D = \begin{cases} D_1, & \text{si } 0 \leq h \leq h_1 \\ D_2, & \text{si } H_1 \leq h \leq H_2 \\ D_3, & \text{si } H_2 \leq h \end{cases}$$

En la fase de grabado Dm_1 la curva que constituye la superficie abierta de la traza es una elipse y en Dm_3 es un círculo, de modo que Dm_2 es una fase de transición entre ambas. En la primer fase, dm_1 es el semieje menor de una elipse, mientras que dm_2 es el diámetro de un círculo.

Los valores del material removido que limitan estas fases son: H_1 , H_2 y h_1 .

Las ecuaciones que describen los valores de Dm y dm se muestran en la tabla siguiente con lo cual se concluye este capítulo.

Capítulo 5

Método experimental

5.1 Planteamiento general del experimento

Con el objetivo de estudiar la formación de trazas de iones pesados en policarbonato, se eligieron iones de carbono como proyectiles para producir trazas en CR-39. Una vez producidas trazas latentes en dichos detectores por trazas, se procedió a su revelado (grabado químico) y posteriormente se hicieron mediciones de los diámetros de las elipses que se forman en la superficie de las muestras de CR-39.

En el proceso de grabado químico se mantuvieron constantes los parámetros involucrados, buscando así una relación entre los parámetros de las trazas grabadas y los parámetros de las partículas incidentes; esto con el fin de ampliar la información que se tiene sobre la interacción de iones pesados con polímeros, la cual tiene como consecuencia la formación de trazas.

El siguiente cuadro esquematiza los parámetros involucrados en un estudio típico de trazas en sólidos.

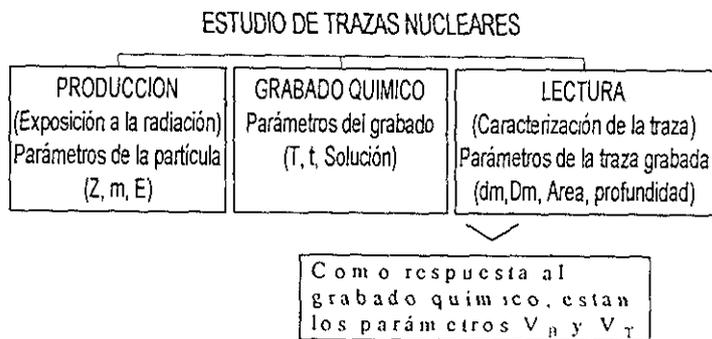


Figura 5.1. Parámetros involucrados en el experimento

5.2 Producción de trazas

5.2.1 El acelerador Pelletron

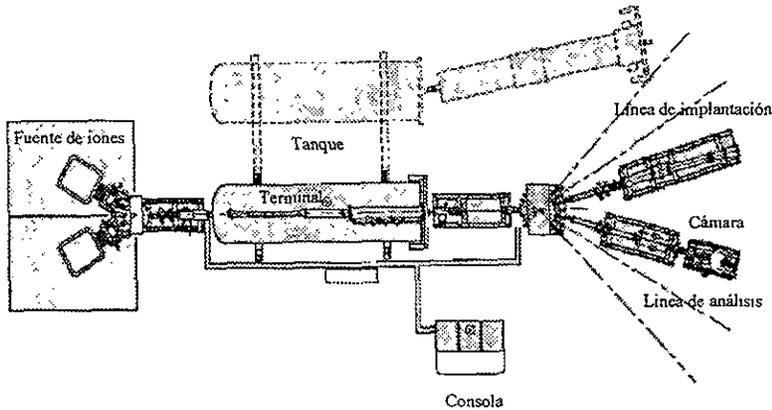


Figura 5.2. Acelerador e implantador de iones Pelletron.

En marzo de 1995 fue instalado en el Instituto de Física de la UNAM el acelerador e implantador de iones, Pelletron (fabricado por National Electrostatics Corporation).

El Pelletron permite trabajar en un intervalo más amplio de energías que los aceleradores ya existentes en el IFUNAM, y tiene mayor variedad de iones disponibles.

La figura 5.2 muestra un esquema del Pelletron. Es un acelerador tipo tandem, que cuenta con un generador de alto voltaje variable entre 0 y 3 MV. Este tipo de aceleradores se caracteriza por tener dos etapas de aceleración. El proceso comienza en la fuente de iones; estos deben ser negativos ya que el alto voltaje del acelerador es de signo positivo. Los iones (en este caso átomos con un electrón de más) se inyectan en un extremo del tanque; llegan a la terminal con una energía cinética igual a eV , con e la carga de electrón y V el voltaje en la terminal. Cabe mencionar que el alto voltaje se logra con una cadena móvil de "barrilitos" o pastillas (en inglés pellets, de donde viene el nombre de Pelletron) aislados entre ellos, en los que se induce una carga la cual transportan hasta la terminal; posteriormente este voltaje se extrae también por inducción. Una vez en la terminal, los iones pasan por un canal que contiene gas N_2 , el cual los despoja de algunos de sus electrones, quedando ya sea neutros o con n cargas positivas, donde n puede ser desde 1 hasta el número atómico Z del ion. Estos iones positivos son entonces repelidos por la terminal y adquieren una energía cinética neV en este segundo trayecto, donde n es la carga de los iones elegidos. De manera que la energía cinética considerando ambas etapas es $(1+n)eV$. El sistema antes descrito está confinado a un tanque de acero con gas aislante SF_6 a alta presión.

Una vez acelerados los iones, se cuenta con un haz que puede tener iones de energías (velocidades), masas y cargas distintas. Un haz específico se obtiene seleccionando los iones

a través de un campo magnético. La fuerza de Lorentz aplicada a cargas en movimiento, y la geometría dada por el sistema transportador del haz, nos llevan a que para seleccionar iones de carga q , masa m , y energía E , la magnitud del campo magnético debe ser

$$B = k \frac{\sqrt{mE}}{q}, \quad (5.1)$$

donde la constante k depende del radio de curvatura y de las unidades empleadas.

Cuando el haz es deflectado hacia la izquierda (15°), los iones entran a la línea de implantación. Cuando la deflexión es de 15° a la derecha el haz entra a la línea de análisis. Al final de esta línea se encuentra una cámara de alto vacío, en la cual se usan varias técnicas de análisis de muestras; una de ellas es la de RBS (sección 3.4). En lo referente a esta técnica se cuenta con un detector PIPS de silicio, que se encuentra fijo a 168° con respecto a la dirección de incidencia del haz (ángulo de laboratorio), y un soporte para el blanco, el cual se puede manipular durante el análisis sin necesidad de romper el vacío. Una cámara de televisión permite observar el punto del blanco en que incide el haz. (Existen otras funciones y accesorios del equipo usados en otras técnicas).

El sistema de vacío, que tiene una longitud de aproximadamente 20 m, trabaja a una presión base de 10^{-8} Torr. Esto se logra con seis sistemas de bombeo, entre bombas turbomoleculares con sus respectivos medidores, bombas de apoyo, válvulas, sistemas de enfriamiento, etc.

5.2.2 Exposición a radiación ionizante

La exposición del CR-39 a radiación ionizante se hizo mediante un experimento de RBS realizado en el acelerador Pelletron. Se usó este método de dispersión de iones debido a que la intensidad del haz ($nA-\mu A$) es muy grande para un bombardeo directo. Las características del bombardeo se explican a continuación.

Se hicieron incidir iones de carbono en un blanco formado por una película de Au (830 ± 30 Angstrom¹) sobre un sustrato de C. Este blanco va a retrodispersar iones prácticamente monoenergéticos de cualquier haz de iones con número de masa A , entre 12 (correspondiente al carbono) y 196 (correspondiente al platino), si su A es menor que 12, los iones serán retrodispersados tanto por la capa de oro como por el sustrato, perdiendo la característica de ser monoenergéticos; mientras que si A es mayor o igual a 197, no habrá retrodispersión.

Se usaron las siguientes 8 energías para el haz de C incidiendo en el blanco antes mencionado: 1.5, 3, 4.5, 6, 7.5, 9, 10.5, y 12 MeV.

La colisión proyectil-blanco, se da en la cámara de RBS, cuya geometría se muestra en la figura 5.4.

El tiempo que dura el bombardeo queda determinado por el blanco (sección 3.1), la sección diferencial de Coulomb y la corriente del haz. En este experimento la sección diferencial de Rutherford es del orden de 5000 mb/steradian, y el experimento para obtener una densidad de trazas medible, dura sólo unos minutos. Por ejemplo para un átomo de

¹ Los cálculos del espesor del blanco se muestran en la sección 6.4

C^+ se necesitará coleccionar una carga en el blanco de $4.8 \mu C$ para obtener una densidad de trazas de 100 mm^{-2} , lo cual para una corriente de haz típica de 100 nA se logra con 48 s de bombardeo. Conforme el estado de carga del ion aumenta, se necesitará coleccionar más carga y se tomará más tiempo, ya que cada evento lleva mayor cantidad de carga, pero lo que determina el número de trazas es el número de eventos.

En el primer bombardeo de 1.5 MeV se obtuvieron menos eventos registrados (menor área del espectro) que en los demás, pero para los bombardeos siguientes se trató de obtener una densidad de trazas similar, correspondiendo a alrededor de 35,000 cuentas en el detector PIPS.

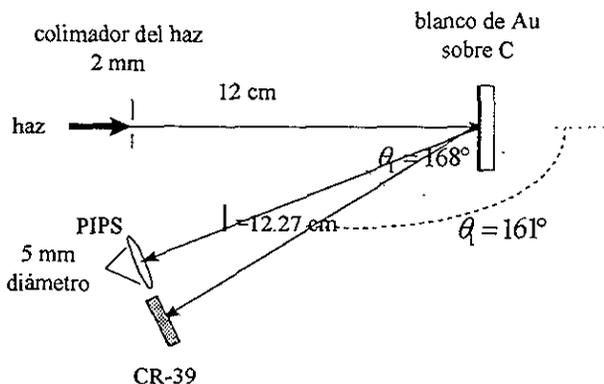


Figura 5.4. Geometría dentro de la cámara de bombardeo.

Después de chocar con el blanco las partículas dispersadas son registradas por el detector de barrera superficial que se encuentra fijo a un ángulo de laboratorio de 168° , y por los detectores de CR-39 colocados a un ángulo de laboratorio de $(161 \pm 2.2)^\circ$, estas muestras se fijaron sobre un portamuestras diseñado de tal manera que la incidencia de las partículas fuera perpendicular a él en todo punto, este portamuestras fue construido en el taller del Instituto de Física de la UNAM y consiste en la sección de una esfera cuyo radio es igual a la distancia del colimador del haz al blanco (12 cm), construido en aluminio. Para cada bombardeo, es decir para cada energía se colocaron 3 detectores de CR-39, (al mismo ángulo de laboratorio), de manera que se tenían 3 detectores con las mismas condiciones de bombardeo o producción de trazas, a los que se les podía aplicar un tratamiento de grabado distinto. Los planos del portamuestras se encuentran al final de este capítulo.

Los detectores de CR-39 tienen un espesor de $500 \mu\text{m}$, mas una capa de polietileno de $100 \mu\text{m}$, que le sirve de protección y es removible.

Para la energía de 10.5 MeV se usaron dos detectores más a un ángulo de laboratorio de $(127 \pm 3.0)^\circ$, su función fue probar que a cualquier ángulo que fueran colocados los detectores sobre el portamuestras la incidencia seguía siendo normal

A continuación se muestra una fotografía del portamuestras con la colocación de los tres detectores:

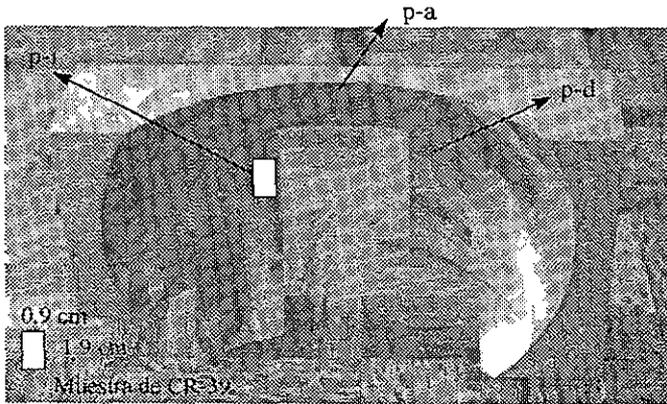


Figura 5.5. Colocación de las muestras de CR-39 en el portamuestras.

El factor cinemático de carbono en oro a $\theta_1 = 168^\circ$ es $k = 0.785$ de manera que las partículas que llegan a los detectores ven disminuida su energía en este factor, es decir las energías de incidencia en las muestras de CR-39 y el detector de barrera superficial son: 1.03 (para una energía del haz de 1.5 MeV), 2.15 (para 3 MeV), 3.3, 4.47, 5.64, 6.81, 7.99, y 9.17 MeV para las energías siguientes.

Al final de este experimento se obtuvieron tres grupos de 8 plásticos cada grupo, correspondientes a 8 energías distintas, que se clasificaron según su colocación en el portamuestras como: en la posición p-a, p-i y p-d respectivamente.

5.3 Grabado

Para revelar las trazas latentes de C en las muestras de CR-39, se sometieron éstas últimas a un proceso de grabado² que consistió en ponerlas en un baño de KOH (hidróxido de potasio) a una concentración 6.25 M, a una temperatura de $61 \pm 2^\circ\text{C}$. Las muestras se montan en un dispositivo que permite que ambas caras se bañen al mismo tiempo y que la superficie expuesta sea la máxima posible, este portamuestras se pone en un vaso con la solución corrosiva y este se deposita en un baño maría previamente llevado a la temperatura deseada.

La temperatura y condiciones de la solución se mantuvieron constantes durante todo el experimento para todas las muestras de CR-39, y se varió el tiempo de grabado para los tres grupos de plásticos como a continuación se detalla

²El proceso de grabado químico se realizó en el laboratorio de dosimetría del IFUNAM

Los plásticos colocados en p-a se grabaron seis horas, se leyeron, es decir, se midieron los parámetros de las trazas grabadas y se volvieron a grabar 7 horas más, completando un total de 13 horas.

Los plásticos colocados en p-i fueron sometidos a un proceso de grabado más minucioso, que consistió en baños consecutivos de dos horas, leyendo las trazas entre baño y baño hasta completar 12 horas de grabado.

El último grupo de plásticos, colocados en p-d se grabó 70, 80, 100 y 120 min.

Otro dato obtenido durante el proceso de grabado es el desgaste que sufre la muestra con cada baño, de manera que después de cada grabado se midió el espesor de los plásticos con un micrómetro con resolución máxima de 0.001 mm (una micra).

5.4 Conteo, Registro y Caracterización

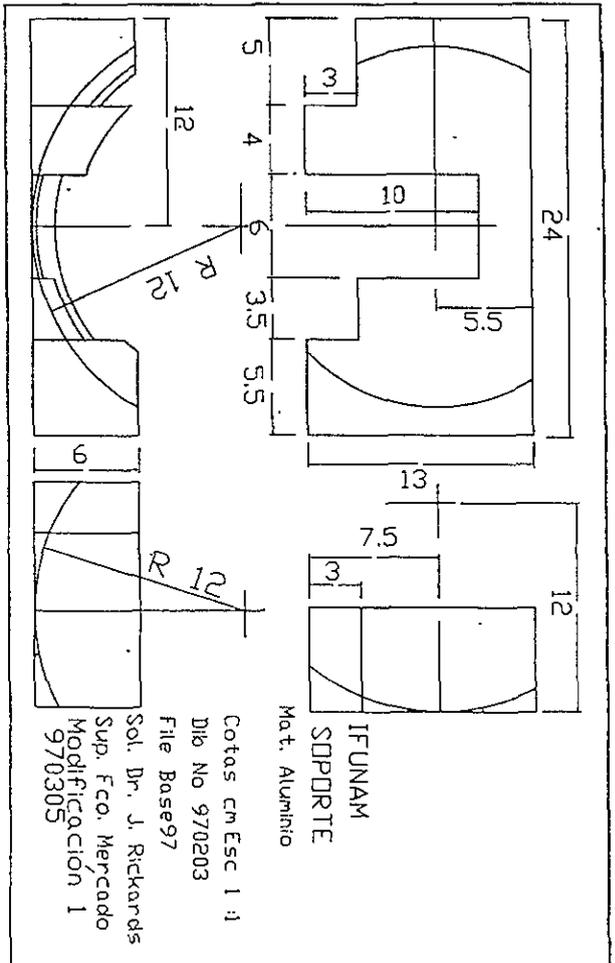
Las trazas de C grabadas se observaron en el sistema de digitalización de imágenes del laboratorio de Aplicaciones de la Dosimetría del IFUNAM, el cual consta de un microscopio óptico en el que se observan las trazas formadas en el CR-39, el campo visible en el microscopio se exporta a un monitor asociado, y de aquí a su vez a una computadora personal en la cual podrá manipularse la imagen.

Las medidas tomadas de trazas en la superficie de la muestra grabada fueron su diámetro menor (d_m) y su diámetro mayor (D_m); estos se hicieron con el paquete Mocha[®] para análisis de imágenes, el cual permite calibrar la pantalla respecto a un objeto de referencia cuyas dimensiones se conozcan, nosotros usamos una regla graduada con mínima escala de 10 micras, con lo cual se tienen medidas reales (y no píxeles).

Para cada detector, con una energía del ion incidente y un proceso de grabado dado, se midieron los diámetros de aproximadamente 40 trazas, con el dispositivo descrito anteriormente. El número de trazas observado al microscopio varía con la densidad y tamaño de ellas, de manera que para medir 40 trazas en un detector es necesario hacer varias observaciones al microscopio, en promedio se midió un área de 0.15 mm^2 por detector.

Una vez expuesto el método experimental usado, pasaremos a los resultados y análisis de datos.

Por último se incluye el plano del portamuestras usado.



5.6. Plano del portamuestras

Capítulo 6

Resultados y Análisis

6.1 Espectros RBS

Como primer elemento con que se cuenta para el análisis se presentarán los espectros del experimento de RBS. Estos se obtienen, como se explicó en el capítulo 3, con un detector de barrera superficial fijo en la cámara del acelerador. Este detector, al registrar los eventos que impactan en él en forma de un espectro de número de cuentas por canal, permite conocer condiciones del bombardeo que deben coincidir con los cálculos hechos al diseñar el experimento, como el número de partículas dispersadas al ángulo en que el detector se encuentra, además de proporcionar datos muy importantes sobre la energía con que las partículas son retrodispersadas; la importancia de esta se comprenderá más adelante.

La figura 6.1 muestra un ejemplo de un espectro RBS típico. A través de conocer las características de las partículas que llegaron al detector de barrera superficial, se infiere qué características tenían las partículas que incidieron en los detectores por trazas, CR-39.

A cada bombardeo (energía) le corresponde un espectro similar al de la figura anterior, en el cual se observa que se asigna una energía máxima y una energía mínima, las partículas con mayor energía son las que perdieron menos energía, es decir las que son dispersadas justo en la superficie del blanco de oro, con energía $E_1 = E_0K$ (con K el factor cinemático, sección 3.1.1) mientras que las que adquieren menor energía son las que fueron dispersadas también por el oro pero en su frontera con el sustrato de C. La resta de estas energías máxima y mínima corresponde a la anchura total a la mitad del máximo (FWHM). Al tomar en cuenta los espectros de las ocho distintas energías, se tienen 16 puntos que se usan para hacer una calibración y asignar un valor de energía por canal.

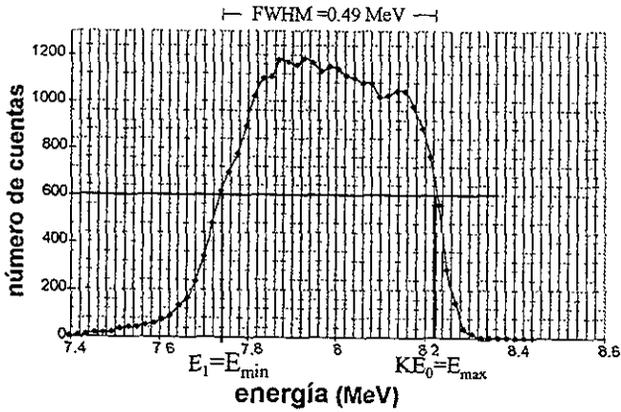


Figura 6.1. Espectro RBS de iones de C de 10.5 MeV incidiendo en un blanco delgado de Au, con una fluencia de $10 \mu C$.

Los espectros correspondientes a los ocho bombardeos realizados se muestran a continuación.

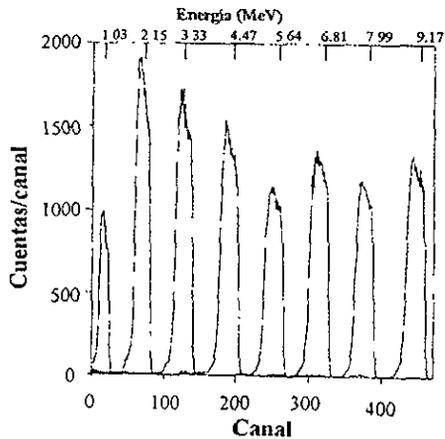


Figura 6.2. Espectros RBS para las ocho energías usadas.

Normalizando respecto a la carga integrada, resultan los siguientes espectros:

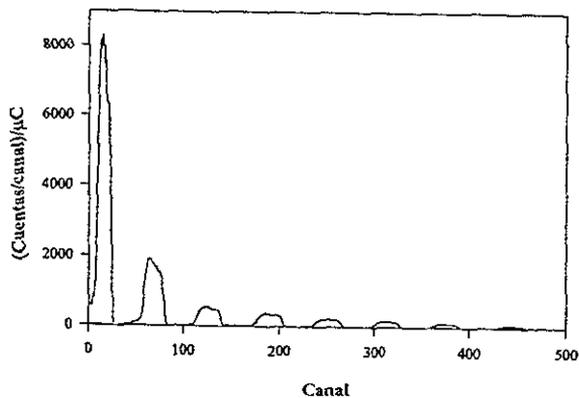


Figura 6.3. Espectros RBS normalizados respecto a la carga integrada.

6.2 Mediciones en las muestras de CR-39 (DTS)

Las trazas producidas en los detectores de CR-39 como resultado de los iones retrodispersados, pueden observarse al microscopio como se muestra a continuación después de ser sometidas a un proceso de grabado.

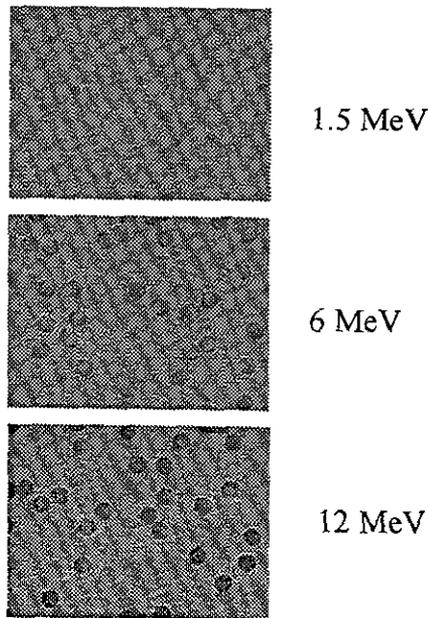


Figura 6.4. Ejemplo de trazas observadas en el equipo lector descrito en la sección 5.4. Para un mismo tiempo de grabado de 8 horas e iones de Carbono de distintas energías en CR-39.

Ahora se mostrarán los resultados obtenidos para cada uno de los tres distintos procesos de grabado. Los primeros plásticos que se grabaron fueron los p-a según se especifica en la sección 5.3. Graficando los diámetros contra la energía de incidencia E_1 , para los dos tiempos de grabado usados, se obtuvieron las siguientes gráficas.

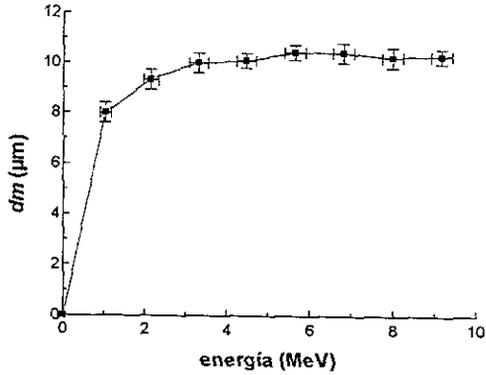


Figura 6.5. Diámetro menor de traza dm vs. energía incidente E_1 , para 6 horas de ataque químico (Detectores p-a).

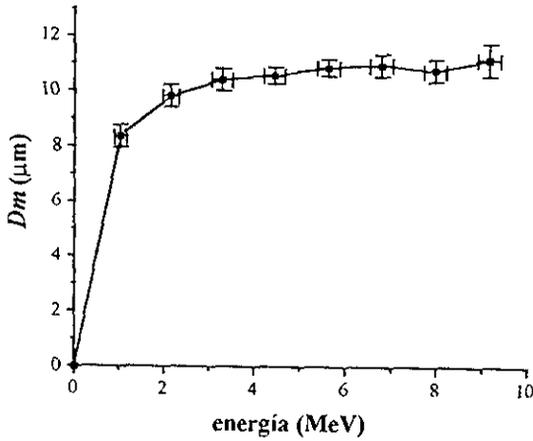


Figura 6.6. Diámetro mayor de traza vs. Energía de incidencia E_1 , para 6 horas de ataque químico (Detectores p-a).

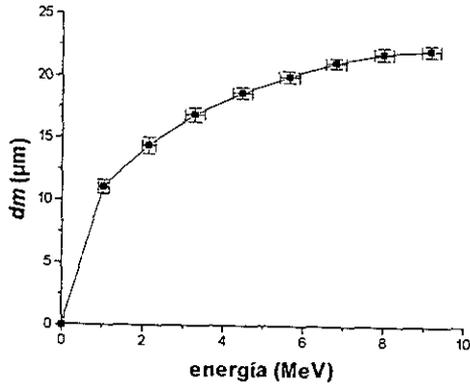


Figura 6.7. Diámetro menor de traza vs. E_1 , para 13 horas (6h+7h) de ataque químico (Detectores p-a).

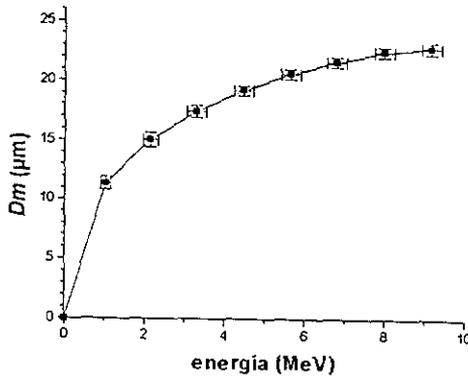


Figura 6.8. Diámetro mayor de traza vs. E_1 , para 13 horas (6h+7h) de ataque químico (Detectores p-a).

Las gráficas muestran barras de error, en el eje X asociadas a la anchura de los picos de energía de los espectros de la figura 6.2, y en el eje Y a la desviación estándar en la medición de los diámetros.

De las gráficas anteriores se observa un mismo comportamiento para los diámetros menores, dm y para los mayores Dm . En general a lo largo del experimento se encontró que la dispersión es menor en los datos de dm que en los de Dm , por lo que sin perder la generalidad de los resultados, en adelante se trabajará únicamente con las medidas de los diámetros menores.

Los plásticos p-i, grabados por espacios de tiempo menores amplían la información plasmada en las gráficas 6.4, 6.5, 6.6 y 6.7. Los resultados de este tratamiento químico con distinto tiempo de grabado se dan a continuación graficando igualmente diámetro de traza vs. energía de incidencia, y se agrega también la gráfica de diámetro de traza vs. tiempo de ataque químico.

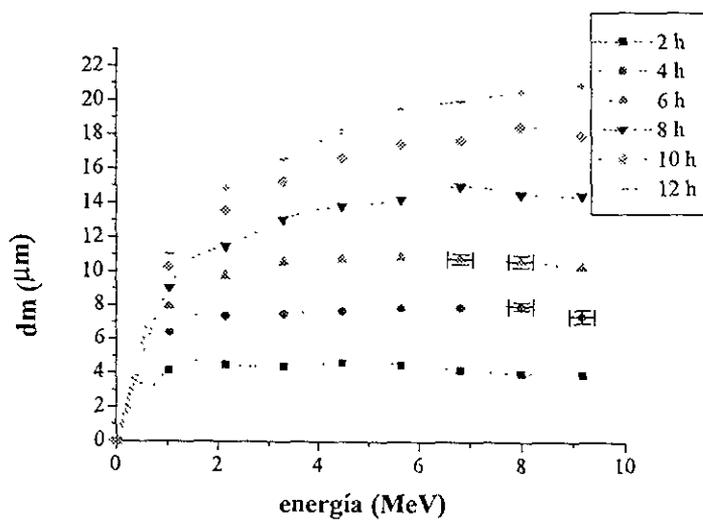


Figura 6.9. Diámetro menor de traza vs. energía de incidencia para un ataque químico total de 12 horas (Detectores p-i).

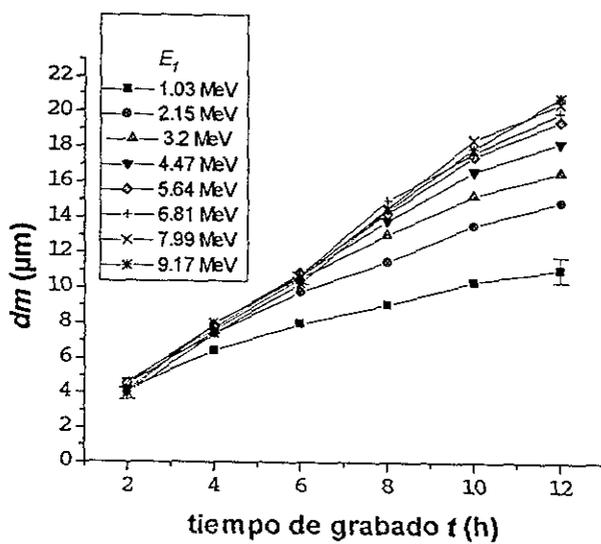


Figura 6.10. Diámetro menor vs. tiempo de grabado (Detectores $p-i$).

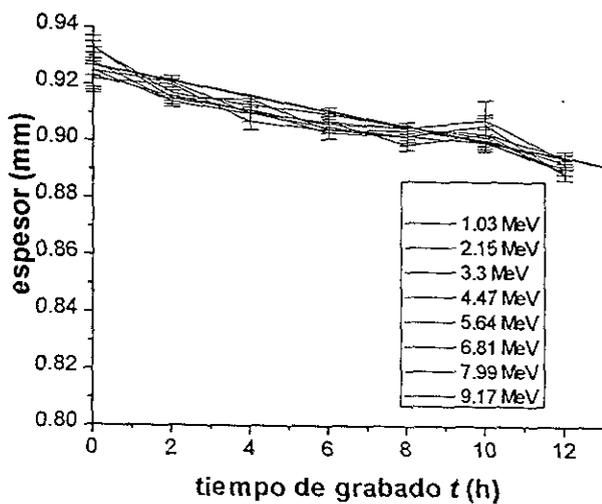


Figura 6.11. Espesor promedio de las muestras vs. tiempo de grabado (Detectores p-i).

El tratamiento químico dado a estos plásticos permitió obtener una velocidad promedio de grabado V_B , a partir de las medidas de desgaste del material.

Los últimos plásticos se atacaron químicamente desde 40 min de grabado, con el fin de obtener más información de una región que podría ser interesante para el desarrollo de la traza, sin embargo no fue posible observar al microscopio trazas capaces de ser medidas con nuestros instrumentos sino hasta los 80 minutos de grabado. Es importante recordar que las condiciones de observación de estos detectores (p-d) fueron distintas al resto, ya que se usó una amplificación mayor en el microscopio (800X); esto no permitió su comparación directa con los datos de los grabados anteriores (por esta misma razón no se incluyen en el análisis los grabados de 100 y 120 minutos). Los resultados de las medidas para 80 minutos de grabado se muestran a continuación, la forma de la curva es la misma que la de dos horas de grabado:

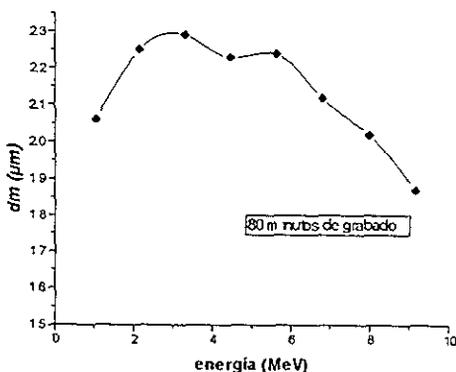


Figura 6.12. Diámetro menor vs. energía de incidencia E_i , para 80 minutos de grabado. (Detectores p-d).

6.3 Cálculos con el TRIM y comparación con el modelo

Como parte del análisis, con el programa TRIM [38] [37] se hizo el cálculo de los alcances (R_0) de los iones de carbono para cada energía en CR-39; este cálculo se refiere al alcance proyectado R_p y el alcance lateral R_t explicados en la sección 3.6. Las aproximaciones usadas consideran este alcance igual a la longitud de la traza latente.

E_1 (MeV)	R_0 (μm)	δR_0 ($\times 10^{-4} \mu$)	R_t ($\times 10^{-4} \mu$)
1.03	1.97	773	1009
2.15	3.10	1051	1209
3.33	4.18	1376	1819
4.47	5.28	1276	1405
5.64	6.38	1298	1633
6.81	7.50	1381	1712
7.99	8.66	1186	1431
9.17	9.87	786	1348

La velocidad de grabado en el material, $V_B = 1.25 \mu\text{m}/\text{h}$ se calculó a partir de la gráfica 6.11 ajustando una recta a esos datos experimentales. Una vez estimada V_B y suponiéndola constante, se sabe cuanto material se remueve en cada proceso de grabado, a esta cantidad le llamamos $h = V_B t$ (ver figura 2.2), de manera que como $V_B = 1.25 \mu\text{m}/\text{h}$ en dos horas se remueven 2.5 micras de material y en 12 horas 15 micras. Conocer R_0 y h permite estimar qué fase de la traza se observa al microscopio, sobre la cual se miden los diámetros. Es decir que, podemos conocer para un proyectil de una energía y de un alcance determinados y un tiempo de grabado específico, si se ha desgastado tanto como para sobrepasar el alcance del ion (R_0) o aún se observa al microscopio una región de la traza latente.

De la gráfica 6.9 observamos que en las curvas de menos horas de grabado, el tamaño de las trazas no varía notablemente con la energía, sin embargo a partir de ocho horas de grabado parece haber una relación entre energía de incidencia y tamaño de la traza. Esta misma información se rescata de la gráfica 6.10, en la cual a las dos horas de grabado todos los diámetros se encuentran prácticamente en el mismo punto, y conforme se aumenta el tiempo de grabado los diámetros se van separando para cada energía. La forma de esta gráfica es muy similar a la presentada por Somogyi y Szalay en la teoría clásica de formación de trazas (sección 4.2) [34]. En los resultados de ese modelo ellos utilizan la variable h , es decir material removido en lugar de t , estas dos variables son proporcionales. Sin embargo para hacer una mejor comparación se graficó dm vs. h , en el caso de los detectores en la posición p-i grabados cada dos horas, obteniendo la siguiente gráfica.

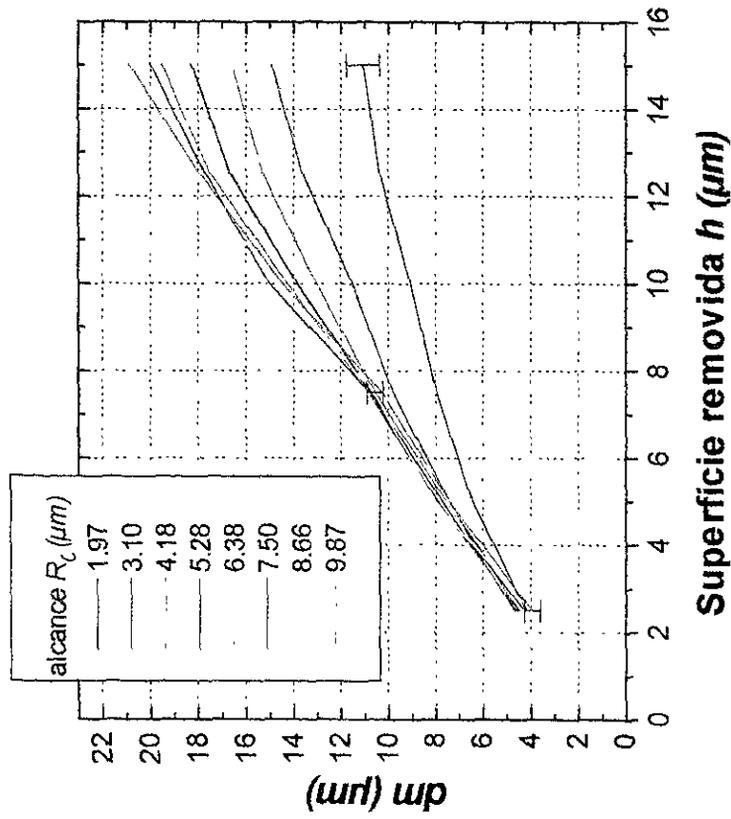


Figura 6.13. Resultados experimentales de medir el diámetro menor de las trazas grabadas cada dos horas, de los detectores en la posición p-i.

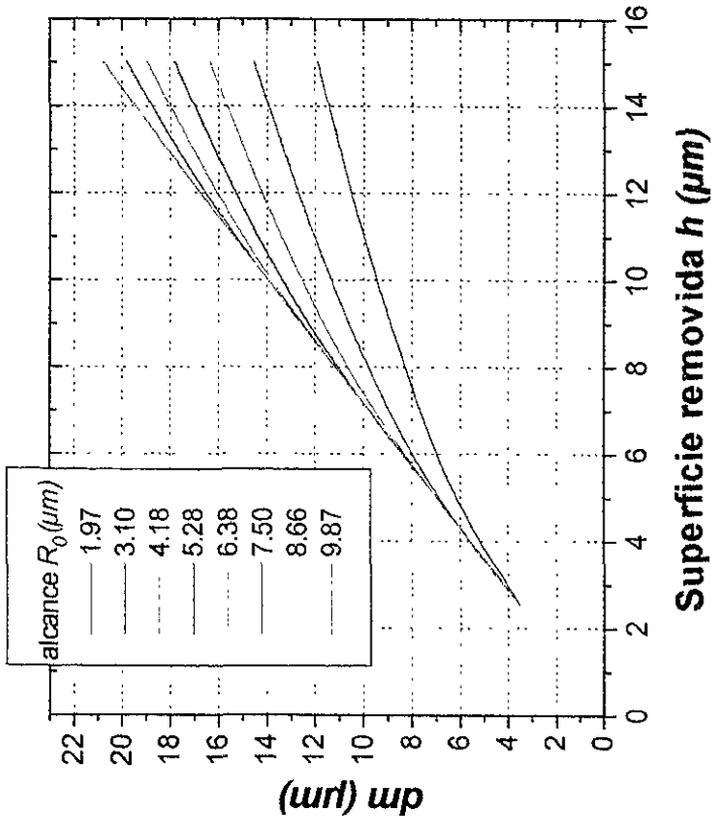


Figura 6.14. Cálculo hecho con el modelo de teoría de trazas, con los parámetros correspondientes a este experimento.

Al substituir el valor de $V_B = 1.25 \mu m/h$, encontrado experimentalmente, y los alcances de los iones empleados en las ecuaciones para dm_1 y dm_2 ($dm_2 = Dm_3$) (sección 4.2) para el caso de incidencia normal ($\theta = 90^\circ$), se obtienen las siguientes gráficas de dm vs. h usando un valor de $V=2.9$. Se observa una estrecha similitud entre los datos experimentales y la teoría clásica de formación de trazas, la desviación en los valores es de menos del 10 %.

Sin embargo en la teoría clásica de formación de trazas las curvas de d vs. h parten del origen, mientras que en las obtenidas en este experimento si se extrapola a cero, la curva parte de un diámetro inicial d_0 de una micra.

Llama la atención que sea a partir de ocho horas de grabado cuando puede distinguirse entre trazas de una energía y otra, cuando se han desgastado aproximadamente 10 micras de material y dado que los iones de máxima energía tienen un alcance promedio de 9.87 micras. Este hecho concuerda con el modelo usado que propone que los defectos creados en el material son constantes a lo largo de la trayectoria de la partícula, de manera que solo la zona cercana la final de la trayectoria tiene la característica de desencadenar un desgaste mayor en el material en el proceso de grabado, lo cual se debe a que el daño se esparce como efecto de la δR_0 . Al parecer es necesario grabar esta zona final e incluso más profundamente. para poder hacer distinción entre trazas de distinta energía.

Se calculó también con el programa TRIM cómo varía la energía perdida por ionización a lo largo de la trayectoria de la partícula. Encontrando que un 90 por ciento de la energía se deposita en forma de ionización.

La ionización superficial es de 1000 ± 50 eV/nm para prácticamente cualquiera de las energías empleadas, y para gran parte de la trayectoria del ion.

A continuación se muestra para cada energía de incidencia cuánta energía se va perdiendo a lo largo de la trayectoria de la partícula, y puede obtenerse de esta gráfica cuánta se pierde en la superficie del CR-39 tomando el valor de la ionización a una profundidad cero del material, como se muestra en la figura 6.15:

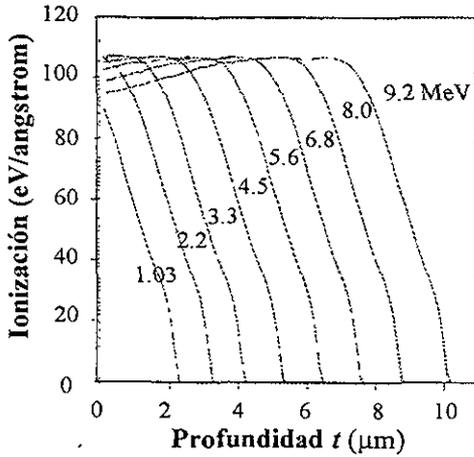


Figura 6.15. Energía perdida por ionización de iones de C en CR-39 a distintas profundidades del detector.

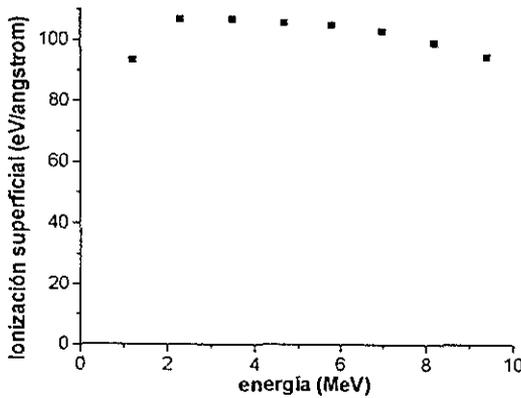


Figura 6.16. Pérdida superficial por ionización para iones de carbono en CR-39

Se comparó la pérdida de energía en $t = 0$, con las medidas de los diámetros de los plásticos p-d, grabados apenas 80 minutos, pensando en que son más representativos de un daño primario o superficial, e intentando atribuir el tamaño de la traza grabada muy superficialmente a un parámetro de pérdida energía en la superficie. A continuación se grafica esta comparación normalizando respecto al tercer punto de la gráfica. Es importante

tener en cuenta que para 80 minutos de grabado se han desgastado aproximadamente 1.6 micras, es decir no se ha rebasado el alcance del ion para ningun valor de E_1 (ver tabla página 53).

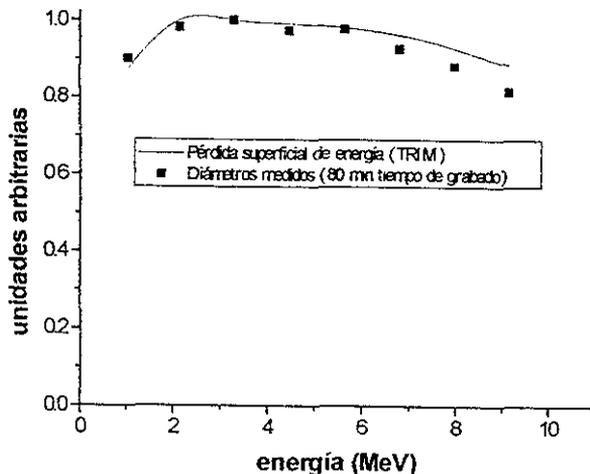


Figura 6.17. Comparación de la pérdida superficial de energía vs. E_1 , con el tamaño de traza vs. E_1 , en detectores grabados 80 minutos.

6.4 Análisis de errores

Es relevante en este trabajo hacer un análisis de los factores de error que intervienen en el experimento, ya que la precisión de las relaciones encontradas puede permitir discriminar partículas de distintas energías a través de la medida de su huella (diámetro de la traza) formada en la superficie de un detector sólido de trazas (el CR-39). Este trabajo permite encontrar un intervalo de detección para ciertas condiciones de grabado de los detectores usados, pero el siguiente análisis mostrará qué posibilidades hay de ampliar la investigación que comenzó con este trabajo, utilizando el mismo dispositivo experimental, para obtener resultados más generales sobre los factores que intervienen en la formación de trazas y poder predecir rangos de detección más amplios.

Siguiendo la figura 5.1 se hará un recuento de los factores de error relevantes en cada una de las etapas del experimento, así como las posibilidades que existen de reducir dichos errores.

6.4.1 Producción

La producción de las trazas latentes es un proceso en el cual están involucrados diferentes eventos, desde la producción de los iones en la fuente, la calidad del haz que va a determinar la cantidad de partículas que incidan en el blanco, la cinemática de la colisión en la que están involucradas las características del blanco (composición y espesor) y por último la localización de los detectores donde incidirán las partículas dispersadas, tanto los CR-39 como el detector de barrera superficial, cuya función es monitorear el experimento.

Comenzemos este análisis con la calidad del haz de partículas obtenido del Pelletron. La corriente del haz es un factor que en principio se elige y se considera constante; esta determinará cuanto tiempo debemos bombardear el blanco para obtener el número de proyectiles incidente deseado, considerando que se conoce el estado de carga del ion. En la práctica una vez elegido el ion que se va a acelerar, se hace un cálculo de la cantidad de carga en μC que deberá llegar al detector para tener el número de partículas deseado ($1\mu C = 6.24 \times 10^{12}$ partículas con carga e). Si la corriente del haz tiene fluctuaciones esto se compensa incrementando el tiempo de bombardeo. De manera que si no existieran cambios en el estado de carga del ion, el integrar cierta carga total Q , nos aseguraría siempre la misma afluencia de partículas (Ver sección 3.2 ecuaciones .3.5 y .3.6).

A continuación se muestra un ejemplo del cálculo del número de cuentas esperado en el detector.

Para hacer este cálculo, se usó la ecuación .3.8 sección 3.3, de N_{dis} , para un bombardeo con un haz de C^{8+} y una energía de 8 MeV, con $N_{inc} = 6\mu C$.

$6\mu C = 1.24 \times 10^{13}$ partículas con carga $3e$; la sección de dispersión de Rutherford usando la aproximación .3.11 (sección 3.4) es: $\sigma(168) = 4618.9$ mb/sterad,

$n_{\alpha} = n_2 t = 4.90 \times 10^{17} \pm 0.18 \times 10^{17}$ centros dispersores/cm², y el ángulo sólido según la geometría en la figura 5.4 es $\Omega = 1.03 \times 10^{-3}$ sterad, de modo que:

$$N_{dis} = (4.62b/sterad)(4.90 \times 10^{17} 1/cm^2)(1.03 \times 10^{-3} sterad) (1.24 \times 10^{13} partículas)$$

$$= 2.89 \times 10^{28} partículas b/cm^2 = 28913.254 partículas.$$

Comparando este resultado teórico con el número de cuentas dadas por el Pelletron como resultado de la integración de carga en el detector, que fue de 26385, tenemos una diferencia del 8.7%.

Aunque es un valor mas que aceptable pueden necesitarse mejores aproximaciones si se pretende determinar otros parámetros, como por ejemplo la eficiencia de los detectores de CR-39.

Ahora bien si se quiere hacer el cálculo de la afluencia en los detectores de CR-39 debe tomarse en cuenta que se encontraban a un ángulo de $161^\circ \pm 2.2^\circ$, mientras que el detector PIPS se encontraba a 168° , la diferencia en la sección diferencial de Rutherford y en el número de partículas esperado para estos ángulos, es de apenas un 4.6 %.

El siguiente paso a tomar en cuenta en el análisis de errores es el referente a la energía con que los iones llegan a las muestras de CR-39. Esta energía queda determinada por

la cinemática de la dispersión como se explica en la sección 3.1. Para obtener distintas energías de dispersión puede variarse la energía del haz primario, pero hay otras opciones, por ejemplo utilizando el mismo blanco pero cambiando el ion con que es bombardeado, la distinta cinemática dará energías de incidencia en los detectores de CR-39 distintas. La figura 6.17 ilustra algunos cálculos de energías de dispersión que pueden obtenerse al mismo ángulo de 168° utilizando este mismo blanco de oro, usando otros iones. El intervalo de energías E_0 mostrado es el disponible en el acelerador pelletron. Si se desea mayor energía de dispersión para un cierto ion, puede reducirse el ángulo de detección. Por ejemplo en el caso de 168° e iones de carbono el factor cinemático $K = 0.785$ mientras que si el ángulo de dispersión fuera 90° , K sería 0.885.

Ahora bien, aún cuando se pudiera tener un haz primario monoenergético de partículas, la interacción de cada una con los átomos del blanco va a ser distinta, y consecuentemente la energía que pierdan también, de manera que al ser retrodispersados hacia los detectores, ya no se tendrá un flujo monoenergético. El principal responsable de esta variación en energías es el espesor de la capa dispersora, en este caso del oro. La forma típica de un espectro de RBS de energías se muestra en la figura 6.1 y es obtenida por el detector PIPS colocado junto a los detectores de CR-39. La forma peculiar de la parte superior la determina la dependencia de la energía con la sección diferencial de Coulomb, como ya se mencionó el punto de E_{max} corresponde a los iones dispersados en la superficie de la capa de oro, y el punto de E_{min} corresponde a iones dispersados por los últimos átomos de la capa de oro en contacto con el sustrato de carbono. Para producir este espectro, el detector y la electrónica asociada deconvolucionan la distribución de energías con una función gaussiana cuyo FWHM contiene contribuciones de la resolución del detector (ajenas a los detectores de CR-39), de la calidad del haz dispersado (fluctuaciones en energías ΔE_1) y de las dimensiones del detector.

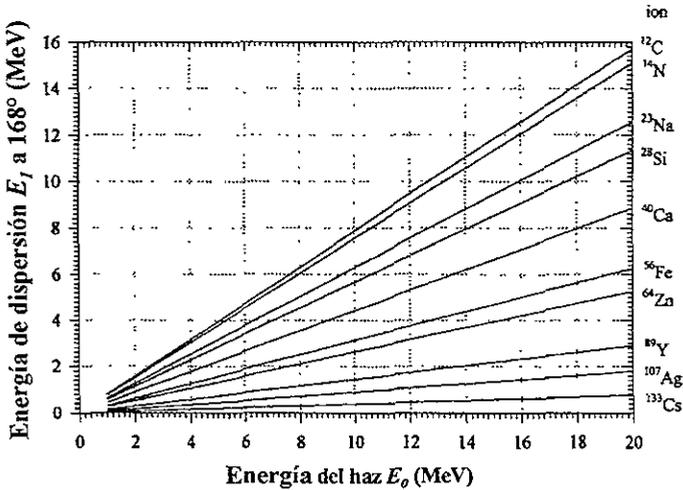


Figura 6.18. Posibles energías de incidencia en las muestras E_1 , para distintos iones, en función de la energía de incidencia E_0 .

De tal manera que el espectro RBS de cada bombardeo nos da información sobre la dispersión que hay en energías, ΔE , (ver de la figura 6.1, y 6.2) directamente del ancho de los picos, para estos espectros el FWHM promedio es de 0.48 MeV.

Ya que ΔE se relaciona con el espesor del blanco, es posible a partir de un espectro de RBS calcular dicho espesor con las aproximaciones hechas en la sección 3.7.

La relación para obtener el grosor t de un blanco usado en un experimento de RBS es:

$$t = \frac{\Delta E}{[S]} \quad (6.1)$$

Para calcular el factor de pérdida de energía S ec. 3.22 se conoce el factor cinématico de dispersión $K=0.785$ y los ángulos $\nu_1 = 0$ y $\nu_2 = 12$ grados (ver figura 3.7). Para determinar $\left(\frac{dE}{dx}\right)$ se hizo una simulación en el programa TRIM para un intervalo de energías de 5 a 12 MeV (Figura 6.19), de donde se leyeron los valores de poder de frenado necesarios usando la aproximación de energías medias (sección 3.7).

De aquí que tomando el bombardeo de 10.5 MeV correspondiente al espectro de la figura 6.1, el espesor de la capa de Au es:

$$t = (0.48 \text{ MeV}) / (5779.49 \text{ (MeV/mm)}) = 8.305 \times 10^{-5} \text{ mm} = 830 \text{ \AA}.$$

Para asociar una incertidumbre a este valor se calculó el valor de t si se toma un canal más en el espectro de la figura 6.1, y si se toma un canal menos; para un canal más:

$$\begin{aligned}\Delta E &= 0.497 \\ \overline{E}_{ent} &= 10.376 \\ \overline{E}_{sal} &= 7.864 \\ &y \\ t &= 860 \text{ \AA}\end{aligned}$$

para un canal menos

$$\begin{aligned}\Delta E &= 0.463 \\ \overline{E}_{ent} &= 10.384 \\ \overline{E}_{sal} &= 7.856 \\ &y \\ t &= 801 \text{ \AA}\end{aligned}$$

obteniendo finalmente que el blanco utilizado tiene una capa de $830 \pm 30 \text{ \AA}$ de oro sobre el sustrato.

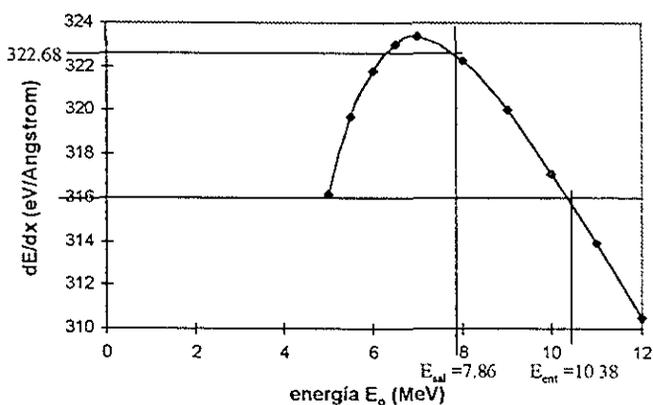


Figura 6.19. Poder de frenado electrónico para carbono en Au.

En la figura 6.20 se muestran las curvas de la dispersión en energías de iones de carbono para distintos grosores de blanco de oro utilizando las energías disponibles en el pelletron. Estos cálculos fueron hechos con un programa del Dr. Jorge Rickards para el cual utilizó las fórmulas de poder de frenado de Montenegro et al. [29].

Se puede observar que para 85 nm que es el caso del blanco aquí usado, se logra una dispersión en energía menor al 10 % a partir de aproximadamente 7 MeV en la energía del haz. Si quieren trabajarse energías más bajas es conveniente tener blancos más delgados. Si se usaran iones más pesados que el carbono, considerando que en general los poderes de frenado aumentan con la masa, la dispersión en energía de los iones en el Au sería mayor.

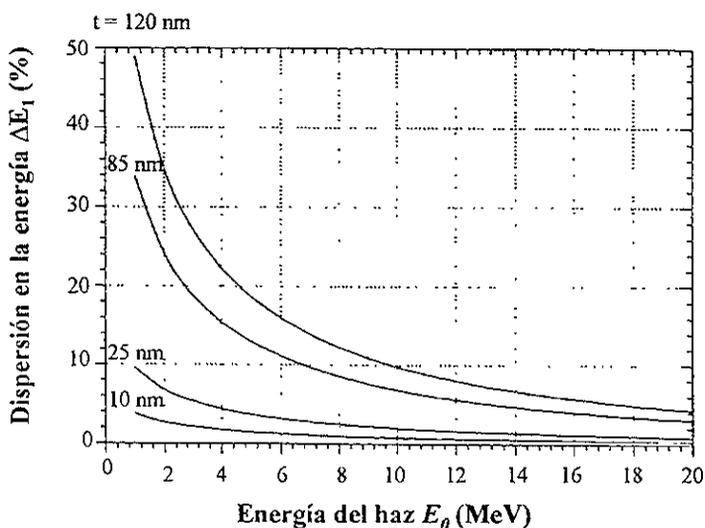


Figura 6.20. Cálculo teórico del esparcimiento en energía para distintos grosores del blanco, en función de la energía de incidencia [32].

Se ha visto en las teorías clásicas de formación de trazas, que el alcance proyectado de los iones R_0 es un parámetro en términos del cual se puede predecir el tamaño de la traza grabada. Por esta razón se ha hecho el cálculo de los posibles alcances en CR-39 para otros iones entre 0 y 20 MeV (TRIM [38] y [37]). En la gráfica 6.21 se muestran los valores de R_0 como función de la energía de incidencia para tres distintos iones que cubren un amplio intervalo en masas. Recordemos que la longitud de la traza latente es prácticamente igual al alcance R_0 .

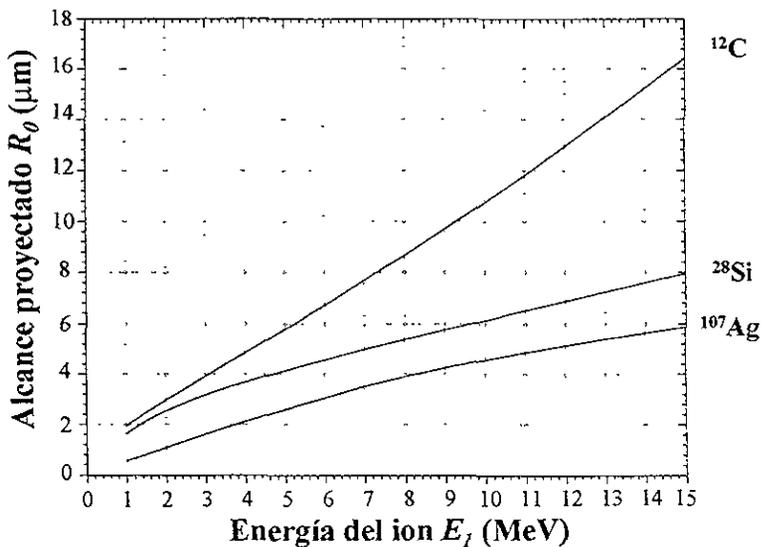


Figura 6.21. Alcance de distintos iones en CR-39, como función de la energía de incidencia.

6.4.2 Grabado

En este punto cobran importancia tanto el control que se puede tener sobre las condiciones de grabado, como la calidad del material detector. En este caso el material elegido para la producción de trazas, CR-39, ha sido el más usado por varios años en el grupo de aplicaciones de la dosimetría, ya que su calidad de respuesta así como sensibilidad son mayores que para otros plásticos existentes en el mercado. En especial el proveedor del CR-39 que se usó es el que ha demostrado mayor control de calidad. A pesar de lo anterior se observa en la gráfica de desgaste vs. tiempo de grabado (6.11), que al tiempo cero hay una incertidumbre en las muestras sin grabar del mismo orden que en las muestras ya grabadas. Lo cual es relevante si se quiere determinar la velocidad de grabado V_B con más precisión. Se debe tener en cuenta que el instrumento usado para medir los espesores tiene una micra de precisión, y en dos horas el desgaste es de 2.5 micras, de manera que una opción de mejorar el cálculo de la velocidad de grabado es medir los espesores con algún otro método más preciso.

Los parámetros propios del grabado como son concentración de la solución, temperatura, tiempo, etc. también tienen sus errores asociados. Los relacionados con la concentración de

la solución pueden considerarse sistemáticos si se realiza todo el experimento con la misma preparación. Cuando se hacen grabados sucesivos, debe tomarse en cuenta que la substancia corrosiva puede irse saturando y no ser igualmente reactiva en un primer grabado que en los sucesivos, lo cual se debe tomar en cuenta al optimizar la solución empleada. Este trabajo se hizo con la misma preparación, cambiándola cada vez que se grababa.

La temperatura a la cual se graban las muestras es un factor que ha sido optimizado para cada substancia y material que se quiera grabar, de manera que la usada y su variación (61 ± 2 °C) están en el intervalo reportado por la literatura [11].

Un parámetro importantísimo es la cantidad de tiempo que se graba, ya que como ya se explicó, de esto dependerá qué zona de la traza se aprecie. A este respecto diremos que se debe ser riguroso en la metodología de grabado para que estos errores sean sistemáticos. Se debe mencionar que para grabados muy cortos estos errores pueden cobrar importancia, sin embargo hay autores que reportan grabados de unos cuantos segundos [10].

6.4.3 Lectura de las trazas

Esta parte del experimento nos da errores principalmente sistemáticos asociados a los aparatos usados y a la forma de conteo del usuario, sin embargo se debe tratar de reducir y de automatizar la forma de lectura para lograr tener medidas que permitan su comparación con resultados reportados por otros autores en unidades absolutas y no sólo en tendencias.

El sistema lector de los plásticos, que consta de varios equipos asociados (Ver sección 5.4), nos da también factores de incertidumbre en las medidas. El microscopio nos permite ver un campo circular de 0.14 mm^2 , para un aumento de 40×10 , que al exportarlo al monitor, pasa a ser un rectángulo con un área de 0.027 mm^2 y esta es la imagen que tenemos en la computadora para medir las dimensiones de las trazas. Para 80×10 el área que cubre el microscopio es de $.035 \text{ mm}^2$, y el monitor cubre 0.0068 mm^2 . El programa Mocha funciona sobreponiendo una elipse a las zonas que ve en distinto tono de gris, esto puede hacerlo automáticamente o manualmente. Este experimento se hizo con el sistema manual ya que la iluminación del microscopio no es uniforme, lo cual hace que algunas trazas comiencen a ser marcadas antes que otras y se hagan manchas mucho más grandes en las zonas oscuras que en las zonas claras. El método manual puede tener errores sistemáticos dependiendo del operador del programa; en el laboratorio se ha visto que estos errores no alteran la forma de las curvas encontradas. En este punto cobra importancia una vez más el tener una incidencia de partículas prácticamente monoenergéticas en los plásticos, ya que la teoría contempla que las trazas de distinto alcance empiezan a ser grabadas a distintos tiempos.

La calibración de la pantalla para no obtener las medidas en unidades arbitrarias o en píxeles, también es una fuente de error; se pone al microscopio una regla graduada con mínima escala de 10 micras y se exporta hasta la computadora pasando por el monitor, con el mismo programa Mocha se marcan dos puntos sobre la pantalla y se le dice a que medida real corresponde, es decir 50 micras, 100 micras, etc. Pero las rayas de la regla son más anchas que el cursor, de modo que dentro de la misma raya que delimita por ejemplo 50 micras, puede ponerse el cursor en distintas posiciones. Se ha calculado que para un ocular

de 40 x 10 la anchura de la raya es de 0.64 micras, de manera que considerando el máximo error que puede tener la determinación de los dos puntos, la incertidumbre en micras de las medidas es de 1.28. Y para un aumento de 80 x 10 se puede llegar a tener un error en la calibración de hasta 5.18 micras.

La estadística de las medidas es un factor que varía con ciertos parámetros, por ejemplo con el tiempo de grabado. A tiempos de grabado muy cortos, hay trazas que aún no se han grabado y otras que sí, (lo cual se contempla en el modelo de trazas planteado por Somogy y Zalay), por lo tanto no se tiene una lectura confiable del número de trazas formadas, mientras que cuando se han hecho varios grabados sucesivos, comienza a haber fenómenos en el material que producen burbujas o aparición de defectos que pueden confundirse con trazas, sobre todo si se hace un conteo automático, que solo distingue tonos de gris, aunque sea obvio que no se trata de una traza.

En un principio se midieron los diámetros de 100 trazas para cada energía y tiempo de grabado, pero se observó que con conteos menores la desviación estándar de los datos no variaba, así que se siguió trabajando con un promedio de 40 trazas. El número de pantallas leídas para lograr estas 40 trazas también varió, por ejemplo, en la irradiación a la más baja energía la afluencia de partículas fue menor a las otras, por lo que para la primer energía se tuvo menor densidad de trazas por centímetro cuadrado. Para los grabados de 10 y 12 horas las trazas de las tres últimas energías habían crecido tanto que se superponían unas con otras, lo cual hace que se puedan contar menos eventos por pantalla y que halla que desechar las trazas que se enciman. Estos efectos de saturación de los plásticos al grabarlos determinan cuando no es posible seguir grabando un detector. Si se pretende hacer crecer aún más las trazas para ver otra de sus etapas, y estudiar por ejemplo efectos secundarios, ocurridos más allá del alcance del ion, debe producirse una menor densidad de trazas en el CR-39, lo cual hará tener otras condiciones, como por ejemplo se tendrán muy pocas trazas por pantalla y las mediciones de los diámetros pueden tomar mucho tiempo.

Como anteriormente se mencionó, esta parte del experimento ofrece muchas posibilidades de mejoramiento para lograr mediciones con menos errores sistemáticos. Una posibilidad es la mejora del equipo de adquisición de imágenes, teniendo una iluminación uniforme en el microscopio y logrando imágenes más limpias que permitan hacer conteos automáticos. La otra es tener más conocimiento del manejo del software que se encarga del análisis de la imagen y buscar restar los defectos de la imagen.

Capítulo 7

Conclusiones

Se ha demostrado que un acelerador de bajas energías y diversos iones resulta útil para el desarrollo de experimentos que tengan como fin el estudio de los mecanismos de formación de trazas de iones en polímeros, en particular mediante el uso de la técnica de retrodispersión de iones (RBS).

El arreglo experimental usado; es decir acelerador, cámara de dispersión con su respectiva geometría, blanco y portamuestras, permite lograr una afluencia de iones en las muestras de CR-39 con las siguientes características:

- Incidencia de haz prácticamente monoenergética, dispersión promedio en la energía de 0.48 MeV tras la dispersión;
- Intervalos amplios y útiles en energía, sección diferencial y alcance proyectado, para varios iones;
- Densidad de trazas adecuada para ser observadas en un microscopio óptico y medidas mediante un programa de computadora de análisis de imágenes;
- La posibilidad de trabajar con incidencia normal en las muestras.

Se comprobó que efectivamente los iones de carbono dejan una huella a su paso por un material polimérico, es decir que estos materiales pueden hacer un registro de dichas partículas, lo cual permite darles el nombre de detectores. Ahora bien, este registro es distinto para partículas de distintas características: el diámetro del agujero formado en la superficie de los detectores varía en tamaño para cada energía (alcance), lo cual puede darles a estos materiales el carácter de identificadores de partículas, dependiendo de qué tanto pueden diferenciar entre una energía y otra. A este respecto puede decirse que en los grabados de ocho horas en adelante es posible conocer qué energía tenían las partículas que formaron las trazas partiendo de medir su diámetro (Ver figura 6.9).

En general el comportamiento de los parámetros de las trazas grabadas, d/n , y h (material removido), con respecto a los de los iones que les dieron origen (E o R_{i0}), es el predicho por la teoría clásica de evolución de trazas. Esto se observa comparando las gráficas 6.13 y 6.14.

en las cuales se muestran los resultados experimentales y las curvas descritas por la teoría para la relación entre R_0 y dm .

En este modelo además de R_0 , se involucran los parámetros h , θ y V , para predecir dm o Dm . El dispositivo experimental utilizado permite conocer θ ($\theta = 90^\circ$), R_0 y los diámetros, estos últimos ofrecen la posibilidad de disminuir su margen de error en las medidas (subsección 6.4.3); el valor del material desgastado h es calculado a partir del adelgazamiento de las muestras de CR-39 y a partir de éste se calcula también V_B . Se ha concluido que la mejora en la medida del desgaste es un factor que podría definir mejor la relación entre parámetros de la traza grabada y parámetros de la partícula incidente. Ahora bien, si se conocen todos estos parámetros (R_0 , h , θ , dm , Dm y V_B), puede usarse esta técnica y la teoría de trazas para encontrar la velocidad de desgaste del material dañado por la partícula V_T .

De manera que una conclusión general a este respecto es que, a partir de un procedimiento experimental de grabado y lectura bastante accesibles, tecnológicamente hablando, se obtienen resultados experimentales que concuerdan bastante bien con una teoría de evolución de trazas bastante sencilla en su descripción y fundamentos.

Para relacionar las trazas grabadas a algún fenómeno de frenado o pérdida de energía, se propuso, como se muestra en la sección 6.3 (gráficas 6.15, 6.16 y 6.17), asociar el tamaño de la traza grabada muy superficialmente, (80 minutos de grabado) con la ionización superficial. Si bien estos datos no permiten concluir algo al respecto, se observa el mismo comportamiento en las dos curvas y podría establecerse una correlación.

Esta investigación es importante por ser la primera en su tipo dentro del grupo de trabajo que se realizó, y deja sentadas las bases, la metodología de trabajo, establece los intervalos de trabajo en que el método experimental usado es útil, así como sus alcances y aspectos que pueden mejorarse para reducir los errores involucrados en las medidas. De manera que este trabajo es un punto de partida para diseñar experimentos que proporcionen mayor información sobre los fenómenos de pérdida energía relevantes para la formación de trazas en polímeros. Los resultados pueden compararse con modelos teóricos como el aquí presentado.

ESTA TESIS NO DEBE
SALIR DE LA BIBLIOTECA

Bibliografía

- [1] J. W. Baum; Comparison on distance and energy-restricted linear energy transfer for heavy particles with 0.25 to 1000 MeV/amu. Proc. Second Symp. on Microdosimetry, 20-24 Oct. Ispro, Italy, Brussels: Euratom; (1970) 653-666.
- [2] C. P. Bean, M.V. Doyle and G. Entine; Etching of submicron pores in irradiated mica. J. Appl. Phys. 41, (1970) 1454-1459.
- [3] E. V. Benton; Charged particle tracks in polimer No. 4: Criterion for track registration. USNRDL-TR-67-80, U. S. Nav. Rad. Def. Lab., San Francisco, Calif; 1967.
- [4] A. Crespo; Estudio de películas de NdF_3 por haces iónicos; Tesis Profesional; U.N.A.M. 1991.
- [5] I Curso Regional Sobre Aplicaciones de los Aceleradores de Partículas; Instituto de Física U.N.A.M.; Departamento de Física Experimental; México D.F. 30 de agosto -10 de septiembre (1993).
- [6] A. Chambaudet, A. Bernas & J. Roncin; On the formation of heavy ion latent tracks in polymeric detectors; Radiat. Effects, 34, (1977) 57-9.
- [7] W. K. Chu, J. W. Mayer y M. A Nicolet; Backscattering Spectrometry; Academic Press; Nueva York, 1978.
- [8] W. DeSorbo, and J. S. Humphrey; Effects upon track etching rates in charged particle irradiated polycarbonate film. Rad. Effects. 3, (1970) 281-282.
- [9] S. A. Durrani, and R. K. Bull; Solid State Nuclear Track Detectors, principles, methods and applications. Oxford: pergamon Press; 1987.
- [10] W. Enge; On the Question of Nuclear Track formation in Plastic Material; Radiat. Measurements 25 (1995) 11-26.
- [11] G. Espinosa; Trazas Nucleares en Sólidos; UNAM; México 1994.
- [12] G. Espinosa, J. I. Golarri, I. Gamboa, L. Tomasino, R. Griffith; Digital Image Counting System for Nuclear Track Detectors; Nuclear Tracks and Radiation Measurements 12 (1986b) 235-239.

- [13] J. Fain, M. Monnin and M. Mountret. Spatial energy distribution around heavy ion paths. *Rad. Research*, 57, (1974) 379-389.
- [14] R. L. Fleischer, P. B. Price and R. M. Walker; *Nuclear Tracks in Solids, principles and applications*. Berkeley : University of California Press; 1975.
- [15] R. L. Fleischer, P. B. Price, R. M. Walker & E. L. Hubbard; Criterion for registration in various solid state nuclear track detectors; *Phys. Rev.* 133, (1967) 1443-1449.
- [16] R. L. Fleischer, P. B. Price, R. M. Walker & E. L. Hubbard; Criterion for registration in dielectric track detectors; *Phys. Rev.* 156, (1967) 353-355.
- [17] Gamboa de Buen I.; Tesis profesional, UNAM, 1983; Determinación de Uranio en agua por detectores por trazas en sólidos (DTES).
- [18] R. V. Griffith, T. A. McMahon and G. Espinosa; A commercial bacterial colony counter for semiautomatic track counting; *Nucl. Tracks Radiat. Measurements* 8 (1984) 215-218.
- [19] H.H. Heckman, B.L. Perkins, W.G. Simon, F.M. Smith and W. Barkas; Ranges and energy loss processes of heavy ions in emulsions; *Phys. Rev.* 117, (1960) 544-546.
- [20] R. P. Henke and E. V. Benton; On Geometry of Tracks in Dielectric Nuclear Track Detectors; *Nucl. Inst. and Methods* 97, (1971) 483-489.
- [21] R. Katz; Formation of Etchable Tracks in Plastics; *Nucl. Tracks and Radiat. Measurements* 8 (1984) 1-8.
- [22] R. Katz; Track Formation in Plastics; *Nucl. Tracks* 7 (1983) 31-34.
- [23] R. Katz, & E. J. Kobetich; Formation of etchable tracks in dielectrics; *Phys. Rev.* 170, (1968) 401-405.
- [24] H. A. Khan, R. Brandt, N. A. Khan and K. Jamil; Critical angles of etching of CR-39 track detectors; *Int. J. Appl. Radiat. Isot.* 35, (1984) 111-116.
- [25] H. A. Khan and R. Brandt; Track-Registration-and-Development Characteristics of CR-39 Plastic Track Detector; *Nucl. Tracks* 7 (1983) 129-139.
- [26] E. Kobetich, J. and R. Katz; Energy deposition by electron beams and delta rays. *Phys. Rev.* 170, (1968) 391-396.
- [27] J. Lindhard, and M. Schareff; Energy dissipation by ions in the keV region. *Phys. Rev.* 124, (1961) 128-130.
- [28] J. Lindhard, and P. V. Thomsen; Sharing of energy dissipation between electronic and atomic motion. *Radiation Damage in Solids*, 1, (1962) 66-76, Vienna: Int. Atomic Energy Agency.

- [29] E. C. Montenegro, S. A. Cruz and C. Vargas-Aburto; A Universal Equation for the Electronic Stopping of Ions in Solids; *Phys. Letters* 92A (1982) 195.
- [30] H. G. Paretzke; On primary damage and secondary electron damage in heavy ion tracks in plastics; *Radiat. Effects* 34, (1977) 3-8.
- [31] J. Rickards; *La Física de las Radiaciones en Materia*; Fondo de cultura económica; En prensa.
- [32] J. Rickards; Programa de cálculo de poder de frenado y esparcimiento en energías; comunicación personal.
- [33] E. C. H. Silk, & R. S. Barnes; Examination of fission fragment tracks with an electron microscope; *Phil. Mag* 4, (1959) 970-1.
- [34] G. Somogyi and S. A. Szalay; Track-Diameter Kinetics in Dielectric Track Detectors; *Nucl. Instr. and Methods* 109, (1973) 211.
- [35] G. Somogyi; Development of Etched Nuclear Tracks; *Nucl. Instr. and Methods* 1973, (1980) 21.
- [36] G. Somogyi; Current problems in Chemical Track Etching; *Nucl. Tracks and Radiat. Measurements* 8 (1984) 27-35.
- [37] J. F. Ziegler, J. P. Biersack y U. Littmark; *The Stopping and Ranges of Ions in Solids*; Pergamon Press, 1985.
- [38] J. F. Ziegler y J. P. Biersack; TRIM; Ver. 92.12.