



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

FACULTAD DE CIENCIAS

"SENSIBILIDAD DEL METODO PIXE EXCITADO
CON HE PARA ESTUDIAR OXIDOS"

292674

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



DIRECTOR DE TESIS: DR. JORGE RICKARDS CAMPBELL



MEXICO, D.F.

2001

FACULTAD DE CIENCIAS
SECCION ESCOLAR



Universidad Nacional
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

Biblioteca Central



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.



SECRETARÍA NACIONAL DE
EDUCACIÓN PÚBLICA
MEXICO

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

Comunicamos a usted que hemos revisado el trabajo de Tesis:
 "Sensibilidad del método PIXE excitado con He para estudiar óxidos"

realizado por LOPEZ SANCHEZ ERICK JAVIER

con número de cuenta 9562166-3 , pasante de la carrera de Física.

Dicho trabajo cuenta con nuestro voto aprobatorio.

Atentamente

Director de Tesis
 Propietario

Propietario DR. JORGE RICKARDS CAMPBELL

Jorge Rickards Campbell

Propietario FIS. RENE ORTEGA ALVARADO

Rene Ortega Alvarado

Propietario DRA. MARIA ISABEL GAMBOA DE BUEN

Maria Isabel Gamboa de Buen

Suplente M. EN C. ALICIA ZARZOSA PEREZ

Alicia Zarzosa Perez

Suplente DR. JAVIER MIRANDA MARTIN DEL CAMPO

Javier Miranda

Consejo Departamental de Física

Patricia Goldstein Menache

DRA. PATRICIA GOLDSTEIN MENACHE
 Coordinadora de Licenciatura Física

10

A Papá Toño y Mamá Tatis[†].

Agradecimientos.

A mi director de tesis, Dr. Jorge Rickards Campbell.

A mis sinodales:

Javier Miranda

René Ortega

Isabel Gamboa

y Alicia Zarzosa.

A Karim López Guzmán, y Melitón Galindo.

A Luis De la Vega, José Luis Ruvalcaba, Luis Rodríguez, Arturo Zentella, Alejandra López y Rebeca Trejo.

Quiero agradecer también:

A mis popas **Javier y Bere**.

A mi gor **Yanet...**

A mamá **Leonor**.

A **Alicia Zarzosa**, quien fue mi asesora de carrera.

A **Virginia Abrín**, de no ser por ella, no estaría yo aquí.

A **Lety**, por aguantar lo latoso que soy.

ÍNDICE.

| | |
|--|----|
| Introducción | 3 |
| Antecedentes históricos y marco teórico..... | 3 |
| | |
| Capítulo I | |
| I.1 Fenómenos físicos fundamentales. | |
| I.1.1 La ionización..... | 7 |
| I.1.2 Rayos X característicos..... | 8 |
| I.1.3 El flujo y la afluencia..... | 11 |
| I.1.4 Modelo de la materia..... | 12 |
| I.1.5 La sección eficaz..... | 13 |
| I.1.5.1 La sección eficaz de ionización..... | 16 |
| I.1.6 El poder de frenado..... | 17 |
| I.1.7 La transmisión de fotones..... | 20 |
| | |
| Capítulo II | |
| II.1 La técnica PIXE. | |
| II.1.1 El proceso PIXE..... | 23 |
| II.1.2 El modelo matemático..... | 24 |
| II.1.2.1 La ecuación fundamental para blanco grueso..... | 24 |
| II.1.2.2 Producción de rayos X..... | 26 |
| II.2 El programa de cómputo. | |
| II.2.1 ¿Cómo funciona?..... | 27 |
| | |
| Capítulo III | |
| III.1 El dispositivo experimental. | |
| III.1.1 Antecedentes. | 30 |
| III.1.2 El acelerador Pelletron..... | 30 |

| | |
|--|----|
| III.1.2.1 El Pelletron del IFUNAM..... | 31 |
| III.1.3 La cámara de dispersión..... | 34 |
| III.1.4 El sistema de detección..... | 37 |
| III.1.4.1 Introducción..... | 37 |
| III.1.4.2 Breve teoría de estado sólido..... | 37 |
| III.1.4.3 La eficiencia de un detector..... | 40 |

III.2 Los experimentos.

| | |
|--------------------------------|----|
| III.2.1 El modelo teórico..... | 43 |
| III.2.1.1 Análisis previo..... | 44 |
| III.2.2 Los experimentos..... | 49 |

Capítulo IV

IV.1 Los resultados y su análisis.

| | |
|--|----|
| IV.1.1 Los espectros PIXE..... | 52 |
| IV.1.2 Predicción teórica y resultados experimentales..... | 54 |
| IV.1.3 Discusión..... | 61 |
| IV.1.4 Conclusiones..... | 64 |

| | |
|---|----|
| Apéndice A. Un poco de RBS..... | 66 |
| Apéndice B. El programa de cómputo..... | 68 |
| Apéndice C. Gráficas..... | 74 |

| | |
|-------------------|----|
| Bibliografía..... | 79 |
|-------------------|----|

Introducción.

El estudio de los óxidos en los materiales es de vital importancia, debido al efecto que pudiera tener dicho óxido del material en lo que éste se utilice. Por ejemplo: los cuadros de las bicicletas son cromados para que no se oxiden y se vean más atractivos; el acero inoxidable se inventó, y se usa en utensilios de cocina, en la fabricación de algunas piezas para automóviles; más científicamente, se usa en muchas de las partes de un acelerador de partículas, sistemas de vacío, etc.

En el área de la medicina se utilizan prótesis de diversos materiales, los cuales se estudian para mejorar la calidad del material y evitar que éste se oxide y cause efectos no deseados en el paciente. O si es el caso de algún material que es inevitable que reaccione con el oxígeno (como el titanio), por lo menos estudiar hasta qué punto es aceptable el espesor de la capa de óxido en ciertas condiciones, para los fines en que éste se utilice.

Antecedentes históricos y marco teórico.

Una de las técnicas que ha tenido más éxito en el análisis elemental, basada en aceleradores de partículas, es la Emisión de Rayos X Inducida por Partículas (PIXE: Particle Induced X-ray Emission). La razón principal es su capacidad de análisis multielemental, gran sensibilidad y rapidez en el análisis [4]. PIXE es una técnica que consiste en hacer incidir sobre un blanco un haz de partículas cargadas, para después detectar rayos X característicos producidos por los átomos del blanco con el objeto de analizarlos [6].

En los espectros PIXE, la detección de trazas de elementos se presenta con una gran sensibilidad, ya que es posible, mediante el uso de ésta, obtener concentraciones de elementos en condiciones óptimas de operación dentro de la

muestra de hasta 1mg/kg. La sensibilidad depende en gran medida del elemento de interés y de la matriz [6].

La técnica PIXE se introdujo en 1970 en Lund, Suecia por el grupo Johansson [36], pero existen artículos de mediados de la década de los 60 en los que ya se usaba este método para determinar espesores de películas delgadas [48]. Desde aquel año el número de artículos de investigación se ha incrementado rápidamente (casi exponencialmente) y parece (revisando la literatura) que su principal campo de aplicación reside en biología, medicina y aerosoles. Además de estas importantes aplicaciones, también la emplean en campos como medicina forense, arqueología, ingeniería mecánica, mineralogía y física de estado sólido. La razón de que aplicaciones en biología y medicina atraigan investigadores puede fundarse en el hecho de que la máxima sensibilidad de PIXE está en la región de elementos cuyos valores de Z se encuentran entre 10 y 40. Es en esta región donde se encuentran los elementos, con algunas excepciones, de máxima importancia para la biología [6].

Partiendo de la suposición de que toda técnica de análisis es complementaria de alguna otra, mencionaremos que PIXE ofrece la ventaja de que la muestra a analizar no necesita ser destruida, lo cual es muy importante cuando se trata de muestras únicas, dado que cuando se utiliza un haz de protones, el daño que sufre la muestra es mínimo comparado con el daño producido por iones más pesados. Y quizás una de las mayores ventajas de PIXE es que ofrece la posibilidad de realizar análisis multielemental con una sola muestra, pues se puede obtener información acerca de todos los elementos existentes en la muestra en un solo espectro. Desde luego, considerando las limitaciones del sistema, se puede afirmar que generalmente no se detectan elementos con $Z \leq 10$, a causa de la absorción de los rayos X de elementos ligeros en las ventanas del sistema de detección [6].

Este trabajo se realizó con un objetivo claro: comprobar la sensibilidad del método PIXE excitado con He para estudiar óxidos, más específicamente para el estudio del óxido de titanio, en el titanio. Puesto que este es un tema que ya se había desarrollado antes [2,3, 41-45], variando la energía y el ángulo de incidencia, pero usando protones como proyectiles, la motivación para la realización de este trabajo fue que uno de los tanques de gas se rellenó con He (en el acelerador Van de Graaff de 0.7 MeV), y con los iones de He a bajas energías se puede esperar una mejor resolución que con protones, debido al poder de frenado y la sección eficaz de ionización del He, son mayores que los de H; así que se desarrolló un programa de cómputo partiendo del análisis de blanco grueso [1], y se toma la idea de capas de Rickards [2], debido a que se tienen dos capas: la capa de óxido y la del elemento puro. Cabe aclarar que por causas de fuerza mayor, no se utilizó el acelerador Van de Graaff de 0.7 MeV, sino el Pelletron del IFUNAM.

Existen 3 diferencias principales entre este programa y el de la ref. [3]:

1. En este programa se calcula el poder de frenado interpolando datos obtenidos por el programa TRIM95 [3]; Rickards lo hace de acuerdo al artículo de Montenegro [27].
2. Rickards calcula la sección eficaz de ionización con la Aproximación de Encuentro Binario (BEA, ver sección 1.1.5.1). Este programa calcula la sección eficaz de ionización interpolando valores obtenidos con la aproximación ECPSSR por Cohen *et al.* [11].
3. Con este programa sólo se hace el cálculo para óxido de titanio (oxígeno y titanio) y titanio puro, tomando en cuenta 2 capas: la del óxido y la del titanio puro. Con el de Rickards se calcula para 3 capas con 5 diferentes elementos a escoger en cada capa.

También se desarrolló un experimento en el que la muestra era de plata pura en sustrato de SiO_2 , y consistió en tratar de definir el espesor de la película de plata con este método.

A manera de resumen, se describe brevemente el contenido de cada capítulo.

Capítulo I. Se mencionan los fenómenos físicos fundamentales que están involucrados en la realización de esta tesis.

Capítulo II. Explica lo que se cree que sucede en el fenómeno PIXE, se deduce el modelo teórico de la técnica PIXE, de acuerdo a la geometría del sistema (haciendo algunas consideraciones), tomando en cuenta la ecuación de blanco grueso y se explica lo que hace el programa de cómputo desarrollado.

Capítulo III. En la primera parte se ve el dispositivo experimental: el acelerador Pelletron del IFUNAM, la línea de conducción en la que se trabajó, la cámara de dispersión y el sistema de detección empleado. En la segunda parte se muestran los cálculos realizados con el programa, previos a los experimentos, y finalmente se describen los experimentos.

Capítulo IV. Resultados experimentales, análisis y comparación con los resultados teóricos, discusión y conclusiones.

La fabricación del portamuestras de acrílico y la preparación de las dos muestras de películas de plata en sustrato de SiO_2 , las realizó el Técnico Melitón Galindo González del laboratorio Van de Graaff de 0.7 MeV del IFUNAM.

CAPÍTULO I

I.1 Fenómenos físicos fundamentales.

I.1.1 La ionización.

Los iones positivos son átomos que viajan a grandes velocidades, y que por alguna razón han perdido uno o más electrones, por lo que viajan con una carga neta positiva. Tienen la estructura típica de átomos: núcleo con sus electrones. Sólo los átomos totalmente ionizados, es decir sin electrones, pueden considerarse como puntos con carga positiva. Por ejemplo los protones (hidrógeno ionizado), deuterones (deuterio ionizado) y las partículas α (helio doblemente ionizado), entre otros [5].

Cuando un ion entra en la materia con una cierta velocidad, puede ir intercambiando electrones con el medio. Por ejemplo, un ion de helio de alta velocidad pasa del estado He^{2+} (doblemente ionizado ó partícula α) al He^+ y luego al He^0 al irse frenando y recogiendo electrones. El intercambio de electrones es más factible cuando la velocidad del ion es del orden de la velocidad de los electrones en el material [5].

Cuando partículas cargadas interactúan con la materia, primeramente interactúan con muchos electrones de manera simultánea, los cuales, debido a la fuerza coulombiana, experimentan un impulso cuando las partículas cargadas pasan cerca de ellos, y, dependiendo de la proximidad, ese impulso puede ser suficiente para que un electrón se eleve a una capa superior del átomo, dejándolo en un estado *excitado*; o puede suceder que el electrón se remueva por completo del átomo, lo que se llama *ionización* [6].

La energía que se transfiere al electrón viene de la partícula cargada en movimiento, lo que hace que la energía de ésta disminuya como resultado de la interacción. La máxima energía que puede transferir la partícula cargada de masa m y energía cinética E a un electrón de masa m_e en una colisión simple es $4Em_e/m$, o alrededor de $1/500$ de la energía de la partícula por nucleón. Debido a que esto es una pequeña fracción de la energía total, la partícula perderá su energía en otras muchas interacciones al pasar por la materia y tendrá un efecto neto como resultado de dichas interacciones, por lo que la partícula perderá continuamente velocidad hasta que finalmente se detendrá [6].

Debido a estas interacciones en un material absorbedor, pueden resultar átomos excitados o bien pares de iones, en donde cada par de iones está constituido de un electrón libre y su correspondiente ion positivo del átomo absorbedor. Los pares de iones posteriormente tendrán la tendencia a recombinarse para formar átomos neutros [6].

1.1.2 Rayos X característicos. (El decaimiento atómico).

Si los electrones orbitales en un átomo son perturbados de su configuración original por algún proceso de excitación, entonces el átomo estará en un estado excitado por un corto tiempo, puesto que hay una tendencia natural para los electrones de reacomodarse ellos mismos y regresar al átomo a su nivel más bajo de energía (estado base), en un tiempo de nanosegundos. La energía liberada en la transición del estado excitado al estado base toma la forma de fotones conocidos como *rayos X característicos*, (entre otros fenómenos ocurridos) cuya energía está dada por la diferencia de energías entre los estados final e inicial [6].

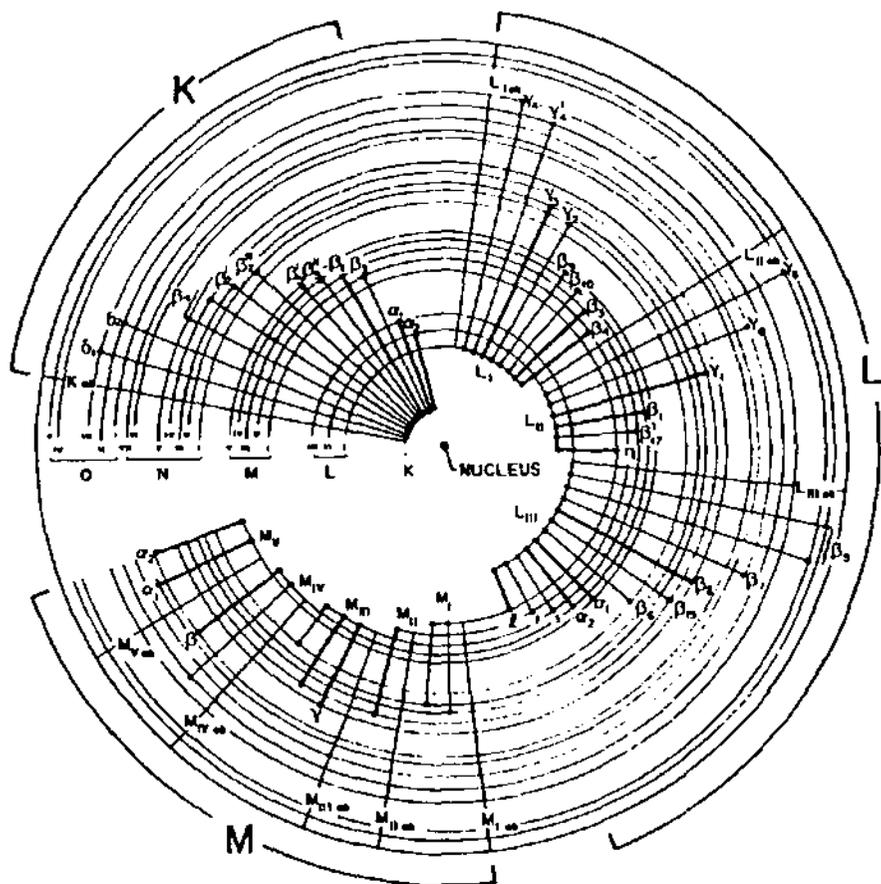


Fig. L.1.2.a. Niveles de energía en el átomo tomada de la ref. [13].

Completando la definición de los rayos X característicos, mencionamos que la existencia de niveles de energía discretos da origen a grupos de líneas que están bien determinadas. El electrón que llena la vacante de las capas internas del átomo puede provenir de un gran número de *subcapas*, limitado en sus transiciones por las reglas de selección atómicas. Esta consideración obliga a que cierta cantidad de líneas K, de líneas L, etc., deban ser identificadas. Dentro de las transiciones debe hacerse una distinción en virtud de su intensidad relativa dentro de su respectivo grupo. Así, la línea K más intensa será la línea K_{α} , la siguiente la K_{β} , etc. Cada una

de estas líneas puede a su vez estar compuesta por cierto número de transiciones, que se reconocerán por un subíndice, distinguiendo así las líneas $K_{\alpha 1}$, $K_{\alpha 2}$, $L_{\alpha 1}$, $L_{\alpha 2}$,... etc. [6]. La figura I.1.2.a muestra esquemáticamente los niveles de energía atómicos y las transiciones atómicas que dan origen a los rayos X con la nomenclatura acostumbrada [13].

Es importante hacer notar que además de los rayos X producidos por las transiciones, aparece en los espectros de PIXE, la radiación de fondo (ver figura I.1.2.b). Los picos característicos generalmente aparecen superpuestos a dicho fondo y las fuentes de la radiación de fondo son la radiación de frenado o *bremsstrahlung* (ver ref. [17]) de electrones secundarios, la radiación de frenado de los mismos proyectiles y la dispersión de Compton de rayos γ proveniente de núcleos excitados. Por ello se debe mencionar esta radiación, pues algunas veces impide detectar líneas en el espectro, en particular debido a la radiación de frenado que es más común para blancos gruesos [6].

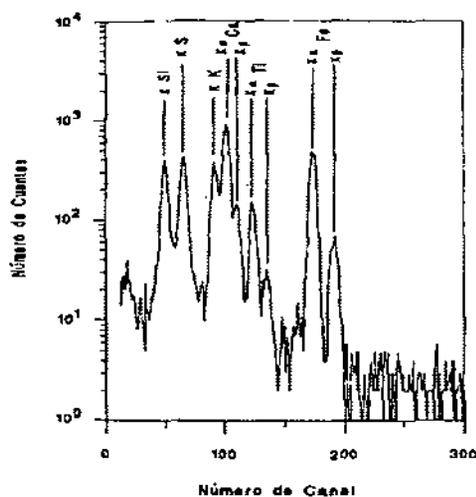


Fig. I.1.2.b. Espectro PIXE típico [6].

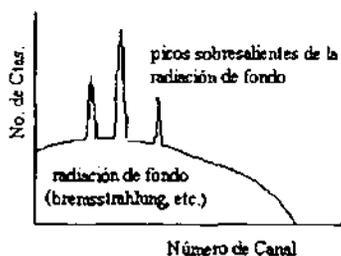


Fig. 1.1.2.c. Espectro PIXE.

1.1.3 El flujo y la afluencia.

Cuando se realizan experimentos con radiaciones, se bombardean muestras de algún material absorbedor (centros dispersores) con un gran número de radiaciones (proyectiles) que se suponen monoenergéticas. Al igual que el flujo de fluidos, se define el flujo de radiación a través de una superficie como el número de radiaciones que cruzan dicha superficie por unidad de tiempo [5].

La densidad de flujo de proyectiles ϕ [proyectiles/cm²s] se define como el número de ellos que pasa por un área unitaria por unidad de tiempo. Si el haz de radiaciones es paralelo, resulta ser $\phi = n_i v_i$, donde n_i es la densidad espacial de proyectiles en el haz [proyectiles/cm³] y v_i es su velocidad [cm/s]. En la figura 1.1.3.a el área S es perpendicular a la dirección de movimiento de los proyectiles. Considérese el volumen indicado por líneas de puntos. La profundidad (en la dirección en que incide el haz) del volumen se toma como $v_i t$, siendo t un intervalo de tiempo. Entonces cada partícula que inicialmente se encuentra dentro del volumen $S v_i t$ cruza el área S dentro del lapso t . Como hay n_i proyectiles por unidad de volumen, el número total de proyectiles que cruzan S resulta $S v_i t n_i$. La densidad de flujo, siendo el número que cruza por unidad de área y por unidad de tiempo, se obtiene dividiendo entre S y t , quedando $\phi = n_i v_i$ [5].

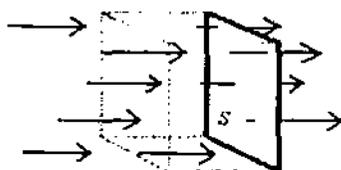


Fig. 1.1.3. Definición de densidad de flujo por una superficie S [5].

La afluencia Φ , [proyectiles/cm²] es la densidad de flujo ϕ integrada sobre el tiempo que dura la exposición, o sea el número total de proyectiles que llega al blanco por unidad de área, durante el experimento:

$$\Phi = \int \phi(t) dt \quad (1.1.3.1)$$

En el caso que se pueda considerar que la densidad de flujo es constante en el tiempo, entonces la afluencia es simplemente el producto ϕt . En los casos en que los proyectiles son partículas cargadas, el flujo constituye una corriente eléctrica, y la densidad de flujo equivale a una densidad de corriente eléctrica. La carga total se obtiene integrando la corriente sobre el tiempo de exposición:

$$Q = \int i(t) dt \quad (1.1.3.2)$$

Si la corriente fuera constante, la carga sería simplemente $Q=it$. 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]. Esta área generalmente la define un colimador que se coloca frente al blanco [5].

1.1.4 Modelo de la materia.

Suponiendo que el material absorbedor es amorfo, es decir, no tiene estructura cristalina, se define la densidad molecular n_2 [moléculas/cm³] de un compuesto por la expresión:

$$n_2 = \frac{N_o \rho}{M} \quad (1.1.4.1)$$

donde N_o [moléculas/mol] es el número de Avogadro, ρ [g/cm³] es la densidad del material y M [g/mol] su peso molecular. Si el material es monoatómico, la densidad atómica es igual a la densidad molecular n_2 . Si se trata de un compuesto, la densidad de cada tipo de átomo es n_2 multiplicado por el número de átomos correspondientes en el compuesto. La densidad electrónica [electrones/cm³] de un material monoatómico es $n=Z_2 n_2$. En un compuesto de densidad molecular n_2 , la densidad electrónica es:

$$n = n_2 \sum_i (Z_i), \quad (1.1.4.2)$$

sumando sobre la totalidad de los átomos del compuesto [5].

Frecuentemente se usan películas delgadas como blancos para diferentes experimentos. Sea un espesor x_2 [cm, μm , Å, etc.]. Se acostumbra también dar el espesor x_2' de una película delgada en unidades de [g/cm²], que se obtiene simplemente multiplicando x_2 por la densidad ρ del material: $x_2' = \rho x_2$. Comúnmente se expresa x_2 en micrómetros (μm) [5].

La densidad areal n_a [átomos/cm²] de una película se calcula multiplicando la densidad atómica n_2 [átomos/cm³] por el espesor, es decir $n_a = n_2 x_2$. Si se toma el espesor de un diámetro atómico, entonces se tiene la densidad atómica superficial, que en un sólido es del orden de 10^{15} átomos/cm²; una monocapa se define como 10^{15} átomo/cm². La densidad areal n_a de una película es proporcional al espesor x_2' [mg/cm²], lo cual explica la utilidad de usar estas últimas unidades [5].

1.1.5 La sección eficaz.

Considérese un experimento de dispersión de partículas, como el indicado en la figura 1.1.5.a. El blanco es delgado y su densidad areal de centros dispersores es n_α . El detector abarca un ángulo sólido Ω , y está colocado con su centro a un ángulo θ_l (ángulo de laboratorio) respecto a la dirección del haz incidente. En un lapso dado, un número (generalmente muy grande) de proyectiles N_{inc} bombardea al blanco. De éstos, N_{disp} son dispersados hacia el detector. Entonces, la relación N_{disp}/N_{inc} es proporcional al ángulo sólido Ω , a la densidad areal del blanco, y a una cantidad $\sigma(\theta_l)$ que representa la probabilidad de que cada centro dispersor produzca una dispersión en la dirección θ_l . A esta cantidad se le llama sección diferencial.

$$N_{disp}/N_{inc} = \sigma(\theta_l) n_\alpha \Omega \quad (1.1.5.1)$$

En ocasiones se utiliza también la notación $d\sigma/d\Omega$ para la sección diferencial [5].

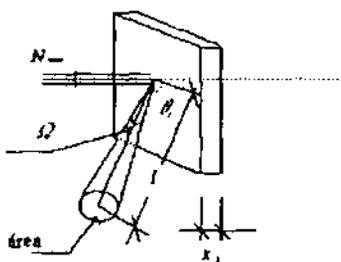


Fig. 1.1.5.a. Definición de la sección diferencial [5].

La sección diferencial es una característica propia de cada tipo de proceso. En la notación se especifica la dependencia de la sección diferencial con θ_l el ángulo suplementario al cual se coloca el detector con respecto al haz incidente. Esto implica que si se el detector se coloca en otra dirección, la probabilidad de dispersión (es decir, la sección diferencial) puede ser otra. Pero no sólo depende de

la dirección: aunque no se especifica en la notación, la sección diferencial también depende de otros parámetros, como: el tipo de proyectil y la energía de los proyectiles, el sistema de referencia empleado, las características del centro dispersor (diferente para cada material), etc. No depende de la corriente o densidad de corriente del haz, ni de la forma física o química del blanco, ni del tamaño del detector. La unidad de sección más usada es el barn [b]: $1 \text{ barn} = 10^{-24} \text{ cm}^2$ [5].

Cuando en un experimento se detectan o pretenden detectar todas las partículas dispersadas (o producidas), sin importar su dirección de salida, la probabilidad por centro dispersor se denomina la sección total, σ_{tot} . Formalmente, la sección total es la integral de la sección diferencial sobre todas las direcciones de salida posibles, correspondiendo a un ángulo sólido de 4π :

$$\sigma_{tot} = \int \sigma(\theta, \phi) d\Omega, = 2\pi \int_0^\pi \sigma(\theta, \phi) \sin \theta, d\theta, \quad (1.1.5.2)$$

El factor 2π proviene de la integración sobre el ángulo azimutal, suponiendo simetría cilíndrica alrededor de la dirección del haz. Se acostumbra expresar la sección total en $[\text{cm}^2]$ o [barns] y sus múltiplos [5].

La mayoría de las veces resulta de utilidad ver a la sección como representada por un pequeño disco de área σ normal al haz de proyectiles. Entre mayor sea el área del disco, mayor será la probabilidad de dispersión. De hecho, el que σ tenga unidades de área justifica el poder ver la sección como un área. Esta visualización sólo ayuda a comprender los experimentos, pero no debe pensarse que el disco de área σ necesariamente corresponde a las dimensiones reales del centro dispersor [5].

Se pueden definir tantas secciones (a final de cuentas son probabilidades) como fenómenos sean observados. La definición de sección diferencial se presentó suponiendo que el fenómeno era de dispersión, pero puede haber otros fenómenos, como reacción nuclear o ionización [5].

1.1.5.1 La sección eficaz de ionización.

Otra de las secciones que se puede definir, como se dijo en el párrafo anterior es la de ionización. Debido al proceso de producción de rayos X, aquí se hace énfasis de la importancia de la ionización, y la consecuencia de producción de rayos X, pues son las colisiones atómicas las que producen vacantes electrónicas en las capas internas [6].

La gráfica de la sección eficaz de ionización de la capa K de titanio por partículas alfa, de acuerdo a la referencia [11], se muestra en el siguiente esquema:

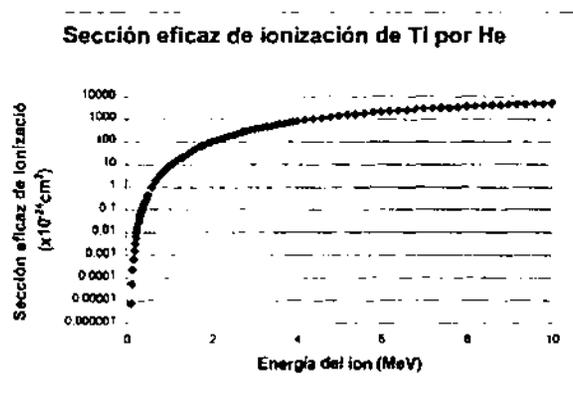


Fig. 1.1.5.b. Sección eficaz de ionización como función de la energía de incidencia de iones de He[11].

Se define por tanto, a la sección eficaz de ionización, σ_I , como la *probabilidad* de que ocurran las correspondientes ionizaciones en los átomos por la interacción con los iones incidentes. La forma analítica de la sección eficaz de

ionización puede obtenerse mediante tratamientos semiclásicos o cuánticos, y debido a la dificultad de los cálculos, sólo se mencionará el nombre de algunos de estos tratamientos:

1. La Aproximación de Onda Plana de Born (PWBA)
2. La Aproximación semiclásica (SCA).
3. La Aproximación de Encuentro Binario (BEA).
4. La Aproximación de onda plana de Born con correcciones por pérdida de energía, con correcciones por efectos relativistas del electrón a expulsar, de deflexión coulombiana del proyectil, y perturbación de estados estacionarios del electrón (ECPSSR) [6].

Para una breve descripción de estos tratamientos se pueden consultar las referencias [4, 6]. Cabe hacer notar que para el programa de cómputo se utilizaron datos ya calculados por Cohen *et al.* [11], quien usa el tratamiento ECPSSR para calcular las secciones eficaces de ionización.

I.1.6 El poder de frenado.

Debido a los primeros estudios, se sabe que los iones de altas velocidades dentro de la materia interactúan con los electrones del material, y con los átomos completos en menor frecuencia. La interacción con los electrones produce excitación e ionización del material y resulta en el frenado electrónico del ion. Este frenado electrónico puede describirse como si una bola de boliche es arrojada contra un conjunto de millones de pelotas de ping-pong: al principio la bola de boliche desplazará una gran cantidad de pelotitas de ping-pong de su lugar, cediéndole una cantidad proporcional de la energía de la bola a cada pelotita, pero conforme esta bola de boliche avanza, se irá frenando hasta que pierde toda su energía y llega al reposo. La interacción con los átomos completos da lugar al

llamado frenado nuclear, y produce desplazamientos de los átomos completos, y por lo tanto daños estructurales. Se describe este frenado nuclear como si entre el motón de pelotitas hubiera otras bolas de boliche en reposo pero en mucho menor cantidad de pelotas de ping-pong, y la bola de boliche acelerada (negativamente, claro, ya que se va frenando) también interactúa con las bolas de boliche en reposo. Al avanzar el proyectil (con carga eléctrica) dentro del material, va perdiendo energía cinética gradualmente debido a interacciones con el gran número de partículas cargadas que va encontrando, principalmente electrones. Esto provoca un frenado gradual del proyectil, que va depositando energía a lo largo de su trayectoria, hasta que se frena totalmente [5].

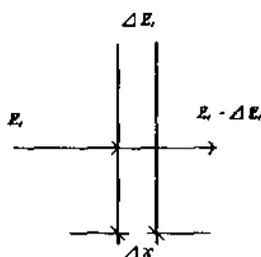


Fig. I.1.6.a. Frenado de un proyectil que pasa por un blanco delgado [5].

Se define el poder de frenado $-dE_i/dx$ (de un proyectil por un material dado) como la energía perdida por unidad de longitud recorrida. Por lo tanto, tiene unidades de [MeV/cm], u otras combinaciones de energía y longitud. Haciendo referencia a la figura I.1.6.a, el proyectil con energía inicial E_i , cruza una capa delgada del material con espesor Δx , perdiendo en el proceso la cantidad de energía ΔE_i . Emerge entonces con energía $E_i - \Delta E_i$. Si hacemos tender Δx a cero, el poder de frenado $-\Delta E_i/\Delta x$ se puede expresar como una derivada. En esta definición se ha supuesto que la trayectoria del proyectil es rectilínea, lo cual sucede en general cuando su velocidad es grande. También se ha supuesto que la pérdida de energía ΔE_i es el resultado de un gran número de eventos, que se pueden tratar estadísticamente. Finalmente existe la contradicción de hacer tender Δx a cero, al

mismo tiempo exigiendo que el número de eventos sea grande; sin embargo, la definición es adecuada para la mayoría de las aplicaciones [5].

El poder de frenado total es la suma del poder de frenado electrónico y el nuclear:

$$\left(-\frac{dE_1}{dx}\right)_{\text{tot}} = \left(-\frac{dE_1}{dx}\right)_{\text{electr}} + \left(-\frac{dE_1}{dx}\right)_{\text{nuc}} \quad (\text{I.1.6.1})$$

Todos ellos son función de la energía incidente E_1 , de los números atómicos del proyectil y del blanco [5].

El poder de frenado depende del estado físico del material. A veces es conveniente usar otras cantidades, que son propiedades atómicas o electrónicas del material, y que por lo tanto son aditivas cuando se trata de materiales compuestos. El poder de frenado másico ε^* define como $(1/\rho)(-dE_1/dx)$, siendo ρ la densidad del material; tiene unidades de $[\text{MeVcm}^2/\text{g}]$, y es la cantidad que generalmente se encuentra en tablas de poder de frenado. La sección (atómica) de frenado es el poder de frenado dividido entre la densidad atómica del material $S(E_1) = \varepsilon/(n_2)(-dE_1/dx)$; tiene unidades $[\text{MeV cm}^2]$ [5].

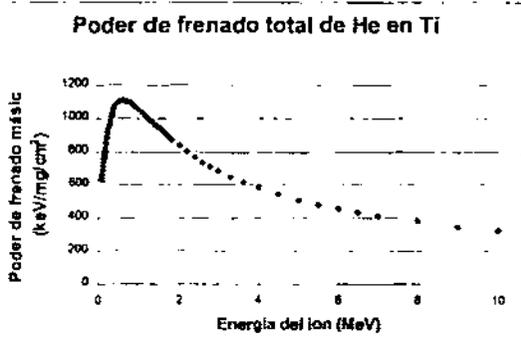


Fig. I.1.6.b. Poder de frenado como función de la energía del ion [19].

La sección electrónica de frenado es el poder de frenado dividido entre la densidad de electrones $(1/n)(-dE/dx)$; también tiene unidades (MeV cm^2) . En vista de que las secciones atómicas de frenado se pueden sumar, el poder de frenado de un material compuesto, de fórmula A_mB_n , se puede calcular usando la llamada regla de Bragg, que se expresa como [5]:

$$\epsilon(A_mB_n) = m\epsilon(A) + n\epsilon(B) \quad (1.1.6.2)$$

En la figura 1.1.6.b se muestra el comportamiento del poder de frenado de partículas alfa en titanio.

1.1.7 La transmisión de fotones (rayos X).

En cuanto a la radiación electromagnética, su comportamiento es diferente al de las partículas cargadas que tienen masa en reposo (iones en general, neutrones). La materia se comporta como dispersora o absorbidora de radiación electromagnética (rayos γ y/o rayos X, es decir, fotones). En un experimento como el esquematizado en la figura 1.1.7.a, se tiene una fuente de fotones (rayos X o gamma) que emite radiación en todas direcciones.

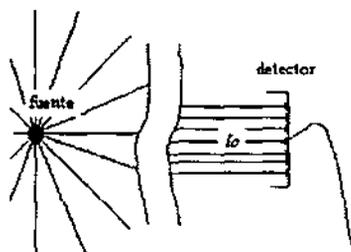


Fig. 1.1.7 a. Experimento de detección de radiación electromagnética emitida por una fuente. En el detector se observa una intensidad de radiación I_0 (número de fotones) [5].

Se selecciona una dirección por medio de una serie de colimadores y atrás de la abertura se coloca un detector, observándose en él la intensidad de la radiación

I_0 , o sea cuántos fotones llegan al detector en un cierto lapso de tiempo. Después se coloca un material absorbedor de espesor x entre la fuente y el detector, y se encuentra en la lectura del detector que este absorbedor impide el paso de algunos de los fotones, reduciéndose la intensidad que llega al detector de I_0 a I . El absorbedor no reduce la energía de los fotones, sólo su intensidad, es decir el número de fotones que alcanzan al detector. No existe un frenado gradual de los fotones, como lo que sucede con las partículas cargadas con masa en reposo [5].

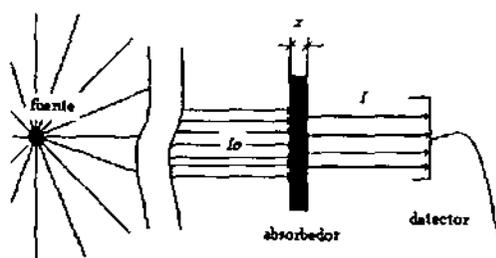


Fig. 1.1.7.b. Experimento de transmisión de radiación por un material absorbedor. En el detector se observa una intensidad de radiación I (número de fotones) [5].

Si se aumenta gradualmente el espesor x del absorbedor, la fracción de la radiación transmitida va disminuyendo de acuerdo con la siguiente ecuación:

$$-\frac{dI}{I} = \mu dx \quad (1.1.7.1)$$

El coeficiente μ se denomina coeficiente lineal de atenuación. Comprende todos los efectos de dispersión o absorción que impiden que algunos fotones lleguen al detector. Su magnitud depende de la energía de los fotones y del tipo de absorbedor. Las unidades de μ son del inverso de longitud [cm^{-1}] [5, 15, 16].

La solución de la ecuación diferencial 1.1.7.1 es una función exponencial negativa:

$$I = I_0 e^{-\mu x} \quad (1.1.7.2)$$

I_0 es el valor de I cuando $x=0$; el valor de μ determina la pendiente de la curva de atenuación. Para una discusión más detallada de esta función y la solución de la ecuación diferencial, se pueden consultar las referencias [5, 15, 16].

Para los cálculos que realiza el programa es necesario usar espesores dados en g/cm^2 (ver sección 1.1.4), por tal motivo en la transmisión de rayos X es necesario usar el coeficiente *másico* de atenuación μ_m cuyas unidades son $[\text{cm}^2/\text{g}]$, y así la transmisión será:

$$\frac{I}{I_0} = e^{-\mu_m x} \quad (1.1.7.3)$$

Los coeficientes másicos de atenuación son tomados de la referencia [12], los cuales se interpolan de acuerdo a la energía requerida (es decir, de los rayos X característicos que se traten) y para un compuesto del tipo A_nB_l , se realiza la siguiente operación [5]:

$$\mu_m(A_nB_l) = n\mu_m(A) + l\mu_m(B) \quad (1.1.7.4)$$

CAPÍTULO II

II.1 La Técnica PIXE.

II.1.1 El proceso PIXE.

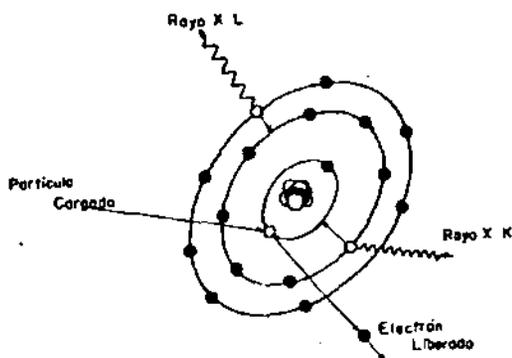


Figura II.1.1.a. El proceso PIXE [6].

En la figura II.1.1.a se muestra el modelo teórico que explica lo que se cree que sucede en el proceso físico básico de la técnica PIXE.

El proyectil (ion o cualquier partícula cargada) proveniente del haz, transfiere energía a un electrón que se encuentra en las capas más profundas del átomo blanco, consiguiendo la expulsión del electrón, dejando así al átomo en un estado excitado. La vacante producida se llena posteriormente por otro electrón proveniente de capas más altas, donde la energía excedente se deja escapar por dos formas posibles: por la expulsión de un tercer electrón (electrón *Auger*, ver referencia [13] para una explicación de este fenómeno), o por la emisión de un fotón (rayo X). Las energías involucradas en cada uno de estos procesos son características del elemento del que se trate [6].

La técnica PIXE requiere de cierta instrumentación (ver sección III.1). Un haz de partículas (iones) monocromático y colimado generalmente proveniente de un acelerador del tipo Van de Graaff, incide sobre la muestra. Posteriormente, los rayos X producidos son capturados por un detector de estado sólido que normalmente es de silicio - litio Si(Li) (ver sección III.1.4). Las señales que se originan en el detector son primero amplificadas y después procesadas por medio de un analizador multicanal. Por último el espectro resultante se estudia con la ayuda de programas de cómputo, como el Axil (ver referencia [30]) [6].

II.1.2 El modelo matemático.

II.1.2.1 La ecuación fundamental para blanco grueso.

El análisis PIXE se divide en dos tipos: análisis para blanco delgado y análisis para blanco grueso. La distinción se presenta a partir del hecho de que en el blanco delgado, la sección eficaz para la producción de vacantes puede considerarse constante, y la atenuación de rayos X que viajan hacia la superficie a partir del interior del blanco puede tomarse como despreciable. En tanto que en el blanco grueso la atenuación es considerable, en particular para rayos X de baja energía [6].

El modelo de capas (capa de óxido y capa de elemento puro) se toma de Rickards [2]. En la figura II.1.2.a se muestra a las partículas que penetran a un material de espesor d , recorren una distancia horizontal ρl , y el detector de Si(Li) se coloca a un ángulo θ_2 con respecto a la normal a la superficie del material. Este capta los rayos X emitidos en esa dirección, y de acuerdo con la energía del fotón emitido, el detector produce un pulso, el cual después de ser amplificado se envía al analizador multicanal, que a su vez está conectado a una computadora donde se conforma el espectro PIXE [6].

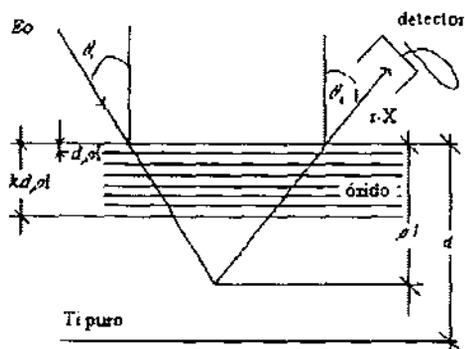


Fig. II.1.2.a. Geometría del sistema.

La cantidad de fotones o rayos X de una línea de emisión producidos en una parte del material, de espesor diferencial de la penetración dx , a una profundidad x que son registrados por el detector, dependen de:

1. La densidad de átomos del elemento en el material.
2. La eficiencia del detector.
3. La cantidad de partículas incidentes.
4. La absorción que sufren los rayos X.
5. La sección eficaz de producción de rayos X [6].

Para el análisis se toman en cuenta las siguientes suposiciones:

- a. La composición del blanco es homogénea.
- b. El estado de la carga del proyectil es constante sobre el intervalo de excitación.
- c. Las colisiones átomo blanco - blanco son despreciables, debido a que la energía de los iones es $< 3\text{MeV}$.
- d. El poder de frenado del blanco complejo está dado por la regla de Bragg.
- e. La energía del haz perdida en el blanco (o que no pega en el blanco) puede ser despreciable sobre el intervalo efectivo de excitación.
- f. La sección eficaz de excitación está dada por la aproximación ECPSSR.
- g. Los coeficientes de absorción de masa de los rayos X y la producción de fluorescencia son exactamente conocidos [1].

II.1.2.2 Producción de rayos X.

Consideramos un ion con una energía E_0 , incidiendo de tal manera que forma un ángulo θ_i respecto a la normal a la superficie de un blanco homogéneo de densidad ρ , cuyos elementos tienen número atómico Z_a , masa atómica A_a y fracción de concentración $c_a = c_{ia}/c$, con c_{ia} la concentración del elemento tipo a , c la concentración del total de elementos en la muestra. El número de átomos del tipo a por cm^3 es $c_a(N_0/A_a)\rho$, donde N_0 es el número de Avogadro [1]. De la figura II.1.2.a se puede obtener la energía del ion a una profundidad ρt de acuerdo con la relación

$$E(\rho t) = E_0 - \int_0^{\rho t} S(E) d(\rho' t') \quad (\text{II.1.2.1})$$

donde $S(E) \equiv (1/\rho)[(dE/dx)_E + (dE/dx)_N]$ es el poder de frenado total, (sección I.1.6). Se emplea la sección atómica de frenado para poder usar la regla de Bragg. Esta sección atómica de frenado se define como (sección I.1.6) $\varepsilon = (1/n_2)(S(E))$ con n_2 la densidad atómica del material. La regla de Bragg (sección I.1.6) para este caso se toma como:

$$\varepsilon(Ti_a O_i) = m\varepsilon(Ti) + l\varepsilon(O) \quad (\text{II.1.2.2})$$

En el programa se toman los poderes de frenado del cálculo que hace el programa TRIM95 desarrollado por Ziegler [19], y se interpolan para obtener las secciones atómicas de frenado, las cuales se usan para efectuar la regla de Bragg, y con ello calcular la energía E_i , misma que se usará para obtener la sección eficaz $\sigma_{Ti}(E_i)$ del material, en este caso titanio. El número de fotones K_a , generados en la capa $\Delta \rho t$ por iones de He incidente es:

$$\Delta n_{K_a} = c_n \left(\frac{N}{A_n} \right) \sigma_{i,K,Ti} \omega_{K,n} P_{K_a} \Delta \rho t \quad (\text{II.1.2.3})$$

donde $\sigma_{i,K,Ti}$ es la sección eficaz de ionización de la capa K del titanio, para iones de He de energía E_n , $\omega_{K,a}$ es la producción de fluorescencia de la capa K , sabiendo

que $\omega_{K,\alpha}$ es la probabilidad de que en la desexcitación la energía sobrante se vaya como un rayo X y no como un electrón Auger; $P_{K\alpha}$ es la probabilidad de que del total de rayos X que ocurren por ionización de la capa K, estos sean emitidos en las líneas $K_{\alpha 1,2}$; se le llama fracción de la radiación K_{α} emitida en las líneas $K_{\alpha 1,2}$ [1].

Así, tomando en cuenta que Ω es el ángulo sólido del detector, η es su eficiencia, la ecuación final del número de rayos X emitidos que llegan al detector (el cual está situado a un ángulo θ_2 respecto a la normal a la superficie de la muestra) está dada por:

$$N_{K\alpha,Ti} = \Omega c_{Ti} (N_0 / A_{Ti}) \omega_{K,Ti} P_{K\alpha} \int_0^{\rho t} \sigma_{i,K,Ti}(E_n) \exp(-\mu_{K\alpha,TiO_2} \rho l \csc \theta_2) d(\rho l) \quad (II.1.2.4)$$

Aquí $\mu_{K\alpha,TiO_2}$ es el coeficiente de atenuación para los rayos X de la línea K_{α} debido al tipo de óxido de titanio que se trate [1]. El coeficiente de atenuación de masa $\mu_{K\alpha,TiO_2}$ está dado por:

$$\mu_{K\alpha,TiO_2} = m c_{Ti} \mu_{K\alpha,Ti} + f c_{O} \mu_{K\alpha,O} \quad (II.1.2.5)$$

Las secciones eficaces de ionización son tomadas de Cohen-Harrigan [11], y los coeficientes de atenuación se toman de Hubbell-Seltzer [12].

II.2 El programa de cómputo.

II.2.1 ¿Cómo funciona?

Lo que hace el programa de cómputo es modelar teóricamente el comportamiento de un experimento en el que un haz de iones de He incide en una muestra limpia de titanio.

Primeramente se pide la energía inicial del ion, el espesor propuesto del óxido específico, el número k de capas en el que se dividirá dicho espesor y los demás parámetros y constantes de acuerdo a la geometría del sistema. Para la transmisión, calcula los coeficientes de atenuación de masa como se dijo en las secciones I.1. 7 y II.1.2. Los parámetros constantes y variables que se piden son: energía incidente del ion de He, los valores de los ángulos de incidencia y de salida respecto a la normal a la superficie de la muestra, el número de capas en el que se dividirá el espesor del óxido, el espesor propuesto del óxido en g/cm^2 , la corriente integrada en nC, el tiempo de exposición en s, la eficiencia del sistema de detección y el ángulo sólido en estereorradianes; y tiene la opción de variar un parámetro sin necesidad de cambiar los demás para hacer otro cálculo.

Después de pedir valores y parámetros de acuerdo a experimento deseado, el programa hace una interpolación lineal de los valores del poder de frenado (obtenidos con el programa TRIM95, ver secciones I.1.6 y II.1.2.2) correspondientes a la energía de incidencia y la energía con la que queda el ion después de pasar la primera capa. Con esto aplica la regla de Bragg por ser la capa de óxido (ver sección I.1.6), y de ahí se obtiene la energía con la que llega el ion a la segunda capa usando la siguiente ecuación [1, 2]:

$$E_1 = E_0 - N_0 \varepsilon (Ti_m O_i) \sec \theta_i d(\rho t) \quad (\text{II.2.1}).$$

Con esta "primer" energía (que es menor que la segunda, puesto que el ion se va "frenando") se interpola linealmente la sección eficaz de ionización (se toman los datos de Cohen *et al.* [11]) a la primera capa, obteniéndose un valor el cual se multiplica por la transmisión de rayos X en la primera capa, y ese número se muestra y se guarda. Para la segunda capa se hace lo mismo que anteriormente: Con la "primer" energía se vuelve a interpolar el poder de frenado, se aplica la regla de Bragg y se usa la ecuación II.2.1 para calcular la "segunda" energía y con ella interpolar la sección eficaz de ionización para la segunda capa, misma que se

multiplica por la transmisión de rayos X debida a la primera y segunda capa, lo que resulte se suma al primer valor guardado y el nuevo resultado se imprime y se guarda. Y así sucesivamente hasta que suman todos los valores correspondientes a las k -capas del óxido.

Cuando ya ha terminado de hacer ese cálculo (es decir, ya terminó de calcular el número de rayos X producidos por ionización del óxido), el programa pregunta si el óxido se encuentra sobre algún sustrato compuesto por elementos diferentes al oxidado; si la respuesta es una afirmación el programa termina el cálculo¹; si la respuesta es "no", el programa continua con el cálculo de producción de rayos X, pero ahora debida a la ionización del elemento puro (es decir sin oxidar). Para esto la diferencia es que el poder de frenado es debido al elemento puro (es decir, ya no es necesario efectuar la regla de Bragg) y la atenuación, es la debida a toda la capa de óxido más cada una de las capas de elemento puro, que serán del mismo espesor que cada una de las k -capas en el óxido. El programa termina el cálculo cuando la energía del ion (dentro del material) es menor o igual a 100 keV (que es el límite inferior en las tablas de Cohen [11]). El número total de rayos X producidos es la suma del número de rayos X debida al óxido, más el número de rayos X debido al sustrato de elemento puro ionizado.

En el apéndice B se muestra el programa de cómputo en Basic.

¹ Porque si está sobre un sustrato diferente al oxidado, el pico en el espectro PIXE de ese elemento diferente estará en una posición diferente que el pico del elemento en el óxido específico, y ya no influirá en la información acerca del óxido que nos interesa (es decir, el específico).

CAPÍTULO III

III.1 El dispositivo experimental

III.1.1 Antecedentes.

Los primeros experimentos en la Física Nuclear se efectuaron por medio de dos fuentes productoras de partículas energéticas: las fuentes emisoras de partículas alfa (como el radio, el polonio y el torio), y los rayos cósmicos. Cuando Ernest Rutherford comenzó sus experimentos alrededor de 1907, contaba tan sólo con siete miligramos de radio y por ello solicitó en préstamo a la Academia de Ciencias de Viena otro gramo, el cual tuvo que compartir con Sir William Ramsay, de la Universidad de Londres. La emisión de partículas alfa de estas fuentes es muy pequeña; no obstante, se pudieron descubrir varios fenómenos fundamentales, como son: el modelo nuclear del átomo, la primera transmutación artificial, la radiactividad artificial, el neutrón y la fisión nuclear. Al principio de los años treinta se comenzaron a construir dispositivos que permitieran mejorar las condiciones experimentales para la investigación en la Física Nuclear. De esta manera aparecieron el acelerador de Cockroft-Walton (1932), el acelerador lineal de Sloan y Lawrence (1931), el ciclotrón (1931), y el acelerador Van de Graaff (1935) [4].

III.1.2 El Acelerador Pelletron.

Un tipo de acelerador electrostático, que posee la ventaja de producir haces de mayor energía con el mismo potencial en la terminal es el *Pelletron*. Este acelerador es un caso especial de los *Tandem*, que funciona con un proceso de doble aceleración de los iones [4].

III.1.2.1 El Pelletron del IFUNAM.

El Acelerador e Implantador de iones Pelletron (fabricado por National Electrostatics Corporation, Middleton, WI, EUA.) del Instituto de Física de la UNAM fue instalado en marzo de 1995, como un proyecto apoyado por el Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología y el Banco Mundial. Es un equipo para investigación y enseñanza, y se buscó una gran versatilidad para garantizar su utilización por muchos años. Tiene varios usos, entre los cuales se encuentran: experimentos en implantación de iones, estudio de la radiación en materiales, análisis de materiales en capas delgadas, y estudios de dosimetría de la radiación [18].

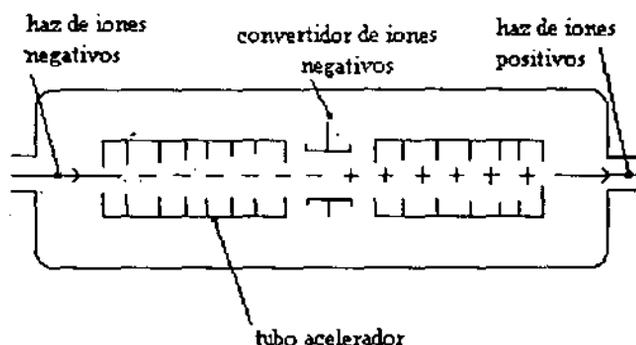


Fig. III.1.2.a. Tandem, "dos etapas" [34].

Con el Pelletron aumenta considerablemente el intervalo de energías disponibles, y especialmente la variedad de iones que se pueden producir es mayor. El generador de alto voltaje del Pelletron se puede variar de 0 a 3 MV, y como es de dos etapas de aceleración, la energía de los proyectiles se duplica, triplica o más, dependiendo de la carga de los iones seleccionados. El alto voltaje se logra con una cadena móvil de barrilitos o "pellets" (de allí el nombre Pellet-ron) aislados entre

ellos en los que se induce una carga, se transporta hasta la terminal de alto voltaje, y luego se extrae nuevamente por inducción [18].

Con el sistema de carga por inducción se tiene una estabilidad del alto voltaje superior a las máquinas de tipo Van de Graaff; aparte, como la carga es por inducción, no se toca para nada la cadena, y es casi nulo el desgaste, comparado con la banda del Van de Graaff, que se carga por frotación. En el modelo seleccionado se tienen dos cadenas para duplicar la corriente del haz. El generador completo se encuentra dentro de un tanque de acero con gas aislante SF_6 a alta presión, recubierto en su interior con plomo, para proteger al exterior de las radiaciones emitidas [18].

Como ya se mencionó, la aceleración de iones se lleva a cabo en dos etapas, como lo muestra el esquema de la figura III.1.2.a. El alto voltaje del acelerador es de signo positivo, así que en la primera etapa de aceleración, desde el potencial de tierra hasta el de la terminal, se requieren iones negativos. Estos se producen en fuentes de iones que se mencionan más adelante, y son inyectados en un extremo del acelerador. Nótese que se trata de átomos con un electrón de más; por ejemplo, si se trata de iones de helio, con número atómico 2, estos iones llevan 3 electrones. Si llamamos V al voltaje de la terminal, los iones negativos (con una carga negativa $-e$) llegan a la terminal con energía cinética eV . Una vez dentro de la terminal de alto voltaje, pasan por una pequeña región que contiene gas N_2 , que les remueve algunos electrones. En consecuencia, entran a la segunda etapa de aceleración átomos neutros e iones carentes de uno o más electrones, o sea con n cargas positivas, donde n puede ser desde 1 hasta Z , el número atómico de los iones. Estos ahora son repelidos por la terminal positiva, adquiriendo una energía cinética neV . Por lo tanto, en las dos etapas la energía cinética de los iones positivos resultantes suma $(1+n)eV$. Si por ejemplo se usan iones de carbono, con un voltaje de 3 MV en

la terminal, se pueden extraer iones positivos de 6, 9, 12, etc. MeV, según n sea 1, 2, 3 etc. [18].

El Pelletron cuenta con dos fuentes de iones (negativos). La primera, llamada SNICS (para mayor detalle consultar las referencias [18, 34]), genera iones negativos de casi todos los elementos a partir de sólidos, con excepción de los gases nobles que difícilmente forman iones negativos. La segunda fuente de iones, llamada Alphasross, es creada debido a la necesidad de tener iones de He para analizar materiales por retrodispersión nuclear y producción de rayos X. Está diseñada específicamente para producir iones negativos de He. Para este experimento se utilizó la fuente Alphasross debido a que se requiere del helio. En ella, los iones positivos provenientes de una descarga gaseosa de helio se pasan por vapor de Rb, en donde recogen electrones. Finalmente se extraen y se inyectan al generador de alto voltaje, de la fuente de iones con alto voltaje (unos -50 a -60 kV) y son seleccionados e inyectados al acelerador por medio de un campo magnético que actúa como espectrómetro de masas [18].

Una vez que cualesquiera de los iones mencionados son acelerados en el Pelletron, se cuenta con un haz que puede contener iones de varias energías (velocidades), masas y cargas distintas. Es necesario entonces seleccionar el haz deseado por medio de un campo magnético selector. Dada una geometría (radio de curvatura determinado por la situación física del sistema transportador del haz), la fuerza de Lorentz aplicada a las cargas veloces permite escoger los iones. Para seleccionar iones de masa m , carga q , y energía E , el campo magnético deberá ser:

$$B = k \frac{\sqrt{mE}}{q} \quad (\text{III.1.2.1})$$

donde el valor de la constante k dependerá del valor del radio de curvatura y de las

unidades empleadas. Así se garantiza que el haz que llegue a bombardear la muestra sea libre de impurezas y esté bien caracterizado [18].

En todo el sistema de vacío, que tiene una longitud de casi 20 m, se trabaja con una presión base de 10^{-8} Torr. Esto se logra con seis sistemas de bombeo con bombas turbomoleculares y sus respectivos medidores, bombas de apoyo, válvulas, sistemas de enfriamiento, etc. El bombeo se mantiene permanentemente en operación para reducir los tiempos de preparación del bombardeo. A lo largo de la línea del haz se cuenta con varios accesorios para controlar y observar el haz, que incluyen lentes electrostáticas y magnéticas, alineadores del haz, cajas de Faraday para conocer la corriente del haz en varios puntos de la línea, y monitores del perfil del haz, con los cuales se mide la forma y la posición del haz [18].

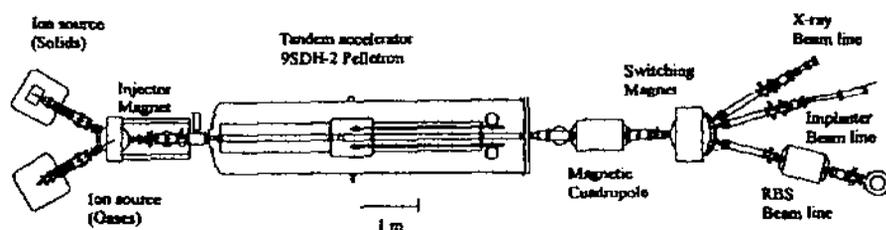


Fig. III.1.2.a1. El Pelletron del IFUNAM. Imagen tomada de la referencia [40].

III.1.3 La cámara de dispersión.

La cámara de dispersión utilizada para el experimento se muestra en el esquema de la figura III.1.3.a. Una descripción más detallada de la línea de conducción, la cámara de dispersión, los componentes de cada una de ellas y las características y especificaciones de cada uno de los componentes se puede encontrar en la referencia [40]. La dificultad radica en que el detector de rayos X se

encuentra a 90° del haz incidente respecto a la muestra, por lo que a incidencia 0° no se logra observar prácticamente nada.

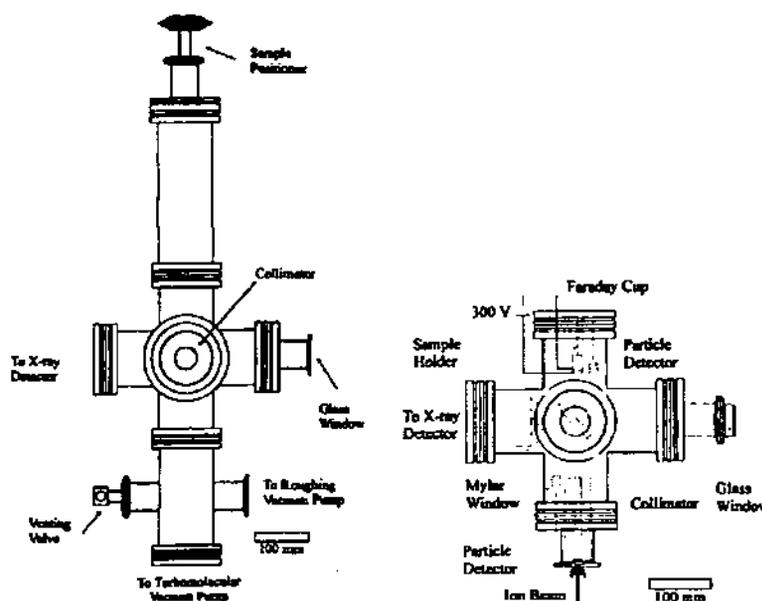


Fig. III.1.3.a'. La cámara de dispersión. Imagen tomada de la referencia [40].

La primera vez, la muestra fue montada en un portamuestras provisional (un marco de diapositiva) que a su vez se puso en un dispositivo el cual permite girar la muestra hasta 0.1° de resolución. En la siguiente ocasión se fabricó un portamuestras de acrílico que se adaptó al mismo dispositivo anterior.

Antes de colocar la muestra, se hace vacío en la cámara de dispersión y se deja pasar el haz con el fin de medir la corriente (integrarla). Esto se hace sin la muestra debido a que es blanco grueso, y si se coloca la muestra el haz no pasaría al integrador. El tubo por el que pasa el haz, colocado en el integrador sirve para capturar los electrones dispersados debido a la ionización del metal en el que pega

el haz, esto con el objeto de tener el menor número posible de errores al ser medida la corriente.

Aunque el haz es ajustado por diversos sistemas de convergencia como se mencionó anteriormente, éste requiere de un grosor específico, para eso se colocan colimadores de diferentes diámetros en el lugar mostrado en la figura III.1.3.a; para este experimento el diámetro del colimador fue de un milímetro.

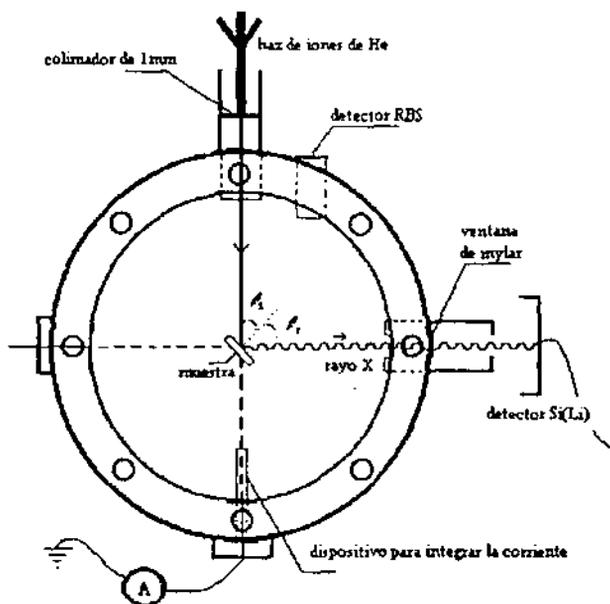


Fig. III.1.3 a. Cámara de dispersión.

En la cámara de dispersión se encontraban dispuestos 2 detectores: el de RBS y el de Rayos X, mismos que se usaron en el experimento. Como el detector de rayos X se sobrepone en una de las bocas de la cámara de dispersión sin sellar después dicha unión, la boca citada tiene una ventana de Mylar de $12 \mu\text{m}$ de espesor; el espesor de la ventana (muy delgado) es para tener poca atenuación de

los rayos X al incidir en el detector y la ventana en sí es para evitar que entre cualquier gas por ahí e impida que se obtenga un buen vacío.

III.1.4 El sistema de detección.

III.1.4.1 Introducción.

Uno de los aspectos fundamentales en física experimental es el estudio, desde un punto de vista básico, de los procesos involucrados en la detección de la radiación. La investigación con núcleos complejos, involucra la detección de partículas cargadas de las que es necesario determinar, no sólo su energía, sino su naturaleza (carga y masa) así como su distribución espacial. Esto se logra utilizando detectores de estado sólido, centelladores, detectores gaseosos o combinaciones de ellos. En particular, la no-linealidad de la respuesta luminosa en centelladores ha representado un reto para su aplicación en esta área [33].

III.1.4.2 Breve teoría de estado sólido.

Un material semiconductor tiene una resistividad muy alta, comparada con un conductor, lo que impide una buena conducción de carga a través de dicho material, sin embargo a un material semiconductor se le puede utilizar como un detector de radiación electromagnética ya que la ionización efectiva que produce dicha radiación en el material lo convierte momentáneamente en conductor [8].

Debido a la configuración cristalina de la mayoría de los semiconductores, a la ionización se le describe como la creación de una pareja "hoyo - electrón" en virtud de la transición del electrón a la banda de conducción (ó nivel de energía que comparten todos los átomos del cristal); y la subsecuente creación de carga. Por lo tanto, si durante el proceso de detección se le aplicara un potencial eléctrico (BIAS)

al cristal, se obtendría una pequeña corriente eléctrica, por el carácter semiconductor del cristal [8].

La radiación ionizante es capaz de crear un número determinado de portadores de carga "libres" que idealmente es proporcional a la energía depositada por la partícula que incide al detector. Los electrones en la banda de conducción son arrastrados por el potencial eléctrico formando así un pulso de carga cuya amplitud es proporcional a la carga producida por la ionización de la partícula absorbida, siendo así posible distinguir grupos de partículas con diferentes energías. La alta precisión estadística implicada en la conversión de energía depositada a carga colectada, permite que los detectores semiconductores posean una alta resolución en energía [8].

Como la energía " E_g " requerida para la creación de un "hoyo - electrón" es pequeña, resulta un número grande de parejas "hoyo - electrón" cuando se deposita una determinada cantidad de energía en el cristal, esto proporciona una mejor definición del pulso de carga generado. Por otro lado la energía de conducción del cristal debe ser lo suficientemente grande como para evitar la creación de parejas "hoyo - electrón" por simple excitación térmica (conductividad intrínseca) del mismo cristal [8].

Un requisito importante es la pureza del cristal, ya que los átomos de las impurezas al combinarse con los átomos del cristal proporcionan portadores de carga "libres" aumentando de esta manera la conductividad del cristal, originando esto una corriente de "fuga" relativamente alta. También las impurezas son capaces de atrapar cargas ocasionando con esto una pérdida en la señal y además generando centros de polarización los cuales producen un efecto de creación de un pulso doble, lo que necesariamente lleva consigo información errónea ó también un

empcoramiento de la resolución del detector, ya que como se crea una distribución asimétrica de carga, aparece una "cola" del lado de baja energía en el "pico" correspondiente del espectro de rayos X (ver referencia [4]). También se requiere que el tiempo de la recolección de carga en el detector sea lo suficientemente corto para evitar el fenómeno de la recombinación de los electrones "libres" producidos por la ionización con los átomos del cristal (ver referencia [35]), y finalmente también se requiere que la propiedad de absorción del cristal sea alta, o sea que la detección sea muy eficiente. Esto último se lograría (aunque limitadamente) utilizando una "Z" (número atómico) mayor en el cristal [8].

En la práctica solamente dos materiales semiconductores que son el silicio y el germanio satisfacen de manera global todos los requerimientos mencionados en el párrafo anterior. Se sabe que cantidades relativamente pequeñas de ciertas impurezas en dichos cristales aumentan la conductividad al grado de que las propiedades de detección deseadas no se presentan.

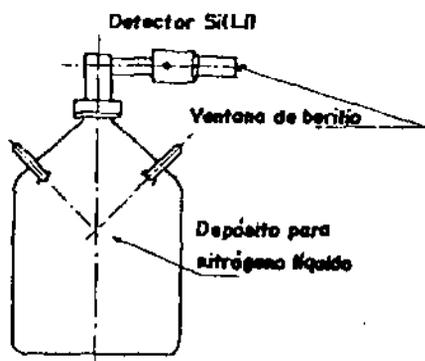


Fig. III.1.4.a. El detector Si(Li) [6].

El silicio de alta pureza es generalmente de tipo p, lo que significa que las impurezas que contiene originan un exceso de portadores de carga positiva, lo que

denominamos "hoyos" en el cristal. Para compensar los efectos de las impurezas primarias, existen técnicas para difundir litio en el silicio hasta lograr que el cristal semiconductor conduzca solamente por excitación térmica, creando así lo que se le llama semiconductor intrínseco Si(Li) [8].

Como a temperatura ambiente los portadores de carga generados térmicamente impiden el funcionamiento deseado para el Si(Li), es necesario enfriarlo hasta la temperatura del nitrógeno líquido que es alrededor de 77 K. Dicha temperatura permite entonces realizar espectroscopia de alta resolución para energías bajas como las de los rayos X. Además el enfriamiento restringe la movilidad del litio, la cual es considerable a temperatura ambiente. A fin de preservar la pureza del detector, normalmente es encapsulado éste al vacío con una ventana de berilio muy delgada, para evitar al máximo la absorción en dicha ventana [8].

III.1.4.3 La eficiencia de un detector.

La radiación sin carga como los rayos X, γ o los neutrones deberán sufrir interacciones significativas en el detector antes de que su detección sea posible, ya que estas radiaciones pueden viajar grandes distancias entre interacciones sucesivas. Los detectores de este tipo de radiación, comúnmente tienen eficiencias menores al 100%, lo que hace necesario tener una curva precisa para la eficiencia del detector, a fin de relacionar el número de pulsos respecto al número de neutrones o fotones incidentes en el detector.

Las eficiencias absolutas se definen como:

$$\epsilon_{abs} = \frac{\text{No. de cuantos de radiación detectados}}{\text{No. de cuantos de radiación emitidos por la fuente}} \quad (\text{III.1.4.3.1})$$

dependiendo no sólo de las propiedades del detector, sino de los detalles de la geometría del sistema (en primer lugar, la distancia desde la fuente al detector). La eficiencia intrínseca se define como:

$$\epsilon_{intr} = \frac{\text{No. de cuantos detectados}}{\text{No. de cuantos incidentes en el detector}} \quad (\text{III.1.4.3.2})$$

y aquí no se incluye el ángulo sólido subtendido por el detector como un factor implícito. Las dos eficiencias se relacionan para fuentes isotrópicas por:

$$\epsilon_{abs} = \frac{4\pi\epsilon_{intr}}{\Omega} \quad (\text{III.1.4.3.3})$$

donde Ω es el ángulo sólido visto desde la posición de la fuente.

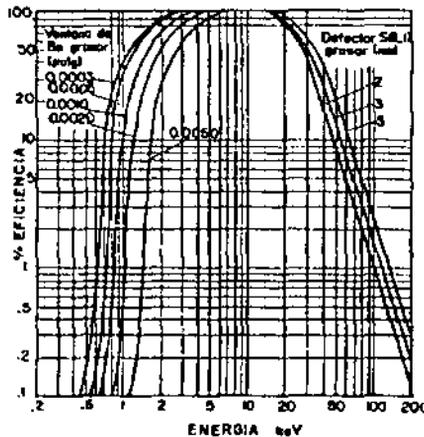


Fig. III.1.4.b Forma típica de la curva de eficiencia para un detector de Si(Li), utilizada en el análisis PIXE como función de la energía [6].

Es mucho más conveniente disponer de tablas para valores intrínsecos que buscar eficiencias absolutas, debido a que la dependencia geométrica en eficiencias intrínsecas es más rigurosa. La eficiencia intrínseca de un detector usualmente depende en primera instancia del material del detector y de la energía de la radiación incidente. En cambio para la eficiencia absoluta, la distancia entre la fuente y el detector no siempre tiene una dependencia despreciable [4, 6].

Cada sistema de detección, tiene su propia eficiencia, pues se deben considerar la posición del detector en la cámara de dispersión y el tiempo de vida que lleva funcionando. Para éste trabajo se utilizó un detector de germanio de baja energía (Low Energy Germanium Detector) marca CANBERRA modelo GL0055P, con un cristal de germanio en forma cilíndrica y cuyas dimensiones son: 8.0 mm de diámetro activo, 50 mm² de área activa y con un espesor de 5 mm. La ventana de berilio tiene un espesor de 0.05 mm, la distancia desde la ventana de Be al cristal es de 5 mm y su potencial de polarización inversa en el cristal en condiciones normales es de -500 V.

Para fines experimentales, al tomar todas estas características antes mencionadas, se construye una curva de la eficiencia que comúnmente se utiliza para trabajar en análisis PIXE. La figura III.1.4.b, muestra una curva típica de la eficiencia de un detector de Si(Li) ó Ge(Li) como función de la energía. Como se observa, la eficiencia disminuye al aumentar el espesor de la ventana de berilio, lo mismo ocurre si se incluye una ventana de Mylar.

Para la detección de los iones retrodispersados se usó un detector de barrera superficial marca CANBERRA, serie 33595, área activa 50mm², voltaje bias de operación de +40 V, corriente 6 nA, ruido electrónico 6.2 keV (FWHM), resolución 12 keV, y espesor de la película de silicio 300 µm.

III.2 Los experimentos.

III.2.1 El modelo teórico.

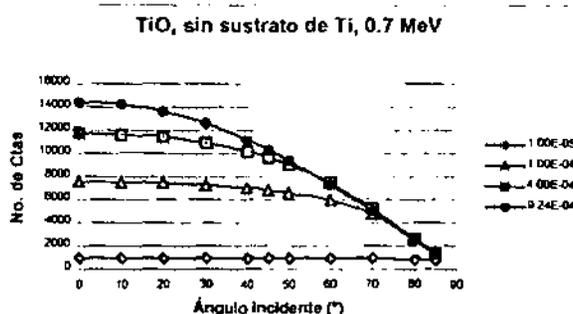
Usando el programa desarrollado en esta tesis, se realiza un cálculo teórico para dos experimentos, uno con energía de 0.7 MeV y el otro con energía de 1.5 MeV, suponiendo experimentos en el Van de Graaff de 0.7 MeV y el Pelletron, ambos del Instituto de Física de la UNAM. Los parámetros tomados arbitrariamente para dichos cálculos son los siguientes:

| Parámetros | Van de Graaff 0.7 (MeV) | Pelletron |
|--|---|--|
| Energía (MeV) | 0.7 | 1.5 |
| Detector (áng. sól.) | 3.49×10^{-3} | 1.52×10^{-2} |
| Corriente (nA) | 6 | ~0.4 |
| Tiempo de exposición (s) | 1×10^3 | ~250 |
| Angulo al detector | 45° | 45° |
| Espesores de las películas (g/cm ²) | 1×10^{-3} , 1×10^{-4} , 4×10^{-4} , 9.24×10^{-4} | 1×10^{-3} , 1×10^{-4} , 5×10^{-4} , 9×10^{-4} |

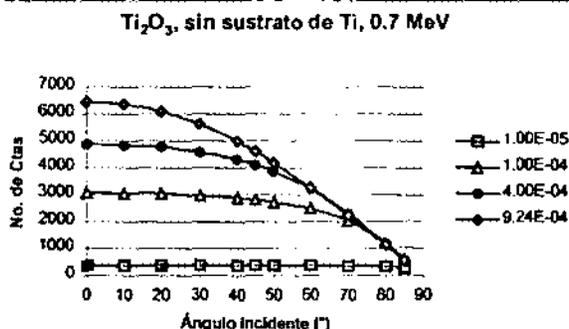
Los cálculos se hicieron tomando en cuenta experimentos anteriores con protones [2]; se realizaron para 3 diferentes tipos de óxido de titanio (TiO, TiO₂ y Ti₂O₃) y 4 espesores diferentes para cada uno de ellos. Los espesores arbitrarios que se manejaron de acuerdo a la energía incidente, se muestran en la lista de parámetros. Dichos espesores están en g/cm² (ver sección 1.1.4) debido a que las densidades de los óxidos son diferentes; dividiendo el espesor en g/cm² entre la densidad respectiva se obtiene el espesor en cm.

III.2.1.1 Análisis previo.

Primeramente se toman las gráficas que suponen al óxido en un sustrato diferente de titanio, por lo que sólo nos interesan los rayos X debido al óxido de titanio: Las 6 gráficas se muestran a continuación. Las 3 primeras corresponden a energía incidente de 0.7 MeV y posteriormente, las correspondientes a la normalización respecto a la incidencia normal ($\theta_i=0$) de las tres primeras. La leyenda señala los espesores propuestos, en g/cm^2 .

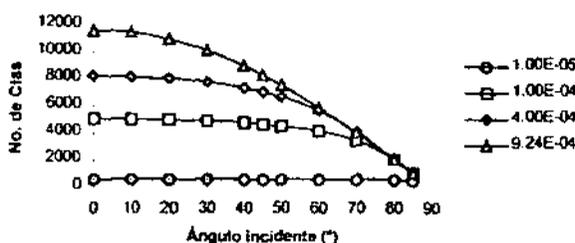


(a) Gráfica 1 Muestra el cálculo para el TiO en un sustrato diferente al Ti. La leyenda señala los espesores propuestos, en g/cm^2 .



(b) Gráfica 2 Muestra el cálculo para el Ti₂O₃ en un sustrato diferente al Ti. La leyenda señala los espesores propuestos, en g/cm^2 .

TiO₂ sin sustrato de Ti, 0.7 MeV

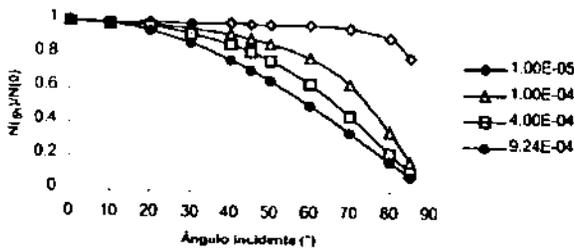


(c) Gráfica 3 Muestra el cálculo para el TiO₂ en un sustrato diferente al Ti. La leyenda señala los espesores propuestos, en g/cm².

Fig III.2.1.a, b y c gráficas 1, 2 y 3 respectivamente.

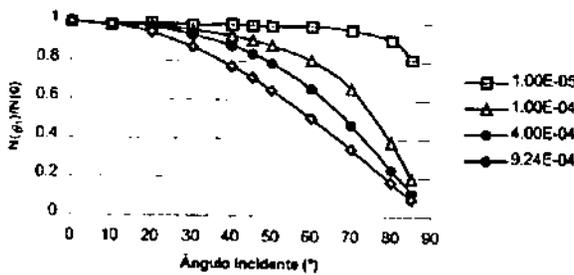
En estas gráficas se puede observar una separación considerable entre las líneas de los diferentes espesores, siendo el espesor más delgado el que menos cuentas tiene (sólo se muestran las gráficas correspondientes a la energía incidente de 0.7 MeV, ya que no tiene caso mostrar la de 1.5 MeV, porque tienen el mismo comportamiento). Se observa que a ángulos pequeños hay más números de cuentas que a ángulos grandes (rasantes), esto se debe a que a incidencia normal la producción de rayos X por la sección eficaz de ionización y el poder de frenado es mayor que la atenuación, y a ángulos rasantes la atenuación predomina sobre la producción de rayos X. Esto se comprobó imprimiendo cada paso en el cálculo de la gráfica 3.

TiO sólo, razón de intensidades, 0.7 MeV



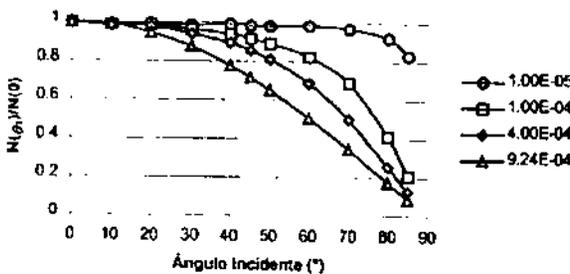
(d) Gráfica 4 Razón de intensidades, cálculo del TiO , sustrato diferente al Ti . Leyenda: espesores en g/cm².

Ti_2O_3 sólo, razón de Intensidades, 0.7 MeV



(e) Gráfica 5 Muestra la razón de intensidades para el cálculo del Ti_2O_3 en un sustrato diferente al Ti . La leyenda señala los espesores propuestos, en g/cm².

TiO_2 sólo, razón de intensidades, 0.7 MeV



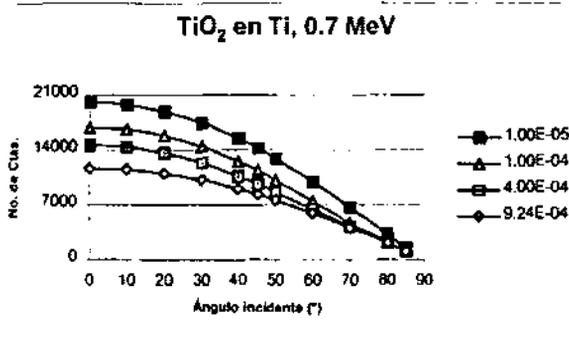
(f) Gráfica 6 Muestra la razón de intensidades para el cálculo del TiO_2 en un sustrato diferente al Ti . La leyenda señala los espesores propuestos, en g/cm².

Fig. III.2.1.d, e y f, razones de intensidades, gráficas 4, 5 y 6 respectivamente.

Los datos de las gráficas 1, 2 y 3 se normalizan respecto al cero en el ángulo incidente, con el fin de comparar más objetivamente la sensibilidad del método:

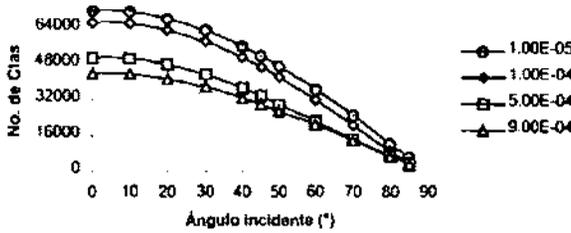
Se puede observar que, en cuanto a la composición del óxido, no es muy posible determinar la diferencia entre uno y otro. Por ejemplo, el punto del espesor de 4×10^{-4} g/cm² a los 60° esta entre 0.6 y 0.8 en las tres gráficas. Lo mismo ocurre a 80° en el espesor 9.24×10^{-4} g/cm², que se encuentra muy cerca y por debajo del 0.2; los puntos a los ángulos más pequeños están todavía más juntos y más indeterminados. En lo que sí es más sensible el método (cuando menos en óxidos de titanio sobre sustratos diferentes al titanio) es en la determinación del espesor; y al parecer es más sensible cuando el haz entra más rasante a la muestra, es decir en ángulos entre 50° y 80° con respecto a la normal, puesto que es donde están más separados los puntos de los diferentes espesores a un mismo ángulo.

Analizando ahora un modelo en el que el óxido de titanio se encuentre en titanio (que es precisamente lo más común, puesto que en la mayoría de los casos se necesita la muestra completa, es decir, el titanio con su inevitable capa superficial de óxido), se tiene lo siguiente:



(g) Gráfica 7 Cálculo para el TiO₂ en sustrato de Ti. La leyenda señala los espesores propuestos, en g/cm².

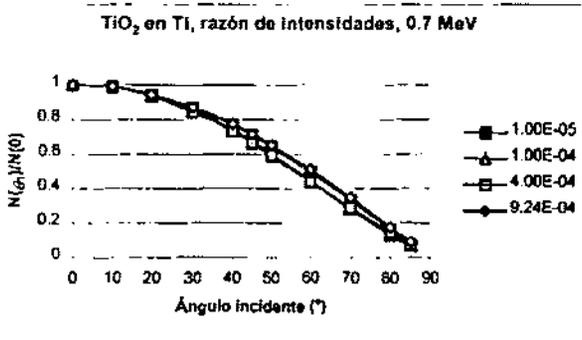
TiO₂ en Ti, 1.5 MeV



(h) Gráfica 8 Cálculo para el TiO₂ en sustrato de Ti. La leyenda señala los espesores propuestos, en g/cm².

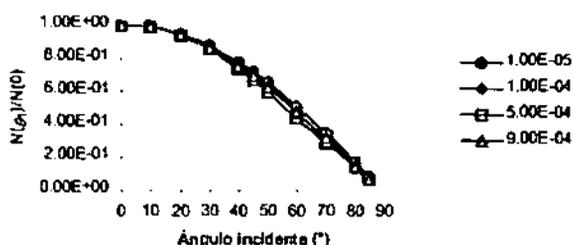
Fig. III.2.g y h. El óxido sobre sustrato de titanio. Gráficas 7 y 8 respectivamente.

En estas dos gráficas (7 y 8) se puede observar que el espesor más delgado es el que tiene mayor número de cuentas. Esto se debe a que cuando el ion terminó de pasar por la capa de óxido quedó con una energía muy grande todavía (~0.54 MeV para el caso del espesor de 1×10^{-4} g/cm², a incidencia normal), siguió penetrando, y la trayectoria más grande la hizo en el titanio puro, entonces casi no se aprecia la existencia del óxido debido a que hay mayor ionización de titanio puro.



(i) Gráfica 9 Muestra la razón de intensidades para el cálculo del TiO₂ en sustrato de Ti a 0.7 MeV. La leyenda señala los espesores propuestos, en g/cm².

TiO₂ en Ti, razón de intensidades, 1.5 MeV



(j) Gráfica 10 Muestra la razón de intensidades para el cálculo del TiO₂ en sustrato de Ti a 1.5 MeV. La leyenda señala los espesores propuestos, en g/cm².

Fig. III.2.i y j. Razón de intensidades, para muestras "completas". Gráficas 9 y 10.

Se observa que la separación de las líneas de los diferentes espesores es prácticamente nula, por lo que no se podría determinar con precisión, o simplemente no se podría determinar algún espesor con este método. Entonces se concluye que, en muestras ordinarias de titanio, al menos con la geometría utilizada para estos cálculos, el método PIXE no es sensible para determinar espesores de óxido de titanio.

III.2.2 Los experimentos.

Aún con las conclusiones a las que se llegó, se desarrolló el experimento el miércoles 15 de noviembre del 2000, en el acelerador Pelletron del Instituto de Física de la UNAM.

Primero se midió la corriente debida al haz como se mencionó en la sección III.1.3; mientras esto ocurría se trataba de montar una muestra limpia y pulida de titanio en un portamuestras provisional, mismo que se colocó en un dispositivo que permitía girar la muestra con incrementos de hasta 0.1° de resolución; dicho dispositivo se tomó prestado del acelerador Van de Graaff de 0.7 MeV, también del

Instituto de Física de la UNAM. Una vez montada la muestra, conectada al amperímetro a través de una cinta adhesiva metálica y colocada dentro de la cámara de dispersión, se volvió a hacer vacío, y se empezó a bombardear.

De acuerdo a la figura III.1.3.a, el primer ángulo al que se puso a bombardear la muestra fue de 45° , pero ocurrió que en los espectros no se veía nada, es decir, aunque se estaba bombardeando, no se veían los espectros (el de RBS y PIXE, por supuesto); así que se procedió a cambiar el ángulo a 35° , posición en la que sí se vieron los espectros. Se siguió cambiando el ángulo de incidencia en intervalos de 5° hasta llegar a 5° (es decir, 35° , 30° , 25° , etc.) y el último fue de 2° . Posiblemente se hubiera podido ver en incidencia normal, $\theta_i=0^\circ$, pero este detalle se comenta más adelante. Después de los 2° se sacó la muestra de la cámara de dispersión con el objeto de ajustar su posición y poder ver los espectros a ángulos mayores de 35° , cosa que se logró. Como el portamuestras era de plástico, al sacar la muestra se observó que el haz también pegaba en el portamuestras, ya que éste tenía una marca, es decir, una parte "quemada" por el haz.

Una vez que se colocó la muestra de nuevo en la cámara de dispersión se lograron ver espectros de ángulos de incidencia de 40° , 45° y 50° , aunque en estos últimos se tardó más tiempo en integrar la corriente que en los primeros ángulos. Cuando se terminó de radiar se guardaron los espectros en un disco para analizarlos después. Debido a las limitaciones de los dispositivos y sistemas, una de ellas el portamuestras provisional, la muestra no se pudo bombardear en posiciones de ángulos de incidencia más allá de los 50° , que según los cálculos teóricos es donde mayor sensibilidad tiene el método. Otra de las limitaciones fue la de no poder bajar la energía incidente de los iones más allá de 1.5 MeV sin tener consecuencias de inestabilidad. Y quizá, entre otras, la limitación más importante: el tiempo...

El 15 de febrero del 2001 se tuvo la oportunidad de entrar nuevamente al acelerador Pelletron del IFUNAM, sólo que esta vez se realizó el experimento con una muestra de plata sobre un sustrato de óxido de silicio, para comprobar la teoría que dice que el método excitado con He sí es sensible para determinar espesores.

Se prepararon dos muestras en el laboratorio del acelerador Van de Graaff de 0.7 MeV del IFUNAM, en una cámara de evaporación de plata Ernest F. FULLAM, incorporated Latham N. Y. No. 3,260,113, USES DV-23 Gauge tube. A una muestra se le expuso durante 20 segundos al vapor de plata, y la otra se dejó durante 45 segundos expuesta. En el experimento se usó solamente la que estuvo expuesta durante 20 segundos (debido a la "limitación más importante" mencionada dos párrafos antes), dejando la otra para calibración en otra oportunidad. Igualmente se construyó un portamuestras de acrílico en ese mismo laboratorio.

Se realizó el mismo procedimiento del principio que el del día 15 de noviembre del 2000. Esta vez se empezó a irradiar a un ángulo de 75° (que fue el ángulo más rasante al que se pudieron observar cuentas) de acuerdo a la figura III.1.3.a, y se fueron cambiando los ángulos de incidencia de la siguiente forma: 75° , 70° , 65° , 60° , 50° , 40° , 30° , 20° , 10° , 2° , 1° , 0° , -1° , -2° y -4° . Los ángulos negativos no se usaron, debido a que el ángulo sólido del detector fue cambiando, pero no es posible determinar qué tanto, por lo que los cálculos teóricos saldrían erróneos, ya que en el ángulo donde se registró el mayor número de cuentas (que es con el que se normaliza) se tendría un ángulo sólido conocido, y en esos ángulos negativos tendrían otro ángulo sólido desconocido.

CAPÍTULO IV

IV.1 Análisis de resultados.

IV.1.1 Los espectros PIXE.

Después de realizar el experimento, se procede a analizar los espectros; se obtiene un espectro por cada ángulo incidente al que se bombardeó la muestra. Todos los espectros tienen el mismo comportamiento, lo único que cambia es el número de cuentas en cada canal. Sólo se mostrará el espectro correspondiente a la incidencia de 20° , ya que es el ángulo al que se normalizaron los demás.

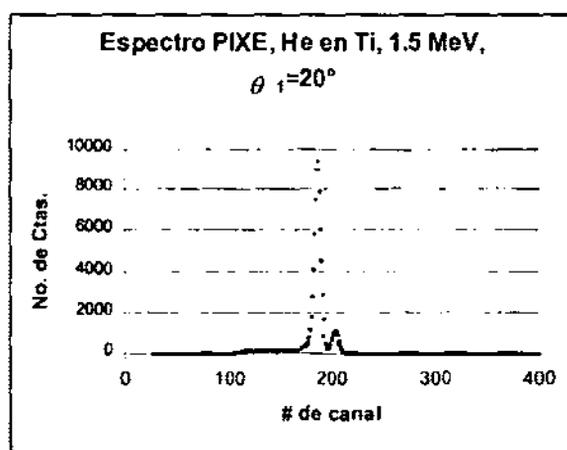


Fig. IV.1.1.a. El espectro PIXE original.

En el espectro se observan dos picos, uno en el canal 186 que es el pico más alto, el otro está en el canal 204 que es el segundo pico más alto. Estos picos corresponden a la K_α y K_β del titanio.

El espectro se puede estudiar de mejor manera si se grafica en escala logarítmica (fig. IV.1.1.b), aclarando que no es la forma original del espectro. Como se mencionó en la sección I.1.2, todo lo que está debajo de los dos picos de titanio es la radiación de fondo. Las pocas cuentas (entre 10 y 20) que se encuentran en los primeros canales y en los últimos es la radiación de frenado o *bremsstrahlung* (ver ref. [17]) de electrones secundarios, recordando que no sólo está en las regiones mencionadas, sino a lo largo de toda la gama de energías (en todos los canales en los que haya cuentas).

La “cola” de baja energía que se antepone al pico de energía completa se debe, entre otras cosas, a la dispersión de Compton [4], a la dispersión de rayos X en el camino de la fuente al detector, al efecto Auger radiativo producido en el blanco (ver sección II.1.1 y referencia [13]), y a una mala colección de carga en el detector [35]. Rodríguez *et al.* [35], proponen un modelo para explicar los efectos debidos a la mala colección de carga.

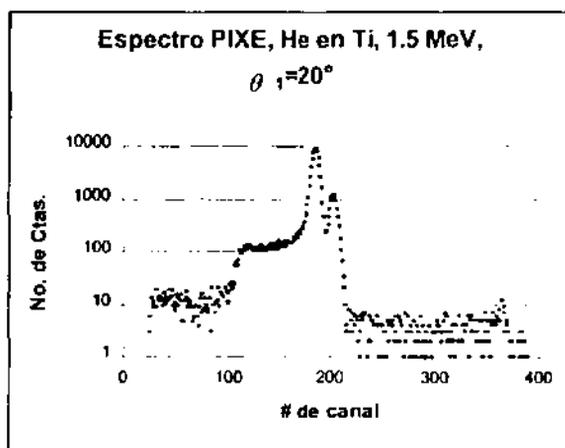


Fig. IV.1.1.b Espectro PIXE en escala logarítmica.

Por último, en los canales alrededor del 372 existe otro pequeño pico, éste es el apilamiento de pulsos (*pile up*), que consiste en la suma de la energía de dos

pulsos si el tiempo entre ellos es demasiado corto [4], así que el detector lo toma como un sólo evento (ver *tiempo muerto* en las referencias [4, 6, 13]). En el espectro aparece el apilamiento de pulsos en los canales correspondientes al de los picos de energía completa tomando como el origen el canal donde se encuentra el máximo del pico de Ti , es decir, si el pico de $Ti-K_{\alpha}$ está en el canal 186, los pulsos apilados son colocados alrededor del canal $186+186=372$. Se observa que todos los espectros tienen el mismo comportamiento.

VI.1.2 Predicción teórica y resultados experimentales.

Una vez que todos los espectros se analizaron, se obtuvo el área bajo la curva de cada pico, con el método trapezoidal [39], y las áreas obtenidas se graficaron (fig. IV.1.2.a).

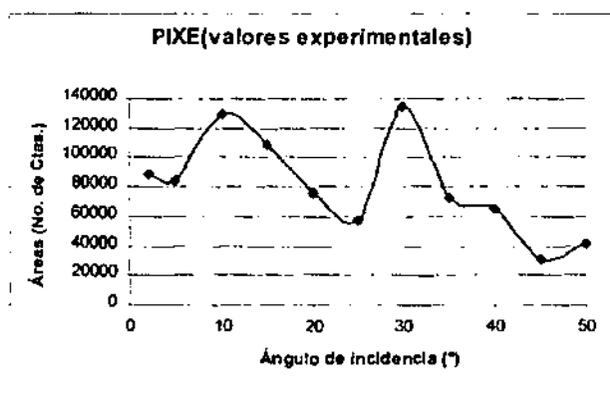


Fig. IV.1.2.a. Gráfica 1. Áreas bajo las curvas en PIXE

Pero la forma de la gráfica no es lo que se esperaba. Como se mencionó en la sección III.1.3 se usaron los dos detectores, el de PIXE y el de RBS. En RBS lo que se mide es el número de iones retrodispersados que es proporcional al número de iones incidente; como el experimento fue el mismo, entonces tienen las mismas condiciones y los mismos parámetros de tiempo de exposición, corriente, vacío,

tipo y energía de los iones incidentes, etc. así que se hizo una corrección dividiendo las áreas de los picos de PIXE entre el área de un intervalo definido de los espectros de RBS (del canal 100 al 300), la gráfica resultante es la que se muestra en la figura IV.1.2.b (ver apéndice A). Las barras de incertidumbres se tomaron como la raíz cuadrada del número de cuentas en ambos casos, y se procedió con el método de propagación de incertidumbres de la referencia [37]. La normalización respecto al ángulo de 20° se muestra en la figura IV.1.2.c.

Se pudo haber dividido entre el número de cuentas de un canal específico (siempre el mismo en todos los espectros de RBS), pero se hizo con el área para evitar más errores estadísticos. Cabe mencionar que las áreas fueron calculadas con el método del trapecio [39] y que al graficarlas, la curva obtenida tuvo el mismo comportamiento que en las gráficas 2 y 3 de las figuras IV.1.2.b y IV.1.2.c respectivamente.

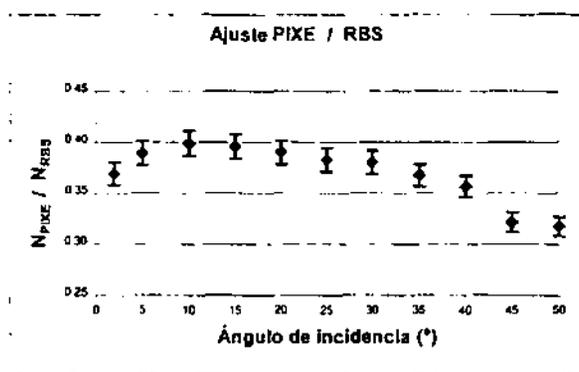


Fig. IV.1.2.b. Gráfica 2. Ajuste con los resultados de RBS

Con el programa se hizo un cálculo simulando el experimento y suponiendo el óxido como TiO_2 , a fin de cuentas se concluyó que no era sensible a la composición (tampoco al espesor en caso de estar sobre titanio puro), y se

graficaron los resultados teóricos aplicando el mismo tratamiento que en la sección III.2.1.

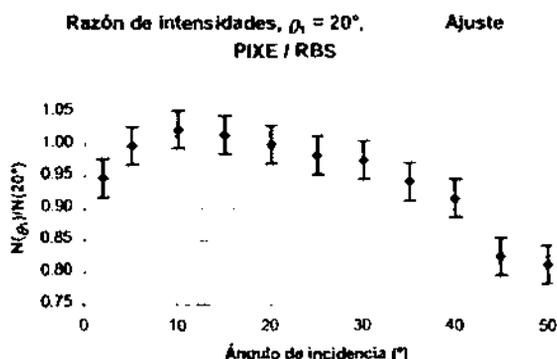
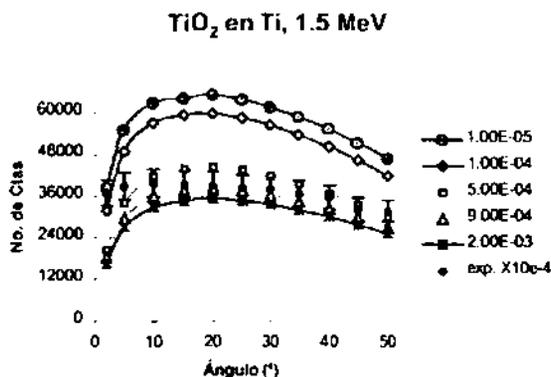


Fig. IV.1.2.c. Gráfica 3. Razón de intensidades.

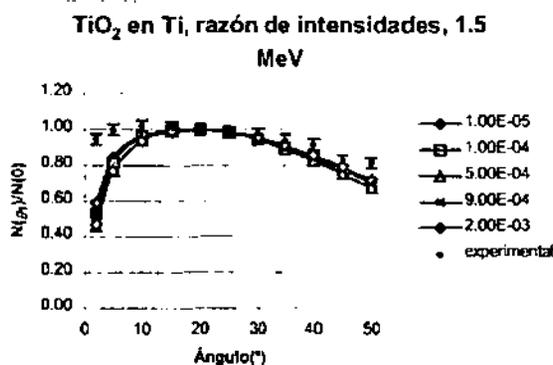
De acuerdo al programa, con las condiciones del experimento el ion de He con esa energía incidente (1.5 MeV), pasa del óxido al sustrato, por lo que el experimento real es “óxido de titanio sobre sustrato de titanio”.

En la figura IV.1.2.d, las gráficas comparan los valores teóricos (colores claros), con los datos experimentales (negro). Las incertidumbres en la gráfica 3 de la figura IV.1.2.c y en la gráfica 4 de la figura IV.1.2.d se calcularon de acuerdo a la referencia [37]; Las primeras incertidumbres se tomaron como la raíz cuadrada de los valores máximos en PIXE y la raíz cuadrada de las áreas en RBS, de ahí se procedió a hacer los cálculos de acuerdo con la referencia [37], como se mencionó anteriormente.

En la gráfica 4 de la figura IV.1.2.d, se normalizan los valores experimentales a un orden de tal manera que alcancen a los teóricos (ajuste original $\times 10^4$), esto no importa porque los valores de los parámetros teóricos no son exactamente iguales a los valores de los parámetros experimentales.



Gráfica 4. Cálculo teórico de He en TiO_2 a 1.5 MeV. La leyenda señala los espesores propuestos, en g/cm^2 .



Gráfica 5. Razón de intensidades de la gráfica 5. La leyenda señala los espesores propuestos, en g/cm^2 .
Fig. IV.1.2.d. Comparación teoría-experimento.

Como se puede observar en la gráfica 5 de la figura IV.1.2.d, no se puede determinar el espesor del óxido en la muestra con el análisis teórico, en primera porque los puntos teóricos están muy juntos, y en segunda porque los puntos experimentales no se intercalan entre los puntos teóricos, y las barras de incertidumbre ni siquiera llegan a los valores teóricos. Conclusión: el método no es sensible a espesores en las condiciones anteriores.

Para el análisis de la muestra de plata sobre óxido de silicio, se consideró una película de plata pura para el cálculo teórico, y se tomó la sección eficaz total de producción de rayos X L, es decir, la suma de la $L_1 + L_2 + L_3$, de la referencia [11]. El espectro PIXE para el ángulo de 25° es el siguiente:

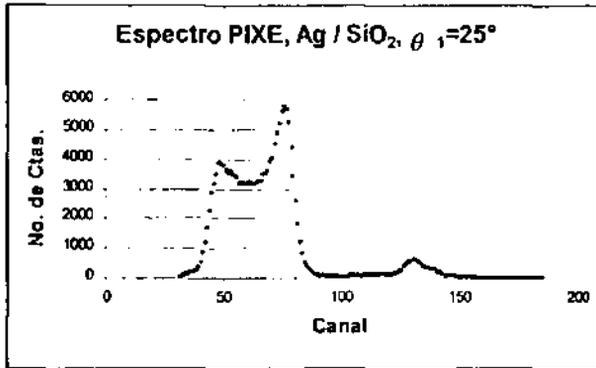


Fig. IV.1.2.e Gráfica 6. Espectro PIXE para un ángulo incidente de 25°

En este caso el pico más alto corresponde al silicio, y a la derecha de este, esta el pico L de plata. Esta vez sólo se muestra la gráfica normalizada al ángulo de 40° :

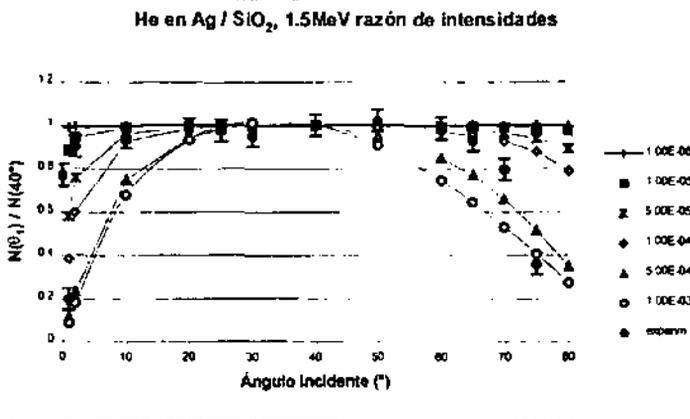


Fig. IV.1.2.f. Gráfica 7. Razón de intensidades Ag en sustrato de SiO_2 . La leyenda señala los espesores propuestos, en g/cm^2 .

Nuevamente la incertidumbres se toman como la raíz cuadrada del número de cuentas y las propagadas se obtienen de acuerdo al procedimiento de la referencia [37]. En el cálculo teórico no aparecen los puntos correspondientes a la incidencia normal ($\theta_i=0$), debido a que la salida es 90° y $\sec 90$ diverge. Se hicieron algunas pruebas tomando 0.03° como casi 0° , pero la salida tenía que ser 89.97° , y al hacer el cálculo llegaba un momento en que la transmisión se hacía cero. Así, los espesores muy pequeños (1×10^{-6} g/cm²) tenían muchas cuentas, y los espesores gruesos (1×10^{-3} g/cm²) no producían ninguna. Por ese motivo no se muestran los puntos correspondientes a incidencia normal.

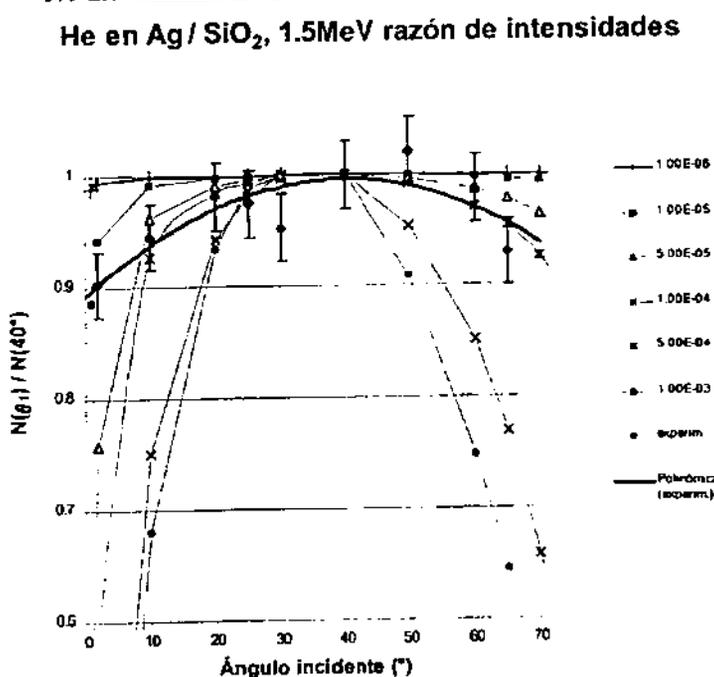


Fig. IV.1.2.g Gráfica 8. Razón de intensidades Ag en sustrato de SiO₂. La leyenda indica los espesores teóricos en g/cm²

Eliminando el primer punto y los dos últimos puntos experimentales (la explicación está en la discusión), y agregando una línea de tendencia a los datos experimentales, se puede observar que ésta queda muy cerca del espesor de 1×10^{-4} g/cm², es decir, en 95 nm. Se recorre la escala en las ordenadas para observar mejor la separación de los puntos y la localización de la línea de tendencia entre los puntos correspondientes.

IV.1.3 Discusión.

Para probar el programa de cómputo se imprimieron los cálculos realizados, y se observó que efectivamente el ion se iba frenando, y con ello, al disminuir la energía, iba cambiando el poder de frenado, la sección eficaz y conforme penetraba el ion disminuía (ó aumentaba, según la geometría del sistema) la transmisión (es decir, aumentaba ó disminuía la atenuación).

En la parte teórica se comprobó de igual forma (imprimiendo los resultados de los cálculos) que en los primeros ángulos las cuentas eran menores debido a la transmisión de rayos X, cuando el haz entra casi perpendicular a la superficie de la muestra, los rayos X salen de la muestra después de haber recorrido un buen tramo de material, por lo que la atenuación es significativa. La figura IV.1.3.1.a muestra el fenómeno ocurrido con la geometría usada.

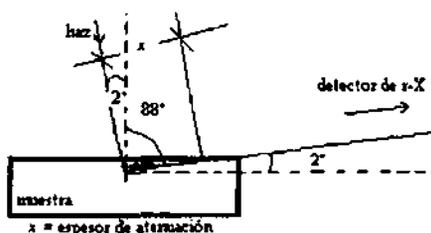


Fig. IV.1.3.a. Atenuación de rayos X con incidencia 2° .

En cuanto al primer experimento, como ya se mencionó en la sección III.1.3, la muestra se colocó en un portamuestra provisional, y también se hace el comentario de que posiblemente se hubiera podido ver el espectro PIXE en incidencia normal, $\theta_1=0^\circ$, sólo que no se verificó debido a que la salida de rayos X estaría a $\theta_2=90^\circ$ y la sec 90 diverge. Lo que se piensa es que la muestra no estaba en posición tal que a $\theta_1=0 \Rightarrow \theta_2=90$, sino que la muestra estaba ligeramente

desplazada hacia "atrás", como se muestra en la figura IV.1.3.b, en tal caso, si se colocaba a un ángulo mayor (por ejemplo 50°) el haz ya no pegaba en la muestra, y es cuando le pegaba al portamuestras de tal manera que lo quemó.

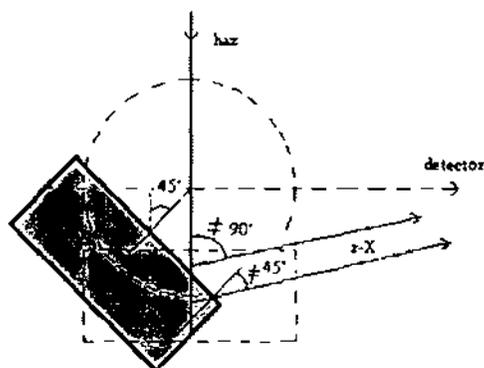


Fig. IV.1.3.b. Posible incertidumbre en la posición.

Aunque se hicieron cálculos tomando un desplazamiento de 3 mm, los resultados de esos cálculos no difieren mucho de los resultados teóricos de cálculos sin desplazamiento, es decir con los resultados teóricos con desplazamiento no "sube" tanto la primera parte de la curva (de 2° a 20°) como en la curva experimental, que es donde quizás pudo haber influido ese desplazamiento.

Otra cosa que pudiera ser importante es que si la muestra no es homogénea, influye mucho la posición (el ángulo incidente), ya que el haz a ángulos pequeños formará una marca de un círculo, y a ángulos grandes la marca será de una elipse. Para esto el haz debe ser lo mas delgado posible. En este experimento se considera el haz muy delgado (1 mm para la muestra de titanio y 0.5 mm para la muestra de plata en sustrato de SiO_2) y la muestra homogénea. También quizás influyó mucho en los resultados la acción de los electrones secundarios en la integración y medida de la corriente, como se explicó en la sección IV.1.2.

En cuanto al segundo experimento, se puede ver en la gráfica 7 de la figura IV.1.2.f, que el punto correspondiente al ángulo incidente 1° está fuera de lugar (con respecto al punto anterior, $\theta_1=0^\circ$, y al siguiente $\theta_1=2^\circ$); pudo ser alguna mala medición, o mala calibración al momento de bombardear; observando el comportamiento en los espectros RBS en el apéndice C, se podría justificar esta afirmación. Los dos últimos puntos tienen que ver con la incidencia rasante, por lo que tienen mucha incertidumbre (aunque, según la teoría, es donde más sensibilidad tiene el método). Fueron los casos en los que se necesitó el mayor tiempo de exposición para que se integrara la carga. También se ve en el apéndice C un "salto" en el comportamiento de estos dos puntos. De hecho se observa en la muestra, que en la marca dejada por el haz hay un "salto inexplicable" en la posición de incidencia rasante (ángulos entre 65° y 75°). Así que eliminando estos 3 puntos, se podría decir que la curva experimental está entre los espesores 1×10^{-5} g/cm² y 5×10^{-4} g/cm². Esto corresponde, en nanómetros, al intervalo de 10 nm a 477 nm (observando bien, está más cerca del espesor de 1×10^{-4} g/cm², como lo muestra la línea de tendencia).

Se hizo también el análisis de los espectros de RBS, en el programa SIMNRA, una versión compatible con Windows del RUMP, y con el RUMP mismo, los cuales son programas de cómputo que ajustan una curva teórica al espectro de RBS, jugando con los parámetros.

En el caso del SIMNRA, se introducen los parámetros experimentales incluyendo la calibración correspondiente. Con eso, éste programa realiza los cálculos correspondientes incluyendo el del factor cinemático; el problema es que no se sabe cómo realiza dichos cálculos, y el instructivo disponible [47] no lo dice. El ajuste en el programa SIMNRA proponía un espesor entre 25 y 80 átomos/cm², es decir, entre 4.2 nm y 13.6 nm.

El RUMP pide más datos, incluyendo los cálculos como el del factor cinemático; en este caso la simulación propone un espesor de 160 a 180 átomos/cm², es decir, entre 27.1 nm y 30.5 nm. En este caso también puede haber mucha incertidumbre, porque quizás el RUMP no es muy sensible a espesores delgados: en la simulación se toma un rectángulo cuya longitud de la base es precisamente el espesor a estudiar, y muchas veces no coincide con la semi-anchura de la gaussiana experimental del espectro. Este fenómeno se explica mejor en la referencia [46].

IV.1.4 Conclusiones.

Se demuestra teórica y experimentalmente que el método no es sensible para estudiar óxidos de titanio sobre sustrato de titanio; se tiene que hacer un experimento mucho más cuidadoso, en el sentido de ajustar mejor los instrumentos provisionales, para no tener que repetirlo. Quizás el usar iones menos energéticos e irradiar a ángulos más rasantes ayude a que la sensibilidad del método aumente en el caso de los óxidos. Así que se concluye que con las condiciones en las que se desarrolló el primer experimento, el método no es sensible para determinar la composición del óxido, ni para predecir su espesor en la muestra.

Es muy conveniente usar los dos detectores (para RBS y PIXE) en el mismo experimento, para poder hacer correcciones de las consecuencias de la mala integración de la corriente debida principalmente al escape de electrones secundarios entre otros diversos procesos; esto mismo se vio en los dos experimentos.

Ya se había hecho este estudio de óxidos con el método PIXE pero excitado con protones variando la energía de incidencia [2], y el ángulo de incidencia[41-

44]; podría ser que esta muestra de titanio pudiera ser estudiada al variar la energía y tener un ángulo de incidencia grande ($\sim 60^\circ$) y fijo; aunque como se mencionó en la sección IV.1.2, parece ser que a ángulos muy rasantes ($\sim 75^\circ$), la incertidumbre es muy grande.

Se comprobó que el método PIXE excitado con He, sí es sensible (aunque no de forma óptima: se probó el He para óxidos porque se pensó que el poder de frenado era mayor, y por lo tanto la sección eficaz de ionización también es mayor, y con eso se obtiene mejor información del óxido, pero al parecer también funcionó para la plata pura) en el caso de que el sustrato es de diferente elemento que la película, y el intervalo de espesores más confiable es de 5×10^{-5} g/cm² a 1×10^{-3} g/cm², con una variación de aproximadamente un factor de 10 respecto a RBS. Quizás no tendría mucho caso determinar espesores más gruesos con el método PIXE, ya que existen otros métodos más sencillos para eso. Sin embargo, se piensa realizar experimentos futuros donde se usen muestras oxidadas (como el caso del Ti) con espesores de óxido más gruesos que el usado para este experimento, y también muestras de un elemento depositado en sustrato de elemento diferente (como el caso de la plata sobre SiO₂), con el fin de optimizar poco a poco la sensibilidad del método PIXE excitado con He, y así promover su utilización.

Cabe aclarar que estos dos casos no generalizan la eficacia ó no eficacia del método para todos los elementos y todas las combinaciones que se puedan hacer con ellos, pero la investigación sigue y nunca termina.

Apéndice A

Se utilizó el detector de RBS en el experimento con el objeto de tener resultados acerca de los iones retrodispersados. El espectro RBS se muestra en la figura A1, el eje x corresponde a la energía del ion retrodispersado, que se puede tomar en cierta medida, proporcional a la profundidad en la que fue dispersado.

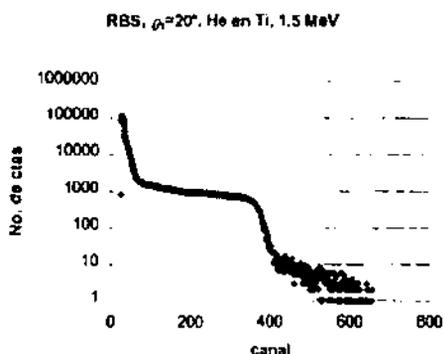


Fig. A1 Espectro RBS.

En la sección IV.1.2 la gráfica 1 de la figura IV.1.2.a, muestra que la forma no corresponde a la predicción teórica, esto se debe a que el número de partículas incidentes no fue proporcional a la corriente integrada, debido en gran medida a los electrones secundarios, y podría pensarse también que parte del haz pudo haber sido reflejado.

En el análisis de datos se dividieron los máximos en PIXE entre las áreas de RBS. La explicación a esto es la siguiente.

De acuerdo a la sección I.1.5 el número de iones dispersados sigue el siguiente comportamiento:

$$N_{disp} = N_{inc} \sigma(\theta_i) n_a \Omega_{rbs} \quad (1.1.5.1)$$

Para los rayos X existe una expresión análoga [5] con $\sigma(E)$ la sección eficaz de ionización que depende de la energía:

$$N_X = N_{inc} \sigma(E) n_a \Omega_X \quad (A1)$$

En la ecuación (1.1.5.1) $\sigma(\theta_i)$ es constante, Ω_{rbs} también es constante y en la ecuación (A1) $\sigma(E)$ es constante y Ω_X también. N_{inc} y n_a son las mismas para ambos casos, porque el experimento se llevó a cabo bajo las mismas condiciones mismo haz y misma muestra (de hecho fue el mismo experimento). El problema está en el número de iones incidentes N_{inc} , por la lectura errónea de la corriente integrada.

Al dividir el número de rayos X (ecuación A1) entre el número de iones dispersados (ecuación 1.1.5.1) nos queda la siguiente ecuación:

$$\frac{N_X}{N_{rb}} = \frac{N_{inc} \sigma(E) n_a \Omega_X}{N_{inc} \sigma(\theta_i) n_a \Omega_{rb}} \quad (A2)$$

que si se hace:

$$k = \frac{\sigma(E) \Omega_X}{\sigma(\theta_i) \Omega_{rb}} = cte. \quad (A3)$$

entonces queda:

$$N_X = k N_{disp} \quad (A4)$$

Así se tiene que la cantidad de rayos X se corrige dividiéndola entre la cantidad de iones retrodispersados, ya que esas cantidades son linealmente proporcionales.

Apéndice B

Programa de cómputo en BASIC.

```
5 REM PROGRAMA TESIS
6 DIM E(60),ST(60),SO(60),EC(60),C(60),SU(500),SV(12000)
100 INPUT "Escribir 1 para un nuevo calculo ó 2 si es cambio de parámetro ",IM
110 IF IM=1 THEN 500
120 GOTO 659
499 REM
500 REM ENTRADA DE DATOS
505 PRINT "Este programa calcula para cualquier tipo de óxido de"
506 PRINT "titanio: TiO, TiO2 y Ti2O3, etc. y el elemento puro, Ti100"
510 INPUT "Pon los subíndices de tu óxido TimOl en ese orden, m,l ",M,L
515 INPUT "¿Energía de incidencia (en MeV)?" ,E
525 PRINT "Da los valores de los ángulos incidente y de salida"
530 INPUT "respecto a la normal, en ese orden t1,t2 ",T1,T2
535 INPUT "Da el número de la delta(rho-ele) k= ",K
540 INPUT "Da el espesor de la capa de óxido en gr/cm2 (9.038E-4) ",EO
545 INPUT "Corriente integrada en nC ",II
550 INPUT "Tiempo de exposición en seg ",T
555 INPUT "¿Eficiencia del sistema? (.5594 para Ti) ",EF
560 INPUT "¿Ángulo sólido en estereorradianes?(3.49E-3) ",OM
599 REM ESCRIBE ARCHIVO DE PARAMETROS
600 OPEN "c:param.dat" FOR OUTPUT AS #3
610 REM
630 PRINT #3, E," ";M," ";L," ";T1," ";T2," ";K," ";EO," ";II," ";T," ";EF," ";OM
640 CLOSE #3
645 REM IMPRIME NUEVOS PARAMETROS
646 PRINT E,M,L,T1,T2,K,EO,II,T,EF,OM
647 INPUT "Escribe cualquier número para continuar";CNT
650 GOTO 1500
659 REM
660 REM CAMBIO DE PARAMETROS
670 OPEN "c:param.dat" FOR INPUT AS #3
680 INPUT #3,E,M,L,T1,T2,K,EO,II,T,EF,OM
690 CLOSE #3
700 PRINT "¿Cuál parámetro cambia?"
701 PRINT "Energía incidente y número de delta (rho-ele), escribe: 1"
702 PRINT "Subíndices del compuesto, escribe: 2"
703 PRINT "Ángulo de incidencia y salida, escribe: 3"
```

```

704 PRINT "El espesor de la capa de óxido, escribe: 4"
705 PRINT "Corriente integrada, escribe: 5"
706 PRINT "Tiempo de exposición, escribe: 6"
707 PRINT "Eficiencia del sistema, escribe: 7"
708 PRINT "Ángulo sólido, escribe: 8"
750 INPUT CP
753 IF CP=1 THEN PRINT "¿Energía incidente (en MeV) y k= ?":INPUT
E,K:GOTO 600
756 IF CP=2 THEN PRINT "¿Subíndices? m,l= ":INPUT M,L:GOTO 600
763 IF CP=3 THEN PRINT "¿Ángulos de incid. y sal.? t1,t2= ":INPUT
T1,T2:GOTO 600
766 IF CP=4 THEN PRINT "¿Espesor de la capa de óxido en gr/cm2(9.038E-4)?
":INPUT EO:GOTO 600
770 IF CP=5 THEN PRINT "Corriente integrada en nC ":INPUT II:GOTO 600
773 IF CP=6 THEN PRINT "Tiempo de exposición en seg. ":INPUT T:GOTO
600
776 IF CP=7 THEN PRINT "Eficiencia del sistema ":INPUT EF:GOTO 600
780 IF CP=8 THEN PRINT "Ángulo sólido en estereorradianes (10E-3/4pi)
":INPUT OM:GOTO 600
1500 REM
1501 REM CALCULA LA MASA ATOMICA DEL COMPUESTO Y EL
NUMERO DE PROYECTILES
1510 LET A=47.947948*M+15.999415*L
1520 LET NP=II*1E-9/(3.2E-19)
1530 PRINT
1540 PRINT "La masa atómica del compuesto es A(Ti"M"O"L.)="A"(gr/mol)"
1550 LET C1=COS(T1/57.29577951308)
1555 LET C2=COS(T2/57.29577951308)
1560 PRINT "C1="C1" , C2="C2
1570 LET DR=EO/K
1575 PRINT "Delta (rho-ele)= "DR
1600 REM CALCULO DE LOS COEFICIENTES DE ATENUACION DE MASA
1620 LET MU=(47.947948*M*115.867/A)+(15.999415*L*70.07249/A)
1622 REM LPRINT "Compuesto: Ti"M"O"L
1626 PRINT "Llegaron"NP"proyectiles a la muestra"
1630 REM LPRINT "Llegaron"NP"proyectiles a la muestra"
2000 REM
2001 REM CALCULO DE LA CONSTANTE DE LA INTEGRAL
2020 LET D=(6.023E23*0.219*0.880669E-
24*EF*OM*NP*47.947948*M)/(A*A)
2030 PRINT

```

```

2040 PRINT "La constante de la integral es D=",D
2050 REM LPRINT "La constante de la integral es D=",D
2060 REM LPRINT "El espesor es "EO" g/cm2, T1="T1" T2="T2
2100 BEEP
2101 INPUT "Escribe cualquier número para continuar";CNT
2999 REM LEE LOS DATOS DE LAS TABLAS
3000 FOR I=1 TO 44
3001 READ E(I),ST(I),SO(I)
3002 PRINT E(I),ST(I),SO(I)
3003 NEXT I
3010 FOR I=1 TO 57
3011 READ EC(I),C(I)
3012 PRINT EC(I),C(I)
3013 NEXT I
4000 REM INICIALIZA SUMA DE RAYOS X
4005 FOR N=1 TO K
4006 REM
4010 IF E<0.1 THEN 7595
4040 REM CALCULA EL PODER DE FRENADO INTERPOLADO
4050 LET I=1
4060 IF E>=E(I) AND E<=E(I+1) THEN 4070
4065 LET I=I+1
4069 GOTO 4060
4070 IF E=E(I) THEN 4075 ELSE 4080
4075 LET ST=ST(I)
4076 LET SO=SO(I)
4077 GOTO 4090
4080 LET ST=(ST(I+1)+ST(I)*(E(I+1)-E)/(E-E(I)))/(1+(E(I+1)-E)/(E-E(I)))
4085 LET SO=(SO(I+1)+SO(I)*(E(I+1)-E)/(E-E(I)))/(1+(E(I+1)-E)/(E-E(I)))
5000 REM
6000 REM CALCULA LA SECCION ATOMICA DE FRENADO REGLA DE
BRAGG
6005 PRINT
6130 LET U=((47.947948*M*ST)+(15.999415*L*SO))/(6.023E23)
6150 REM CALCULA LA PRIMER ENERGIA
6173 LET KC=E-((U*6.023E23)/A)*(DR/C1)
6175 PRINT
6180 PRINT "E("N")= "KC
7000 REM
7025 REM LEE SECCIONES EFICACES (MeVcm2/mol)/(gr/cm2)/(gr/mol)
7040 REM CALCULA LA SECCION EFICAZ INTERPOLADA

```

```

7050 LET J=1
7060 IF KC<0.1 THEN 7595
7065 IF KC>=EC(J) AND KC<=EC(J+1) THEN 7070
7067 LET J=J+1
7069 GOTO 7065
7070 IF KC=EC(J) THEN 7075 ELSE 7080
7075 LET C=C(J)
7077 GOTO 7090
7080 LET C=(C(J+1)+C(J)*(EC(J+1)-KC)/(KC-EC(J)))/(1+(EC(J+1)-KC)/(KC-
EC(J)))
7510 LET EX=EXP((-1*MU*N*DR)/C2)
7530 LET SX=C*EX*DR
7540 LET SU(N+1)=SU(N)+SX
7545 LET SU=SU(N+1)
7555 PRINT "C("KC")="C"exp(-ux)="EX "Nx= "D*SU
7560 REM N,EX,D*SU
7570 LPRINT KC,C,EX,D*SU
7585 LET E=KC
7590 NEXT N
7595 PRINT "El total de rayos x es Nx= "D*SU
7600 PRINT "En muestra de Ti"M"O"L", incidencia T1="T1
7601 PRINT "constante de la integral D="D"espesor="EO"
7700 PRINT "¿El óxido está sobre algún sustrato?
7701 INPUT "SI, escribe:1, NO, escribe:0 ",Z
7705 IF Z=1 THEN 9000 ELSE 8000
8000 REM
8001 REM CALCULA LA MASA ATOMICA DEL COMPUESTO Y EL
NUMERO DE PROYECTILES
8010 LET AA=47.947948
8020 LET MV=115.867
8030 PRINT "E=", E
8050 REM CALCULO DE LA CONSTANTE DE LA INTEGRAL
8060 LET D1=(6.023E+23*.219*.880669E-24*EF*OM*NP)/AA
8070 PRINT
8080 PRINT "La constante de la integral es D1=",D1
8100 BEEP
8101 INPUT "Escribe cualquier número para continuar";CNT
8199 REM
8200 REM INICIALIZA SUMA DE RAYOS X
8205 LET N=1
8220 IF E<0.1 THEN 8600

```

```

8249 REM CALCULA EL PODER DE FRENADO INTERPOLADO
8250 LET I=1
8260 IF E>=E(I) AND E<=E(I+1) THEN 8270
8265 LET I=I+1
8269 GOTO 8260
8270 IF E=E(I) THEN 8275 ELSE 8280
8275 LET ST=ST(I)
8277 GOTO 8290
8280 LET ST=(ST(I+1)+ST(I)*(E(I+1)-E)/(E-E(I)))/(1+(E(I+1)-E)/(E-E(I)))
8299 REM
8300 REM CALCULA LA SECCION ATOMICA DE FRENADO REGLA DE BRAGG
8350 REM CALCULA LA PRIMER ENERGIA
8373 LET KD=E-((ST*DR)/C1)
8380 PRINT
8390 PRINT "E("N")= "KD
8400 REM
8425 REM LEE SECCIONES EFICACES (MeVcm2/mol)(gr/cm2)/(gr/mol)
8440 REM CALCULA LA SECCION EFICAZ INTERPOLADA
8450 LET J=1
8460 IF KD<0.1 THEN 8600
8465 IF KD>=EC(J) AND KD<=EC(J+1) THEN 8470
8467 LET J=J+1
8469 GOTO 8465
8470 IF KD=EC(J) THEN 8475 ELSE 8480
8475 LET C=C(J)
8477 GOTO 8490
8480 LET C=(C(J+1)+C(J)*(EC(J+1)-KD)/(KD-EC(J)))/(1+(EC(J+1)-KD)/(KD-EC(J)))
8510 LET EY=EXP(-1*(MU*EO+MV*N*DR)/C2)
8530 LET SY=C*EY*DR
8540 LET SV(N+1)=SV(N)+SY
8545 LET SV=SV(N+1)
8560 LET E0=N*DR
8575 PRINT "C("KD")="C"exp(-ux)="EY "Nx="D1*SV"Esp="E0
8577 LPRINT KD,C,EY,D*SU+D1*SV
8580 LET N=N+1
8585 LET E=KD
8590 GOTO 8220
8600 PRINT "El total de rayos x es Ntot= "D*SU+D1*SV
8605 PRINT "En muestra de Ti"MO"OL", incidencia T1="T1

```

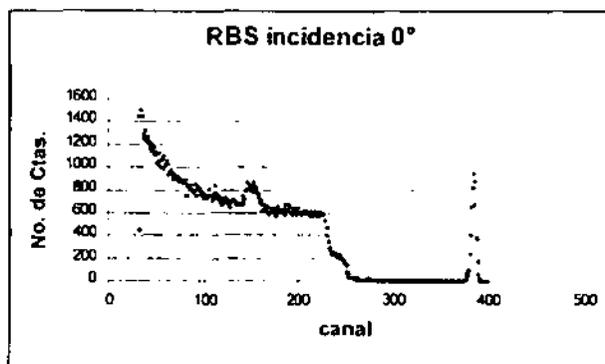
```

8610 PRINT "Profundidad = "E0+EO"gr/cm2"
9000 END
9080 DATA 0.1,629.405,0.9603,0.11,658.877,0.999,0.12,686.227,1.0362
9090 DATA 0.13,711.834,1.0706,0.14,735.986,1.10397,0.15,758.675,1.13599,0.16
9100 DATA
780.096,1.16658,0.17,800.344,1.1962,0.18,819.615,1.2246,0.2,855.014
9110 DATA
1.278,0.22,886.874,1.3285,0.24,915.482,1.3755,0.26,941.327,1.4181,0.28
9120 DATA
964.503,1.4588,0.3,985.305,1.4965,0.33,1012.446,1.5471,0.36,1035.224
9130 DATA
1.5927,0.4,1059.972,1.6453,0.45,1081.713,1.6979,0.5,1096.498,1.7396
9140 DATA 0.55,1105.318,1.7693,0.6,1110.164,1.7901,0.65,1110.031,1.8029,0.7
9150 DATA 1106.914,1.8077,0.8,1094.72,1.8024,0.9,1076.564,1.78021,1
9160 DATA 1055.436,1.748,1.1,1031,1.708,1.2,1008,1.664,1.3,983.9,1.619
9170 DATA 1.4,960.5,1.572,1.5,937.6,1.526,1.6,915.4,1.481,1.7,894,1.438
9180 DATA 1.8,873.3,1.397,2,834.5,1.32,2.2,798.8,1.251,2.4,766.1,1.188
9190 DATA 2.6,736.1,1.132,2.8,708.5,1.081,3,683.1,1.035,3.3,648.6,0.973
9200 DATA 3.6,617.8,0.9193,4,581.6,0.8575
9500 DATA 0.1,7.351E-6,0.12,5.382E-5,0.14,2.259E-4,0.16,6.776E-
4,0.18,1.632E-3
9510 DATA 0.2,3.373E-3,0.22,6.245E-3,0.24,1.064E-2,0.26,1.698E-
2,0.28,2.576E-2
9520 DATA 0.3,3.747E-2,0.32,5.268E-2,0.34,7.194E-2,0.36,9.587E-
2,0.38,1.251E-1
9530 DATA 0.4,1.603E-1,0.42,2.022E-1,0.44,2.514E-1,0.46,3.087E-
1,0.48,3.749E-1
9540 DATA 0.5,4.507E-1,0.6,1.003,0.7,1.922,0.75,2.555,0.8,3.322,0.9,5.324,1
9550 DATA 8.048,1.1,11.62,1.2,16.16,1.3,21.78,1.4,28.61,1.5,36.74,1.6,46.28,1.7
9560 DATA 57.31,1.8,69.9,1.9,84.17,2,100.2,2.1,118,2.2,137.6,2.3,159.1,2.4,182.5
9570 DATA 2.5,207.8,2.6,235.1,2.7,264.3,2.8,295.4,2.9,328.5,3,363.5,3.1,400.4
9580 DATA 3.2,439.2,3.3,479.9,3.4,522.3,3.5,566.6,3.6,612.6,3.7,660.3,3.8,709.6
9590 DATA 3.9,760.6,4,813.1

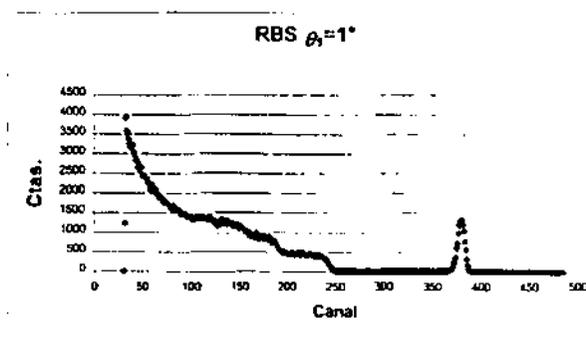
```

Apéndice C

Se muestran los espectros RBS correspondientes a cada uno de los ángulos incidentes, con el fin de observar el comportamiento del cambio de la forma de los espectros, conforme aumenta el ángulo de incidencia:

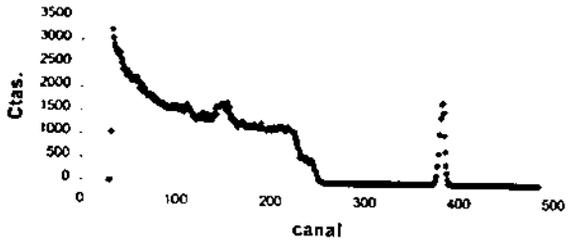


Gráfica C1. Se observa el pico de carbono, alrededor del canal 100, el de oxígeno, por el canal 150, el escalón del óxido de silicio, canal 240 y el pico de la película de plata, canal 385 aprox.



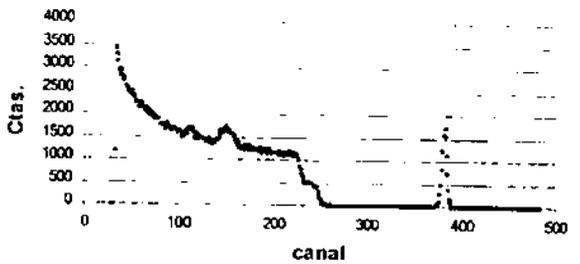
Gráfica C2. Ya no se observan los picos de carbono ni de oxígeno; el escalón del óxido de silicio está muy extendido respecto al espectro anterior, parecería una incidencia rasante, o que el óxido de silicio es muy grueso.

RBS, $\theta_1=2^\circ$



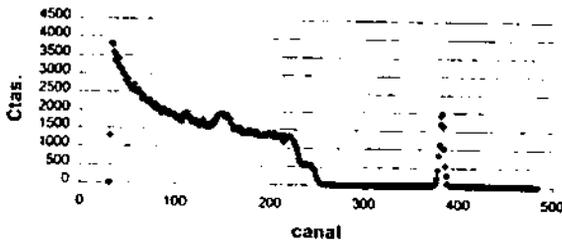
Gráfica C3. Vuelven a observarse los picos de carbono y de oxígeno, al igual que el escalón del óxido de silicio, y éste se volvió delgado.

RBS; $\theta_1=10^\circ$



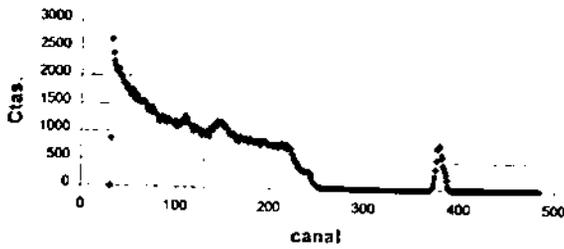
Gráfica C4. Otra vez están los picos de carbono y oxígeno, así como el escalón del óxido de silicio y el pico de la película de plata.

RBS, $\theta_1=20^\circ$



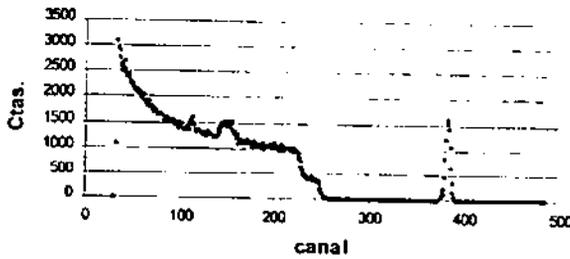
Gráfica C5. Se empiezan a "achatar" los picos, y a "ensanchar" el escalón.

RBS, $\theta_1=25^\circ$



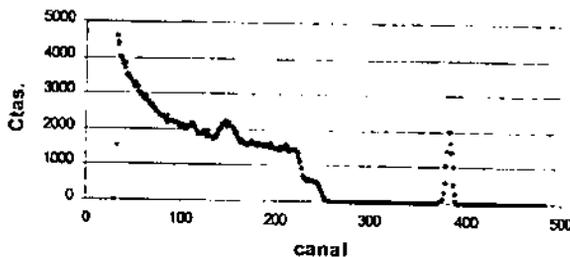
Gráfica C6. Mismo comportamiento que en la gráfica C5.

RBS, $\theta_1=30^\circ$



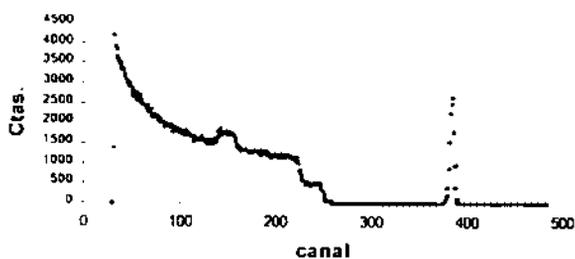
Gráfica C7. Se observa el pico de carbono, alrededor del canal 10, el de oxígeno, por el canal 150, el escalón del óxido de silicio, canal 240 y el pico de la película de plata, canal 385 aprox.

RBS, $\theta_1=40^\circ$



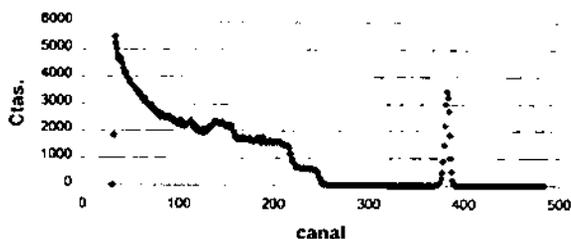
Gráfica C8. El pico de oxígeno está menos "chato".

RBS, $\theta_1=50^\circ$



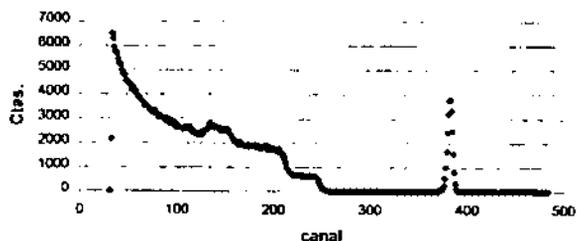
Gráfica C9. Aún se ven los picos y el escalón.

RBS, $\theta_1=60^\circ$



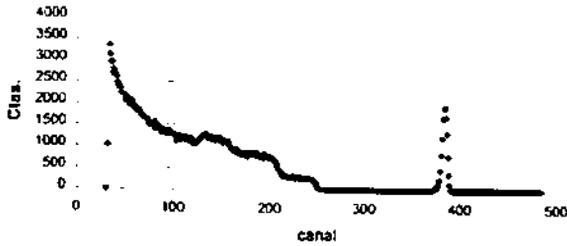
Gráfica C10. Se empiezan a ver más anchos y más bajos los picos, así como más amplio el escalón.

RBS, $\theta_1=65^\circ$



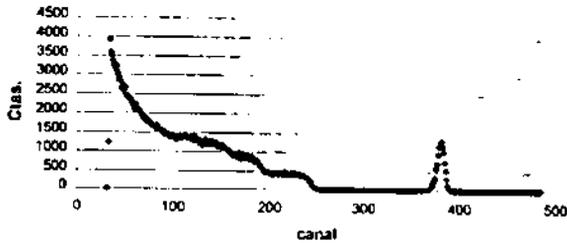
Gráfica C11. Se observa el gradual "achataamiento" de los picos, en el lado derecho del espectro.

RBS, $\theta_i=70^\circ$



Gráfica C12. Aquí ya no se distingue el pico de carbono, y con un poco de trabajo se ve el de oxígeno. El óxido es muy grueso

RBS, $\theta_i=75^\circ$



Gráfica C13. Prácticamente desaparecieron los picos de carbono y oxígeno, y el escalón del óxido de silicio es muy amplio.

Al observar el comportamiento de “achataamiento” gradual de los picos se deduce que el espectro correspondiente al ángulo de incidencia igual a 1° como que debería ir después de la gráfica C13.

También se observa que el cambio de forma del espectro de la gráfica C11 a la gráfica C12 es normal, pero parecería que hubiera un salto en el cambio de forma de la gráfica C12 a la gráfica C13; es decir, como que no es tan gradual.

BIBLIOGRAFÍA.

[1] W. Reuter, A. Lurio, F. Cardone, J.F. Ziegler; Journal of Applied Physics, 46(1975)3194 – 3202.

[2] J. Rickards; Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B12 (1985) 269 – 272.

[3] J. Rickards, E.P. Zironi; Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B29 (1987) 527 – 530.

[4] J. Miranda.

Técnicas analíticas de origen nuclear, un curso introductorio.

2da ed. IFUNAM, Física Experimental, México 2000.

[5] J. Rickards.

La Física de las Radiaciones en la Materia. Dirección General de Divulgación de las Ciencias, UNAM. México, D. F. 2001.

[6] Macías Medrano Víctor Manuel.

Desarrollo de una microsonda de protones para análisis PIXE.

Tesis de licenciatura, Físico, 1993.

[7] De la Vega Ballesteros Luis Ricardo.

Estudio experimental comparativo de las técnicas de PIXE y XRF.

Tesis de licenciatura. Físico, 1994.

[8] Aspiazu Fabián Juan Andrés.

Análisis cuantitativo de trazas de elementos por la técnica PIXE.

Tesis de licenciatura. Físico, 1985.

**ESTA TESIS NO SALE
DE LA BIBLIOTECA**

- [9] 1er Curso regional sobre las aplicaciones de los aceleradores de partículas.
Notas. IFUNAM, Física experimental, México D. F. 1993.
- [10] Cruz Aranda Fernando.
Calibración de una técnica de detección de R-X para la técnica PIXE.
Tesis de licenciatura, Físico, 1991.
- [11] D. D. Cohen, M. Harrigan; Atomic Data and Nuclear Data Tables 33, (1985)
255 – 343.
- [12] J. H. Hubbell, S. M. Seltzer.
Tables of X-ray mass attenuation coefficients and mass energy-absorption
coefficients from 1 keV to 20 MeV for elements Z=1 to 92 and 48 additional
substances of dosimetric interest
U.S. Department of Commerce, may 1995.
- [13] Woldseth Rolf.
All you ever wanted to know about X-ray Energy Spectrometry.
Kevex Co. Burlingame, California. June 1973.
- [14] Eisberg Robert; Resnick Robert.
Física Cuántica.
Limusa. México D.F. 1997.
- [15] Rickards Campbell Jorge.
Las radiaciones: reto y realidades.
La ciencia desde México.
México D.F. 1986.

- [16] Rickards Campbell Jorge; Camaras Ross Ricardo.
Las radiaciones II. El manejo de las radiaciones nucleares.
La ciencia desde México.
México D.F. 1990.
- [17] Acosta Virgilio.
Curso de Física Moderna.
Harla, editorial.
México, D.F. 1975.
- [18] Esbaide Adem Chahin (coordinadora).
Una ventana hacia la investigación en Física.
J. Rickards, Cap. XIX, UNAM, FCE. México, 2000.
- [19] J.F. Ziegler, J. P. Biersack and U. Littmark;
TRIM; Ver. 92.12. Pergarmon Press, New York, 1985.
- [20] www.pelletron.com.
- [21] Resnick, Robert.
Física. Tomos I y II
Ed. CECSA, México 1995.
- [22] Azorín Nieto Juan.
Introducción a la Física Nuclear.
Ediciones Científicas AZVEG.
México D.F. 1997.
- [23] W. Brandt, G. Lapicki, Phys. Rev. 23A(1981)1717.

- [24] S. A. E. Johansson and T. B. Johansson, Nucl. Instr. And Meth. 137(1976)473.
- [25] E. C. Montenegro, A. Oliver and F. Aldape, Nucl. Instr. And Meth. B12(1985)453.
- [26] J. D. Garcia, R, J. Fortner and T. M. Kavanagh, Rev. Mod. Phys. 45(1973)111.
- [27] E. C. Montenegro, S. A. Cruz and C Vargas-Aburto, Phys. Lett. 92A(1982)195.
- [28] J. F. Ziegler.
Handbook of Stopping Cross Sections for Energetic Ions in All Elements
(Pergamon N.Y. 1980).
- [29] R. Theisen and D. Vollath, Tables of X-Ray Mass Attenuation Coefficients
(Verlag Stahleisen M. B. H. Duiseldorf, 1967).
- [30] Luis Rodríguez Fernández.
Axil Para Principiantes. Instituto de Física, UNAM
- [31] J. Rickards, A. Oliver, J Miranda and E. P. Zironi, Appl. Surf. Science 45(1990)155. North Holland.
- [32] J. F. Janni, At. Data Nucl. Data Tables 27(1982)147.
- [33] www.inin.mx.
- [34] Sánchez Torres Norma Yanet.
Detección de trazas nucleares de iones de ^{12}C de LR115.
Tesis de licenciatura. México, D. F.2001.

- [35] L. Rodríguez-F., O. de Lucio, J. Miranda, J. L. Ruvalcaba-S. y M. A. Ontalba.
Caracterización de un detector de Si(Li) para análisis de rayos X.
Avances en Análisis por Técnicas de Rayos X, Volumen X
Anales del VI seminario latinoamericano de análisis por técnicas de rayos X
pp.332 – 337. Trabajo Científico, 1998.
- [36] Johansson, Sven A. E. Campbell, John L.
PIXE: A Novel Technique for Elemental Analysis.
John Wiley & Sons Ltd
Great Britain 1988.
- [37] Berta Oda Noda.
Introducción al análisis gráfico de datos experimentales.
Dpto. de Física, Facultad de Ciencias, UNAM
México D. F. 1987.
- [38] Byron Gottfried, trad. Segado Bernal Ángel.
Teoría y Problemas de Programación Básico.
Mc Graw-Hill
México D. F. 1992.
- [39] Dennis G. Zill.
Cálculo con Geometría Analítica.
Ed. Iberoamericana
Belmont, California, E. U. A. 1987.
- [40] J. Miranda, L. Rodríguez-Fernández, O. G. De Lucio, K. López and J. A.
Harada. Revista Mexicana de Física 46 (4) (2000)367-372.

[41] J. Miranda, A. Oliver, E. C. Montenegro; Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B43 (1989) 203 - 209.

[42] A. Oliver, J. Miranda; Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B29 (1989) 521 - 526.

[43] J. Miranda ,A. Oliver; Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B34 (1988) 362 - 368.

[44] J. Miranda, A. Oliver, F. J. Ruiz, J. M. Santana; International Journal of PIXE, Vol. 1, No. 3 (1991) 259 - 270.

[45] J. Miranda, Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B118 (1996) 346 - 351.

[46] J. Rickards, Nuclear Instruments and Methods 152 (1978) 585 – 587.

[47] Matej Mayer.

SIMNRA User's Guide, versión 4.4.

Forschungszentrum Jülich, D-52425 Jülich, Germany

Max-Planck Institut für Plasmaphysik 1997-1998.

[48] J. M. Khan, D. L. Potter, R. D. Worley; Journal of Applied Physics, 37(2)(1966)564 – 567.

[49] Beiser, Arthur.

Conceptos de Física Moderna.

McGraw-Hill, México 1988.