

Fig. 12

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

FACULTAD DE CIENCIAS

APLICACION DEL METODO PIXE EN EL ANALISIS
CUANTITATIVO DE LA COMPOSICION DE LA
ALEACION EN LIMAS PARA ENDODONCIA

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
JUAN CARLOS CHEANG WONG

MEXICO

1988



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas Tesis Digitales Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS © PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

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

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

TESIS CON FALLA DE ORIGEN

INDICE

INTRODUCCION	1
CAPITULO I	
METODOS DE ANALISIS DE MATERIALES	7
1) Emision de Rayos X Inducidos por Particulas (PIXED)	8
2) Espectroscopia de Electrones Auger (AES)	15
3) Retrodispersion de Rutherford (CRBS)	19
4) Espectroscopia de Masas de Iones Secundarios (SIMS)	24
5) Analisis por Activacion	29
6) Absorcion Atomica	34
CAPITULO II	
SECCION EFICAZ DE IONIZACION	37
CAPITULO III	
CUANTIFICACION DEL NUMERO DE RAYOS X	48
A) Radiacion Primaria	49
B) Radiacion Secundaria	53
C) Integracion Numerica	58
CAPITULO IV	
EXPERIMENTO, RESULTADOS Y CONCLUSIONES	
1) Dispositivo Experimental	64
2) Procedimiento Experimental	69
3) Medidas y Resultados	70
4) Conclusiones	79
APENDICE A	84
APENDICE B	96
REFERENCIAS	100

INTRODUCCION

Los materiales, naturales o elaborados por el hombre, nos rodean por completo, desempeñan un papel preponderante y están íntimamente relacionados con nuestro modo de vida. La tecnología debe utilizar inteligentemente los materiales para satisfacer las necesidades específicas de la sociedad. El interés de la industria en el desarrollo de numerosas aplicaciones determina qué materiales se producen, cómo fabricarlos y qué propiedades se deben estudiar. Esto implica la selección de materiales con características, costo y disponibilidad óptimas.

El conocimiento cualitativo y cuantitativo de los elementos presentes en una sustancia o material nos permite estimar un cierto número de propiedades que puede presentar. La caracterización de materiales metálicos o aleaciones es de gran importancia para la industria metalúrgica, de semiconductores y, actualmente, de superconductores. Las propiedades estudiadas varían según las aplicaciones específicas de cada aleación; sin embargo, frecuentemente se dividen en propiedades físicas, mecánicas y químicas.

Entre las propiedades físicas se encuentran las relacionadas con fenómenos eléctricos y magnéticos, como son: resistividad, constante dieléctrica, superconductividad, ferromagnetismo, etc.

También se pueden citar propiedades térmicas, como el calor específico, la conductividad térmica y el coeficiente de expansión térmica.

Como propiedades mecánicas se pueden mencionar: la elasticidad, la compresibilidad, la ductilidad, la dureza, etc. Finalmente, entre las propiedades químicas están la resistencia a la oxidación y a la corrosión.

El comportamiento y las características de cualquier instrumento dependen de muchos factores, como son:

- * la composición cualitativa y cuantitativa de la aleación;
- * la estructura cristalina interna;
- * la producción y la formación de la aleación;
- * los tratamientos térmicos aplicados.

Algunos de estos factores están incluidos en un campo de estudio más específico, como lo es la metalurgia. La metalurgia centra su interés, en términos muy generales, en:

- # el estudio de la corteza terrestre para encontrar minerales metálicos;
- # los métodos de separación y de recuperación del metal a partir del mineral que lo contiene;
- # los métodos de preparación, producción y formación de metales y aleaciones;
- # el estudio de las impurezas que pueden presentar;

- # la aplicación de pruebas para determinar las propiedades físicas, mecánicas y químicas;
- # los tratamientos térmicos necesarios para mejorar las características de una aleación.

Ninguna otra aleación es tan importante para la industria como lo es el acero. El acero ofrece una gran diversidad de propiedades que pueden ser aprovechadas en múltiples y variadas aplicaciones útiles en nuestra vida diaria. El acero es utilizado por la industria automotriz, electrónica, alimentaria, de transportes y comunicaciones, etc. Con el acero se fabrican instrumentos de medición, objetos de uso cotidiano, aparatos quirúrgicos y dentales, etc.

Entre los instrumentos dentales fabricados en acero se encuentran las limas utilizadas por los odontólogos para realizar trabajos de endodencia. La endodencia consiste en la extracción de la pulpa dental o nervio de un diente o de una muela. Las limas para endodencia tienen forma de broca o helice y la pulpa dental se extrae mediante el tallado continuo de la lima en el interior de la pieza dental en cuestión. Además, un tratamiento completo de endodencia requiere la utilización de un serie de limas ligeramente distintas entre si (en tamaño y forma).

Por lo general, cada aplicación de un acero tiene sus condiciones de servicio particulares y debe presentar ciertas propiedades especiales. Para favorecer su óptimo funcionamiento, las limas para endodencia requieren características específicas, como son:

dureza, flexibilidad, resistencia a la corrosión y a la oxidación.

Actualmente, las limas para endodoncia que se usan en México son importadas de países como Suiza, Alemania, Japón y los Estados Unidos, a precios muy altos. Se sabe que están fabricadas en acero, sin embargo, se desconoce su composición exacta. Por lo tanto, si se determina la composición cualitativa y cuantitativa de las limas, se tendrá la posibilidad de fabricarlas en México, con el subsecuente ahorro de divisas para nuestro país.

Existe una gran variedad de métodos para determinar la composición química de un material; la elección del método depende de ciertas características, entre las que se encuentran:

- * el dispositivo experimental;
- * la sensibilidad y confiabilidad del resultado;
- * la rapidez en la obtención del resultado;
- * el costo.

Sin embargo, hay métodos de análisis que solo son aplicables en ciertos casos y que proporcionan distintos tipos y grados de información sobre la muestra estudiada, por lo que la elección dependerá fundamentalmente del problema específico que se busca resolver.

Entre los métodos accesibles para analizar la composición de un material se encuentran:

- 1) PIXE (Emisión de Rayos X Inducidos por Partículas);
- 2) AES (Espectroscopia de Electrones Auger);
- 3) RBS (Retrodispersión de Rutherford);
- 4) SIMS (Espectroscopia de Masas de Iones Secundarios);
- 5) Analisis por Activación;
- 6) Absorción Atómica.

Cada una de estas técnicas analíticas tiene sus características propias que se explicarán con mayores detalles en el capítulo I.

El Instituto de Física de la U.N.A.M. cuenta con un acelerador Van de Graaff para iones positivos, con energía máxima de 700 KeV, que puede ser usado como instrumento de análisis de materiales, al aplicar el método PIXE. La emisión de rayos X inducidos por partículas cargadas (PIXE) es un método analítico que permite determinar cuantitativamente las concentraciones de los distintos elementos presentes en la muestra del material estudiado (1).

PIXE está basado en la generación de vacancias o huecos en las capas electrónicas de los átomos que constituyen la muestra por el impacto de iones con los átomos y la posterior emisión de rayos X, que se producen al llenarse las vacancias por electrones de capas más externas.

Cada elemento tiene una separación específica entre sus niveles electrónicos, por lo que la medición de la energía de los rayos X que emite permite su identificación. Como resultado se ob-

tiene un espectro de energías en el que cada pico corresponde a una transición entre capas electrónicas y el número de cuentas en un pico determinado es una medida de la abundancia del elemento que lo produce. Usando un programa de computadora hecho especialmente para analizar este tipo de espectros, se puede determinar la composición cualitativa y cuantitativa de la muestra.

De esta manera, PIXE ofrece una serie de características, como las siguientes:

- * la muestra estudiada no necesita ser destruida;
- * la posibilidad de analizar simultáneamente varios elementos a partir de un solo espectro;
- * alta sensibilidad.

Todo lo anterior hace de PIXE un gran método de análisis de materiales que ha podido ser implementado en el Instituto de Física con resultados muy satisfactorios en algunos casos.

Por lo tanto, el objetivo principal del presente trabajo de tesis es la aplicación del método PIXE en el análisis cuantitativo de la composición química de la aleación utilizada en la fabricación de limas para endodencia. Asimismo, se abre la posibilidad de fabricarlas en nuestro país, lo que implicaría un ahorro inmediato de divisas, ya que, por el momento, las limas son importadas en su totalidad.

CAPITULO I

METODOS DE ANALISIS DE MATERIALES

En el presente capítulo se hace una breve revisión de algunos métodos utilizados para determinar la composición de materiales, prestando mayor atención al análisis PIXE. Con el fin de obtener la mejor y la más completa información sobre la muestra estudiada, deben quedar bien especificados los parámetros que se van a medir y el método que se va a utilizar.

Fuesto que no existen técnicas de análisis aplicables en todos los casos, en la elección del método deberán tomarse en cuenta ciertos factores, como son:

- * la disponibilidad del personal y del equipo necesarios;
- * el número de muestras a analizar;
- * la exactitud del método;
- * la sensibilidad requerida;
- * la preparación de las muestras;
- * la rapidez para obtener los resultados;
- * el costo del análisis.

Los métodos incluidos en esta revisión son:

- 1) PIXE (*Particle Induced X ray Emission*);
- 2) AES (*Auger Electron Spectrometry*);
- 3) RBS (*Rutherford Backscattering*);
- 4) SIMS (*Secondary Ion Mass Spectrometry*);
- 5) Analisis por Activación;
- 6) Absorción Atómica.

1) EMISION DE RAYOS X INDUCIDOS POR PARTICULAS (PIXE)

El método PIXE se ocupa del análisis de los espectros de rayos X emitidos por una muestra, después de que ésta ha sido bombardeada por protones u otro tipo de partículas cargadas. Se dice que la emisión de rayos X es inducida por las partículas cargadas. Como se verá a continuación, el análisis PIXE permite determinar la composición cualitativa y cuantitativa de la muestra, a partir de los espectros de rayos X, ya que estos caracterizan al elemento que los emite. En los últimos años, esta técnica analítica ha experimentado un desarrollo muy importante, con aplicaciones en campos muy diversos (1).

La muestra que va a ser analizada se encuentra, sobre un

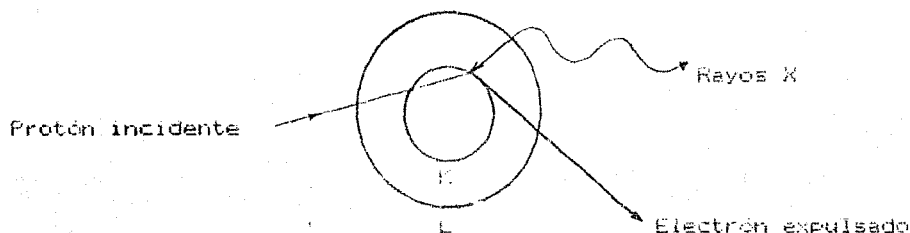
porta-blanco, dentro de una cámara de dispersión. En el interior, la cámara está a un vacío (presión) de alrededor de 10^{-6} torr. (1 torr = 1 mm de Hg), para evitar posibles frenamientos o desviaciones del haz de iones por colisiones con moléculas del aire.

Cuando el blanco es bombardeado por protones o por iones más pesados, algunos electrones son removidos de sus posiciones originales en las capas o niveles electrónicos de los átomos que lo constituyen. Los impactos causan la excitación de los electrones y estos abandonan su capa original. Si la energía transferida en la colisión es superior a la energía de amarre para una capa dada del átomo correspondiente, entonces este queda ionizado, es decir, que el electrón ha sido separado por completo del átomo. Así, el bombardeo con iones genera vacancias o huecos en las capas electrónicas de los átomos de la muestra.

Electrones de capas más externas van a llenar estas vacancias, con el fin de desexcitar al átomo. Estos electrones están menos ligados al átomo, por lo que al pasar a ocupar la vacancia deben ceder energía. Una forma de liberar este exceso de energía es emitiendo un fotón. Dicho fotón se emite con una energía igual a la diferencia entre las energías de amarre de las capas involucradas. Por ejemplo, si un electrón pasa de la capa L a la capa K, el fotón emitido tendrá una energía igual a la diferencia entre la energía de amarre de la capa L y la de la capa K (Figura 1).

Generalmente, si la transición del electrón involucra capas K, L o M, la energía del fotón emitido corresponde al intervalo de

frecuencias de los rayos X (entre 10^{16} y 10^{18} Hertz). La capa K es única, mientras que la capa L se divide en 3 subcapas (L_1, L_2, L_3) y la capa M en 5 (M_1, M_2, M_3, M_4, M_5).



* Fig.1.- Mecanismo de emisión de un fotón de rayos X *

Por lo tanto, la interacción entre los iones acelerados y los átomos de la muestra puede conducir a la emisión posterior de rayos X. Sin embargo, esta es una descripción muy simplificada de este fenómeno, ya que no incluye los detalles de la sección eficaz de ionización y de la posible emisión de electrones Auger. Por lo mismo, en el capítulo II, se discutirá el proceso de ionización de capas electrónicas internas debido a las colisiones ion-átomo.

La separación entre los niveles electrónicos de un átomo, es decir, la diferencia entre las energías de amarre de las capas involucradas en la transición, es una marca distintiva para cada elemento. Así, un elemento puede ser identificado o caracterizado por los rayos X que emite, por lo que estos son llamados rayos X característicos.

El auge que en los últimos años ha experimentado el método

PIXE está fuertemente ligado al desarrollo de los detectores semiconductores o de estado sólido y de dispositivos electrónicos asociados, tales como amplificadores, multicanales y computadoras.

Los detectores semiconductores ofrecen una rápida y fácil manera de medir los rayos X emitidos por la muestra. Además, la resolución y el intervalo de energías que pueden detectar son muy grandes.

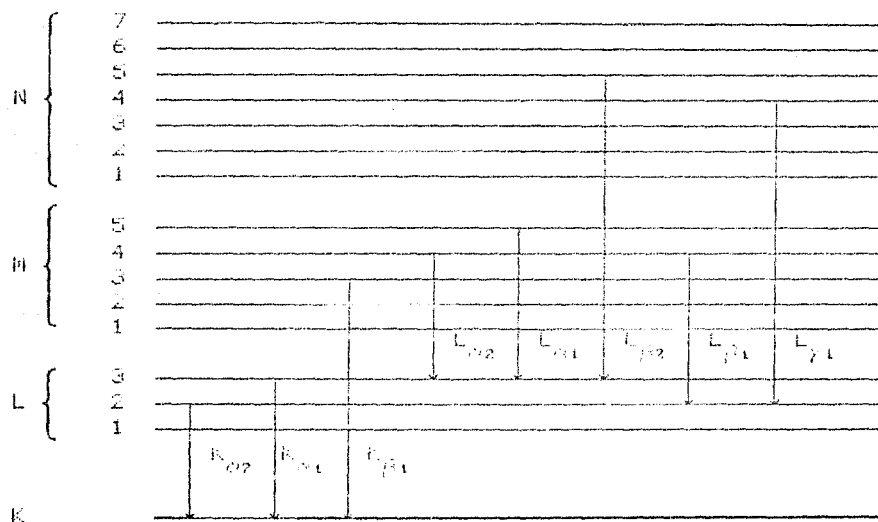
Cada elemento emite un fotón de rayos X característicos que es recibido por el detector, el cual, a su vez, emite un pulso de amplitud proporcional a la energía del fotón. Después de pasar por un pre-amplificador y por un amplificador, los pulsos enviados por el detector se acumulan en un analizador multicanal.

Cuando un electrón externo pasa a ocupar una vacancia en una capa interna, además de la emisión del fotón de rayos X correspondiente, se crea una vacancia en la capa ocupada previamente por el electrón. A su vez, esta vacancia será llenada por otro electrón más externo, se emitirá el fotón que corresponde a esta transición y así sucesivamente.

Si la transición del electrón externo es hacia la capa K, se dice que se emiten rayos X K del elemento correspondiente. Específicamente, si el electrón pasa de la subcapa L_3 a la capa K, en el espectro de energías se observa la llamada línea $K_{\alpha 1}$ del elemento. La línea $K_{\beta 1}$ se emite cuando la transición es de la subcapa M_3 a la capa K.

De manera análoga se obtienen las líneas L o rayos X L cuando las vacancias en la capa L son ocupadas por electrones de capas más externas.

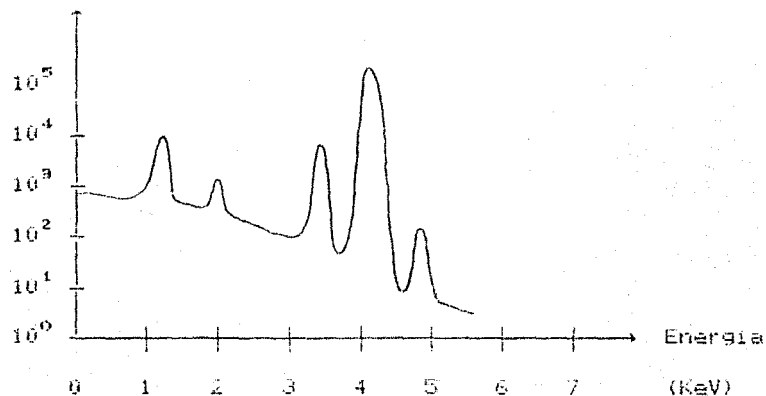
Así, para cada transición, la notación utilizada consiste de una letra mayúscula que designa a la capa con la vacancia (K,L,M) y de un subíndice ($\alpha, \beta, \gamma, \dots$) para el electrón que llega a ocupar la vacancia, de acuerdo a la intensidad relativa de los rayos X (Figura 2).



* Fig.2.- Transiciones correspondientes a las líneas de rayos X *

Un típico espectro de rayos X característicos consiste de una serie de picos superpuestos sobre un fondo continuo de radiación o *background*. Cada pico corresponde a una transición entre niveles electrónicos de un átomo determinado (Figura 3).

de cuentas



* Fig.3.- Típico espectro de rayos X *

Los picos de rayos X característicos permiten la identificación de los elementos presentes en la muestra estudiada, ya que cada elemento tiene su propia estructura de niveles de energía o transiciones permitidas.

Para determinar la concentración o abundancia de un elemento es necesario calcular el área de los picos correspondientes. Una manera de hacerlo es sumar las cuentas de todos los canales bajo un pico dado y restar la contribución debida al ruido.

El ruido (background) puede limitar la observación de los picos de rayos X provenientes de los elementos menos abundantes en la muestra, si la concentración de éstos es demasiado baja. Una de las mayores fuentes de ruido es el *bremsstrahlung*, es decir, la radiación producida por el frenamiento del proyectil al atravesar la muestra.

Una vez calculadas las áreas de los picos, estas deben ser relacionadas con el número total de rayos X característicos producidos por un elemento en particular. Dicha radiación está compuesta tanto por los rayos X primarios provocados por los protones, como por los rayos X secundarios producidos al haber ionización por parte de los mismos rayos X primarios.

En el capítulo III se explicaran una serie de importantes mecanismos que intervienen en el proceso de ionización de un átomo y la posterior emisión de rayos X característicos. Estos últimos deben ser cuantificados para poder determinar la concentración en la muestra del elemento que los produce. Entre estos mecanismos se encuentran:

- * el frenamiento que sufren los iones al atravesar la muestra;
- * la probabilidad de que un proyectil ionice algún átomo de la muestra (sección eficaz de ionización);
- * la desexcitación mediante la emisión de un fotón de rayos X;
- * la atenuación de los rayos X al cruzar la muestra.

El método 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. Al utilizar un haz de protones el daño que sufre la muestra es mínimo comparado con el provocado por iones más pesados.

Además, PIXE es multi-elemental, o sea, permite analizar simultáneamente los elementos (con número atómico $Z \geq 13$) presen-

tes en la muestra, a partir de un único espectro. Por otra parte, PIXE llega a detectar trazas de elementos, lo que lo hace un método de análisis muy sensible.

Todas estas ventajas hacen de PIXE un método analítico muy utilizado en un gran número de aplicaciones prácticas. Puesto que es posible detectar rayos X provenientes de profundidades importantes, PIXE se ha convertido en una técnica muy útil en el análisis de muestras de gran espesor. En la actualidad, PIXE permite el estudio de la composición de tejidos biológicos, de piezas arqueológicas y geológicas, de muestras metalúrgicas, etc. con resultados bastante satisfactorios [2].

2) ESPECTROSCOPIA DE ELECTRONES AUGER (AES)

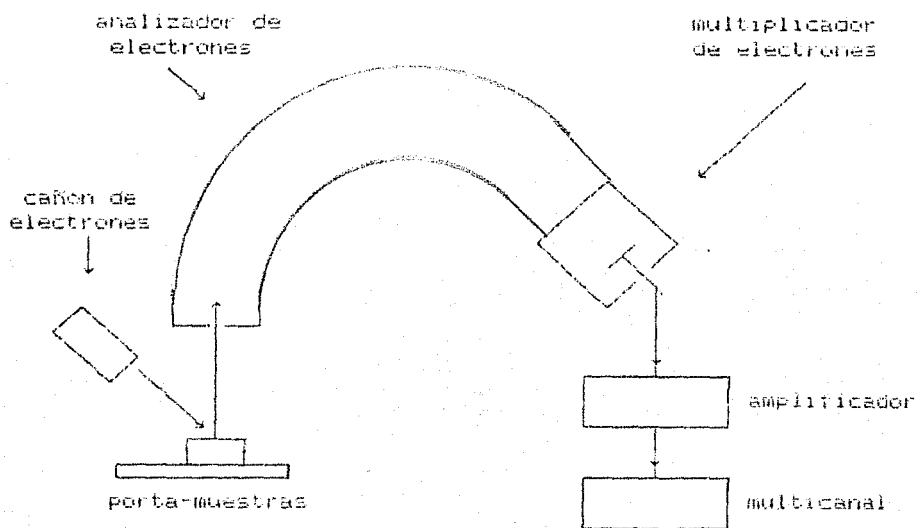
Como ya se dijo, cuando un átomo es ionizado en una de sus capas internas, un electrón de alguna capa más externa llena la vacancia y se libera el exceso de energía mediante la emisión de un fotón de rayos X, el cual es característico del elemento. Sin embargo, también es posible liberar esta energía mediante la emisión de un electrón. Este proceso se conoce como Efecto Auger y la energía del electrón Auger es también característica del elemento emisor.

Considerase un átomo con una vacancia inicial en la capa K, la cual se llena con un electrón de la capa L. El átomo libera la energía debida a la transición K-L mediante la emisión de un electrón de la capa L o M. De este proceso resulta un átomo doblemente ionizado LL, es decir, con 2 vacancias en la capa L, una de ellas creada al llenarse la vacancia original en la capa K y la otra debida al efecto Auger. Se acostumbra decir que el átomo está en el estado KLL o KLM.

El efecto Auger es más común en elementos con número atómico pequeño, ya que los electrones están menos ligados. Por la misma razón, es más notorio para la serie L que para la K.

Como consecuencia del efecto Auger, solo una fracción de los átomos ionizados se desexcita mediante la emisión de un fotón de rayos X. Sea ω_K la fluorescencia de rayos X K, es decir, el cociente entre el número de fotones emitidos de todas las líneas en la serie K, en la unidad de tiempo y el número total de vacancias creadas en la capa K durante el mismo tiempo. Entonces, la fluorescencia o producción de electrones Auger es igual a $1 - \omega_K$.

El dispositivo experimental utilizado para el análisis de electrones Auger consiste esencialmente de una fuente para la excitación de electrones Auger, un sistema de vacío, un analizador de energías de los electrones Auger y un sistema de detección y medida (Figura 4).



* Fig.4.- Dispositivo Experimental *

En general, se utiliza como fuente de excitación un cañon de electrones. El haz de electrones, al incidir sobre la muestra, además de producir electrones Auger, origina muchos electrones secundarios y dispersados. Todos estos electrones provenientes de la muestra entran en el analizador de energías. Esto los separa de acuerdo a su energía, al hacerlos pasar a través de 2 placas cargadas, curvas y paralelas. Para un potencial determinado entre las placas, únicamente los electrones con una cierta velocidad pasarán a través del analizador.

El voltaje aplicado se varía de manera continua y uniforme, permitiendo el paso en secuencia de electrones con energías distintas. Los electrones que logran salir del analizador entran en el multiplicador de electrones, donde cada electrón produce un

pulso de salida de 10^6 o mas electrones. El pulso es amplificado y diferenciado electronicamente y finalmente se obtiene un espectro, a partir del cual es posible cuantificar la presencia de determinado elemento en la muestra.

Generalmente se usa el haz de electrones con energia cercana a los 2.5 KeV, con el fin de obtener el maximo numero de electrones Auger. Este haz pueda penetrar hasta una profundidad considerable en la muestra y producir electrones Auger; estos, sin embargo sufren una gran cantidad de colisiones al atravesar la muestra y dificilmente logran salir y ser detectados. Entonces, en la práctica, solo pueden detectarse los electrones Auger que provienen de una profundidad maxima de 10 a 30 Å. Por lo tanto AES es una tecnica muy utilizada para el analisis de superficies (3).

El numero de electrones bajo un cierto pico de energia que caracteriza al elemento que lo origina, nos permite cuantificar la concentracion de dicho elemento en la muestra. Puesto que el efecto Auger es mas importante para elementos ligeros, la espectroscopia de electrones Auger se aplica preferentemente a muestras que contengan estos elementos.

3) RETRODISPERSION DE RUTHERFORD (RBS)

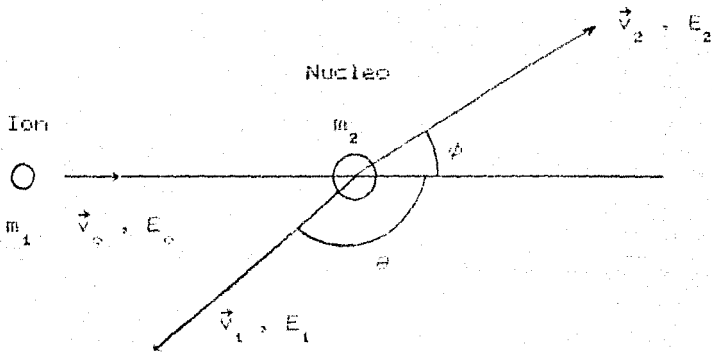
El método RRS o de Retrodispersion de Rutherford es un método analítico muy utilizado para determinar la composición de una muestra. Cuando un haz de iones positivos incide sobre una muestra de espesor considerable, solo los iones dispersados o desviados hacia atrás (a ángulos mayores de 90° respecto a la dirección del haz incidente) pueden ser detectados, por lo que reciben el nombre de iones retrodispersados. La energía retenida por estos iones después de la colisión es única para cada uno de los posibles átomos que constituyen la muestra, lo cual permite identificarlos al medir esta energía (4).

Un haz de protones u otro tipo de iones positivos incide sobre la muestra colocada en el interior de una cámara de dispersión, a un vacío de alrededor de 10^{-6} torr. Algunos de estos iones llegan a acercarse a tal punto al núcleo de algún átomo de la muestra, que son deflectados. Esta desviación se explica por la fuerza repulsiva de origen coulombiano entre el ion y el núcleo positivo.

La interacción entre el ion y el núcleo puede ser descrita como una simple colisión elástica entre 2 partículas aisladas. Supongamos que un proyectil de masa m_1 , velocidad v_0 y energía E_0 , incide sobre un átomo de masa m_2 , que se encuentra en reposo, respecto a un sistema de referencia fijo en el laboratorio.

Al chocar, el proyectil transmite parte de su momento y de su energía al átomo y además es desviado por éste un ángulo θ (ángulo de dispersión, medido en el sistema del laboratorio). Después

de la colisión, las velocidades del proyectil y del átomo son v_1 y v_2 , respectivamente.



* Fig.5. - Colisión elástica entre un ion y un núcleo *

Como se trata de una colisión elástica, los principios de conservación del momento lineal y de la energía son válidos. Entonces se encuentra que:

$$m_1 v_0^2 = m_1 v_1^2 + m_2 v_2^2 \quad (1)$$

$$m_1 v_0 = m_1 v_1 \cos\theta + m_2 v_2 \cos\phi \quad (2)$$

$$0 = m_1 v_1 \sin\theta - m_2 v_2 \sin\phi \quad (3)$$

Eliminando ϕ y luego v_2 , se obtiene que:

$$v_1 / v_0 = [(m_2^2 - m_1^2 \sin^2\theta)^{1/2} + m_1 \cos\theta] / (m_1 + m_2)$$

Se define el factor cinemático K como el cociente entre las energías E_1 y E_0 del proyectil después y antes de la colisión elástica, respectivamente: $K = E_1 / E_0$, o sea,

$$K = \frac{\left\{ \left[1 - (m_1/m_2)^2 \sin^2 \theta \right]^{1/2} + (m_1/m_2) \cos \theta \right\}^2}{\left[1 + (m_1/m_2) \right]^2} \quad (4)$$

La ecuación (4) indica que la energía de retrodispersión E_1 retenida por un proyectil de masa m_1 , que es dispersado un ángulo θ después de la colisión, solo depende de la masa m_2 del átomo blanco. Así, para m_1 , E_0 y θ dados y midiendo E_1 , se puede encontrar la masa m_2 mediante el factor cinemático $K = K(m_2)$.

Como ya se dijo, la dispersión puede explicarse mediante un tratamiento clásico de la interacción coulombiana entre el ion incidente y el núcleo. Así, la sección eficaz diferencial de dispersión $d\sigma/d\Omega$ queda correctamente descrita por la fórmula de Rutherford, en coordenadas del laboratorio (4):

$$d\sigma/d\Omega = \left[\frac{Z_1 Z_2 e^2}{2E \sin^2 \theta} \right]^2 \frac{\left[m_2 \cos \theta + (m_2^2 - m_1^2 \sin^2 \theta)^{1/2} \right]^2}{m_2 (m_2^2 - m_1^2 \sin^2 \theta)^{1/2}} \quad (5)$$

donde Z_1 y Z_2 son los números atómicos del proyectil y del átomo blanco respectivamente y E es la energía del proyectil inmediatamente antes de la colisión.

La probabilidad de que ocurra la dispersión nos la da la sección eficaz diferencial de dispersión y, por lo mismo, $d\sigma/d\Omega$ nos permite hacer un análisis cuantitativo a partir del número de iones retrodispersados.

La sección eficaz de dispersión es proporcional a Z_2^2 , por lo que la probabilidad de que haya iones retrodispersados es mayor cuando la muestra contiene elementos de número atómico grande. Por tanto, la sensibilidad de RBS para detectar elementos pesados es más alta que para ligeros.

Sin embargo, existe la desventaja de que la resolución de RBS para distinguir la diferencia entre las masas atómicas de 2 elementos pesados es baja, ya que el factor cinemático K no varía considerablemente cuando se trata de 2 masas muy semejantes. Se puede mejorar la resolución de RBS para elementos pesados si se utilizan proyectiles más pesados, pero el daño que sufre la muestra es mayor.

El dispositivo experimental usado para RBS es parecido al de PIXE, pero con la diferencia de que se usa un detector de partículas (detector de barrera superficial). Este se encuentra colocado en el interior de la cámara de dispersión, a un ángulo θ (cercano a 180°), respecto a la dirección del haz incidente.

En el multicanal se obtiene el espectro de energías de RBS, en el cual se grafica el número de iones retrodispersados, a un cierto ángulo θ , en función de su energía de retrodispersión E_1 (canales desde 0 hasta la energía incidente E_0). La concentración de un elemento en la muestra se determina a partir de la altura de sus señales (las cuentas generadas por el elemento dado).

Al atravesar la muestra, el proyectil pierde parte de su

energía al ionizar y excitar átomos de la muestra. Cuando encuentra un núcleo y es retrodispersado, el proyectil también pierde energía durante su recorrido hacia el detector. Este fenómeno permite determinar la profundidad alcanzada por el proyectil dentro de la muestra, al medir cuánta energía ha perdido. Por lo tanto, el método RBS es muy utilizado para obtener la concentración de la muestra en función de la profundidad (perfiles de concentración) [5].

La exactitud de un análisis cuantitativo con RBS, disminuye cuando se trata de compuestos que contienen elementos pesados y ligeros, debido a que las señales de los elementos ligeros están siempre superpuestas a las señales de los pesados. Por tanto, el método RBS no es muy útil para analizar muestras compuestas. En este caso se utiliza preferentemente el método PIXE. Por lo mismo, se acostumbra decir que RBS y PIXE son técnicas analíticas que se complementan.

4) ESPECTROSCOPIA DE MASAS DE IONES SECUNDARIOS (SIMS)

La espectroscopia de masas de iones secundarios (SIMS) es otra técnica analítica que permite conocer la composición de una muestra. La información se obtiene a partir de las partículas car-

gads que son expulsadas de la superficie de la muestra, después de que esta ha sido bombardeada por un haz de iones monoenergéticos. Estas partículas son detectadas por espectrometros de masas de gran sensibilidad, que hacen de SIMS un método muy utilizado para realizar análisis, tanto de la superficie como del interior de un sólido [5].

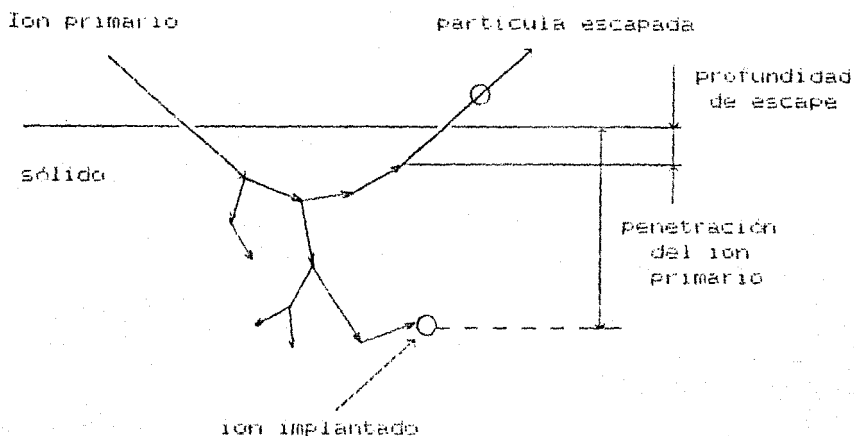
Al incidir sobre una muestra sólida, un ion monoenergético puede ser retrodispersado por algún átomo de la superficie o puede atravesar cierta profundidad en la muestra. En caso de penetrar, el ion transmite su energía y su momento a átomos de la muestra, por medio de colisiones elásticas e inelásticas.

Al chocar, el ion incidente cede parte de su momento a un átomo estacionario, el cual, a su vez, es capaz de hacer lo mismo con otro átomo de la muestra (Figura 6). De manera análoga, se siguen produciendo colisiones entre los demás átomos de la muestra, hasta que, finalmente, hay alguno que logra salir del sólido. A este mecanismo de escape de átomos se le conoce como *Sputtering* o erosión iónica.

El fenómeno de *Sputtering* se produce cuando los átomos dispersados, en la superficie de la muestra o muy cerca de ella (profundidad $\leq 50 \text{ \AA}$), tienen la dirección y la energía necesarias para escapar del sólido.

Los átomos que logran abandonar el sólido (*sputtered atoms*) pueden ser neutros, cargados (iones secundarios positivos o negar-

tivos) o en un estado excitado. Después de varios choques, el proyectil incidente se detiene y queda en el interior de la muestra como un ion implantado.



* Fig.6.- Mecanismo Sputtering *

En general, las partículas que escapan de la muestra lo hacen desde la superficie hasta profundidades del orden de 20 Å. Esta profundidad de escape depende de diversos parámetros, como son: la energía del ion primario, los números atómicos y las masas de éste y de los átomos de la muestra, así como las energías atómicas de amarre en el sólido (6).

Los proyectiles más usados para bombardear una muestra son iones de argón y de oxígeno (Ar^+ , O_2^+ , O^+). Generalmente, los iones de oxígeno provocan una mayor producción de iones secundarios (7).

Si la energía del ion primario es menor que 1 MeV, la mayoría de los desplazamientos atómicos ocurren en la superficie de la muestra o cerca de ella y no a una profundidad importante ($\geq 50 \text{ \AA}$) en el sólido.

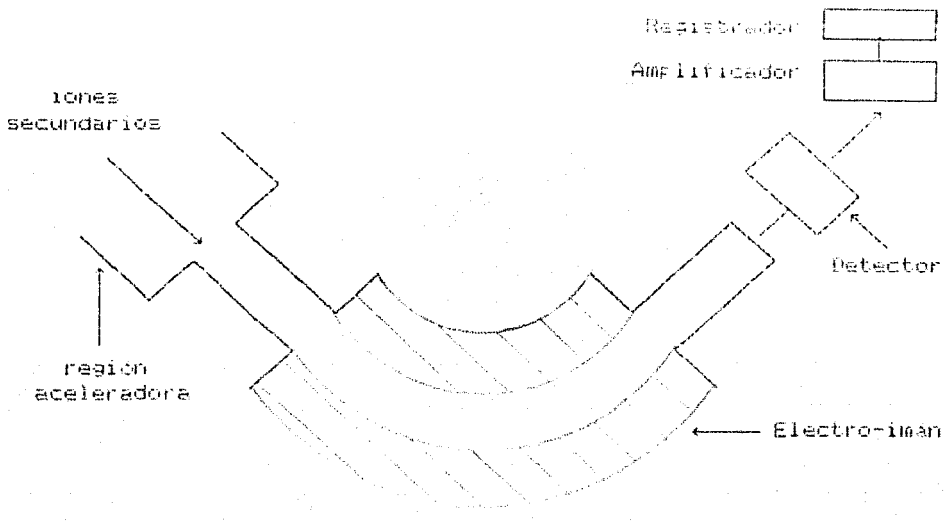
Para análisis a profundidades importantes, se utilizan iones incidentes más energéticos para remover capas atómicas sucesivas, mientras que se analizan los electrones Auger o los iones secundarios emitidos por la muestra. Esto significa que el sputtering es un proceso destructivo. Las ventajas y limitaciones de AES y SIMS hacen que sean técnicas analíticas complementarias.

Los iones secundarios emitidos por la muestra son analizados mediante un espectrografo de masas (Figura 7). Los iones de masa m y de carga q , al pasar a través de un campo eléctrico acelerador, alcanzan una velocidad v que puede expresarse en términos del voltaje acelerador V y de la energía cinética del ion cuando abandona el campo eléctrico:

$$\frac{1}{2} m v^2 = q V \quad (6)$$

Si posteriormente estos iones entran en un campo magnético uniforme B , perpendicular a la velocidad v de los iones, describirán trayectorias circulares. El radio de la circunferencia está dado por:

$$r = m v / q B \quad (7)$$



* Fig.7.- Espectrografo de masas *

Sustituyendo de (6) la velocidad v , se obtiene el radio r en funcion del cociente carga-masa q/m de los iones:

$$r = \frac{\sqrt{2V}}{B \sqrt{q/m}} \quad (8)$$

Solamente aquellos iones que sigan una trayectoria que coincida con el arco del tubo analizador en el campo magnetico serán dirigidos hacia el detector. Los iones con distinto cociente q/m chocarán con el tubo, el cual está conectado a tierra. Así, los iones serán neutralizados y podrán ser bombeados al exterior del sistema, junto con átomos no ionizados y fragmentos no cargados.

De esta manera, el campo magnetico separa y discrimina los iones de acuerdo a su cociente q/m . Los distintos iones serán co-

lectados según las condiciones de operación dadas por:

$$q / m = 2 V / B^2 r^2 \quad (9)$$

Se puede obtener un espectro de masas al variar de manera continua y uniforme el voltaje acelerador o la intensidad del campo magnético. Usualmente, el voltaje se varía y el campo se mantiene fijo y cada específico q/m , desde elementos ligeros hasta pesados, se dirige sucesivamente hacia el detector.

SIMS alcanza sensibilidades de hasta 1 ppm (una parte por millón) bajo condiciones favorables. Además, permite detectar elementos con número atómico pequeño. Por lo tanto, SIMS es muy utilizado para realizar análisis de superficies y para obtener perfiles de concentración, así como para la caracterización de trazas de elementos en sólidos.

5) ANÁLISIS POR ACTIVACION

El análisis por activación es una técnica que consiste en hacer incidir un haz (partículas cargadas o neutrones) lo suficientemente energético sobre una muestra y provocar reacciones nucleares. Las radiaciones resultantes de este bombardeo son caracte-

terísticas y permiten identificar a los elementos presentes en la muestra.

Generalmente, los proyectiles utilizados para inducir reacciones nucleares son: protones, deuterios, tritios, ^3He y partículas α y sus energías varían entre 1 y 5 MeV. Las reacciones nucleares que el haz incidente puede inducir dependen de la energía del haz y de los elementos que constituyen el proyectil y la muestra.

Para que la reacción nuclear ocurra, el haz incidente debe tener la suficiente energía para superar a la energía potencial electrostática debida al núcleo de algún átomo de la muestra. Esta energía potencial es proporcional a $Z_1 Z_2 / r$, donde Z_1 y Z_2 son los números atómicos del proyectil y del átomo blanco, respectivamente y r es la distancia de interacción (3).

Al producirse la reacción nuclear, el núcleo queda activado, es decir, la colisión entre el proyectil y el núcleo ha transformado a este último en un núcleo radiactivo. Las radiaciones emitidas por el núcleo radiactivo son características del elemento que las produce. La identificación del núcleo radiactivo mediante el análisis de las radiaciones que emite es posible gracias a la existencia de niveles de energía atómicos y nucleares propios para cada elemento.

Una reacción nuclear entre un proyectil de masa m_1 y un núcleo estacionario de masa m_2 puede dar lugar a partículas distin-

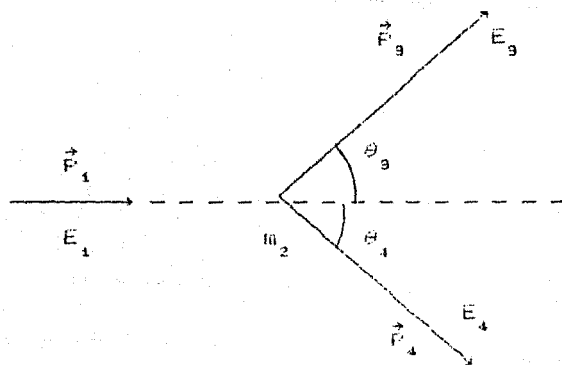
tas de masas m_3 y m_4 , donde m_3 representa a la radiación emitida, que puede ser una partícula radiactiva o un rayo γ y m_4 es el núcleo residual o fragmentado (Figura 8).

Puesto que sólo fuerzas internas están involucradas en una colisión, tanto el momento lineal como la energía total del sistema se conservan. Entonces, se tiene:

$$P_1 = P_3 + P_4 \quad (10)$$

$$E_1 + E_{12} = E_3 + E_4 + E_{34} \quad (11)$$

donde E_1 , E_3 y E_4 son, respectivamente, las energías cinéticas del proyectil incidente y de las partículas resultantes y E_{12} y E_{34} son las energías potenciales internas, antes y después de la colisión.



* Fig.8.- Mecanismo de una Reacción Nuclear *

Se define el valor Q de la reacción como:

$$Q = E_3 + E_4 - E_1 = E_{12} - E_{34} \quad (12)$$

Por lo que Q es igual a la diferencia entre las energías cinéticas final e inicial o entre las energías potenciales internas inicial y final. Q es la energía absorbida en la reacción y representa la diferencia entre las energías totales (en reposo) del sistema, antes y después de la reacción, es decir:

$$Q = (m_1 + m_2) c^2 - (m_3 + m_4) c^2 \quad (13)$$

donde c es la velocidad de la luz.

Si $Q > 0$, se dice que la reacción es exoenergética, mientras que si $Q < 0$, es endoenergética.

A partir de las ecuaciones de conservación se obtiene la siguiente expresión no-relativista para la energía E_3 de la partícula de masa m_3 emitida en la reacción (8):

$$E_3 = \frac{m_1 m_3 E_1}{(m_3 + m_4)^2} \left\{ 2 \cos^2 \theta_3 + \frac{m_4 (m_3 + m_4)}{m_1 m_3} \left\{ \frac{Q}{E_1} + 1 - \frac{m_1}{m_4} \right\} + 2 \cos \theta_3 \left[\cos^2 \theta_3 + \frac{m_4 (m_3 + m_4)}{m_1 m_3} \left\{ \frac{Q}{E_1} + 1 - \frac{m_1}{m_4} \right\} \right]^{1/2} \right\} \quad (14)$$

Así, para una reacción dada y para una energía y un ángulo determinados, el espectro de energías dependerá de los posibles valores Q de la reacción.

Si el núcleo residual m_4 es dejado en un estado de energía excitado, Q tendrá un valor inferior al valor que tendría si m_4 fuera dejado en su estado base. La diferencia entre estos valores es igual a la diferencia entre las energías del estado excitado y del estado base.

Como los estados excitados están bien definidos, el espectro de energías E_9 mostrará una serie de picos estrechos que corresponden a cada uno de los estados excitados del núcleo residual. De esta manera, el espectro de E_9 resulta ser característico de los posibles valores Q de la reacción o, equivalentemente, de los estados excitados del núcleo residual.

Por lo tanto, el espectro de energías caracteriza a la reacción que acaba de ocurrir y puede usarse para identificar la presencia en la muestra de un isótopo elemental dado.

La radiación nuclear, rayos γ o partículas cargadas, se mide con detectores que producen un pulso de voltaje proporcional a su energía. Generalmente, para los rayos γ se utilizan detectores de centelleo y para las partículas cargadas, detectores de estado sólido. El espectro característico se produce al acumular los pulsos enviados por el detector en un analizador multicanal. En este espectro, las energías y las intensidades (número de cuentas) de las radiaciones observadas son características de la reacción nuclear que las produjo.

Por lo tanto, esta técnica permite realizar análisis cuali-

tativos y cuantitativos sobre las muestras estudiadas. A pesar de su alto costo, el análisis por activación ofrece ventajas como una alta sensibilidad y buena exactitud.

6) ABSORCION ATOMICA

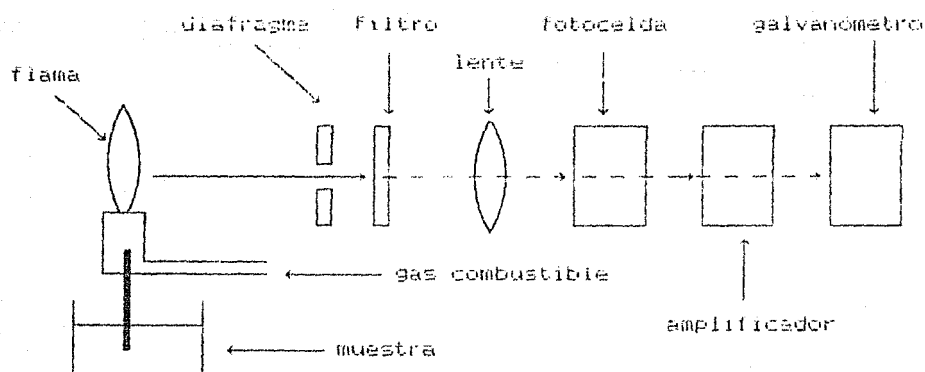
Otro método que permite realizar estudios sobre la composición de una muestra es la absorción atómica o fotometría de flamas (*flame photometry*). Esta técnica de análisis se basa en la medición directa de las radiaciones producidas por la muestra, después de que ésta ha sido calentada por una flama. La medición fotométrica depende de las concentraciones de los elementos presentes en la muestra. Por lo tanto, para el análisis cuantitativo es necesario encontrar la relación existente entre la concentración del elemento y la intensidad de la radiación producida por éste [9].

Cuando una muestra se calienta por medio de una flama, hay suficiente energía para excitar a la mayoría de los átomos que la constituyen. Estos se desexcitan emitiendo radiaciones de distintas longitudes de onda, que son características de los elementos que las producen. De esta manera, al detectar estas radiaciones, es posible identificar a los elementos de la muestra calentada.

Por otra parte, el análisis cuantitativo requiere la medición de la energía de las radiaciones. Así, la intensidad de las emisiones permite determinar la concentración de los elementos en la muestra.

El dispositivo experimental consiste principalmente de sistemas de emisión, de selección y de detección y medida de las radiaciones (Figura 9).

El elemento más importante del sistema de emisión es la flama. Ésta se alimenta por un gas con alta temperatura de combustión. Los gases más utilizados son: acetileno, propano, butano e hidrógeno. Las temperaturas alcanzadas por la flama están comprendidas entre los 1700 y los 3200 °C.



* Fig.9.- Dispositivo Experimental *

Normalmente, la muestra se quema en la parte incolora de la flama. Las muestras estudiadas deben ser líquidas o presentarse en

solución acuosa (en la que los elementos de la muestra original están en estado iónico). Como resultado de la energía térmica de la flama, que causa la excitación de los átomos de los elementos en la solución, se produce la emisión de radiaciones características para cada elemento.

Generalmente, la solución contiene varios elementos, por lo que es necesario seleccionar las radiaciones emitidas por cada uno de ellos. Con este fin, se utilizan filtros o monocromadores, que separan las distintas líneas del espectro de emisión. Además, las radiaciones pueden ser concentradas con ayuda de diafragmas y lentes, antes de llegar al sistema de detección.

Después de separar las líneas de emisión de los distintos elementos en la muestra, la intensidad de las radiaciones debe ser cuantificada. Para esto, la radiación seleccionada debe incidir sobre un elemento foto-sensible, como una fotocelda o un tubo foto-multiplicador.

La energía de la radiación incidente es transformada por el elemento foto-sensible en un pulso eléctrico, el cual, a su vez, pasa a un amplificador. La intensidad de la radiación emitida, o lo que es lo mismo, la amplitud del pulso eléctrico, depende del volumen de solución colocado en la flama por unidad de tiempo y de la concentración, en la solución, de cada elemento analizado.

Debido a que la energía proporcionada por la flama es limitada, la absorción atómica no puede aplicarse a todos los elemen-

tos. Por otra parte, una muestra sólida tiene que ser necesariamente destruida para ser analizada.

Si se varían de manera adecuada las condiciones de excitación (gas combustible, temperatura de la flama, etc), el método se puede extender a un gran número de elementos metálicos. En este caso, la absorción atómica es lo suficientemente sensible para determinar cuantitativamente su presencia en soluciones muy diluídas.

CAPITULO II

SECCION EFICAZ DE IONIZACION

Como se dijo anteriormente, el metodo FINE se basa en la medición de los rayos X característicos emitidos por los átomos de la muestra, después de que estos han sido ionizados. Un átomo se ioniza cuando se le crea una vacancia en alguna de sus capas electrónicas. Si la vacancia se encuentra en una capa interna, el átomo, al desexcitarse, emite un fotón cuya longitud de onda corresponde a los rayos X. Por tanto, en este capítulo, trataremos de estudiar las colisiones atómicas que conducen a la producción de vacancias en capas internas.

La creación de vacancias en capas internas es un mecanismo que puede visualizarse como una interacción coulombiana entre el ion incidente y el electrón ligado al átomo. La probabilidad de que este fenómeno ocurra nos la da la sección eficaz de ionización σ .

La sección eficaz de ionización se puede obtener por medio de tratamientos cuánticos o clásicos del problema. Uno de los mo-

de los cuanticos propuestos para explicar la creación de vacancias es la aproximación de onda plana de Born (PWBA). Este modelo considera que tanto la partícula incidente, como la dispersada pueden ser descritas mediante ondas planas (10).

También es posible explicar clásicamente el proceso de ionización de capas internas. La colisión entre un proyectil y un átomo complejo puede verse como el encuentro binario entre el proyectil y un electrón en una capa en particular. El resto del átomo blanco se considera simplemente como el medio pasivo en el que el electrón se mueve. Este tipo de modelo se conoce como la aproximación de encuentro binario (BEA) (11).

El hecho de utilizar una descripción clásica para explicar el mecanismo que conduce a la ionización de capas internas es razonable. Considerese una interacción coulombiana no relativista entre 2 partículas cargadas, una de las cuales se encuentra en reposo. En este caso, la sección eficaz diferencial de dispersión que se obtiene es siempre la misma, sin importar si esta se calcula de manera clásica o cuántica usando la primera aproximación de Born. Así, la sección diferencial de dispersión elástica está dada por la fórmula de Rutherford:

$$\frac{d\sigma}{d\Omega} = \left[\frac{Z_1 Z_2 e^2}{4 E_r \sin^2(\theta/2)} \right]^2, \quad (15)$$

donde Z_1 y Z_2 son los números atómicos del proyectil y del blanco, $E_r = \mu v_1^2 / 2$ es la energía relativa del proyectil, μ es la masa

reducida del sistema, e es la carga elemental y θ es el ángulo de dispersión en el sistema del centro de masa.

Si la energía inicial del proyectil es E_1 , le puede transferir una energía T al blanco de masa m_2 :

$$T = 4 \mu E_1 \sin^2(\theta/2) / m_2 \quad (16)$$

En el caso de una colisión frontal ($\theta = 180^\circ$), la energía transferida es máxima y entonces:

$$T = T_m \sin^2(\theta/2) \quad , \quad \text{con} \quad T_m = 4 \mu E_1 / m_2 \quad (17)$$

Puesto que el electrón está ligado al átomo, para ionizarlo el proyectil debe transferirle una energía mayor o igual a la energía de ionización I . Entonces, para crear la vacancia, la energía transferida al electrón debe estar comprendida entre los valores I y T_m . De esta manera, la probabilidad de ionizar al átomo blanco se puede dar por una sección eficaz para transferir una energía entre I y T_m :

$$\sigma_i = \int_I^{T_m} \left[\frac{d\sigma}{dT} \right] dT \quad (18)$$

Teniendo en cuenta que $d\Omega / dT = 4 \pi / T_m$, y sustituyendo la fórmula de Rutherford en (18), se obtiene la sección eficaz de ionización (12):

$$\sigma_I = \frac{4 \pi Z_1^2 e^2}{m v^2} \left[\frac{1}{1} - \frac{1}{1 + \frac{v_1^2}{v^2}} \right] \quad (19)$$

Si se introducen 2 parametros adimensionales Θ y η , definidos como [10]:

$$\eta = \frac{v_1^2}{v^2} = \frac{40.32 E_1 \text{ (MeV)}}{Z_2^2 m_1 \text{ (uma)}} \quad , \quad (20)$$

$$\Theta = \frac{I}{I_H} \quad , \quad (21)$$

donde v es la velocidad del proyectil y v_1 es la velocidad media del electron en la capa K, $v_1 = Z_2 e^2 / h$, I e I_H son las energias de ionizacion del atomo blanco y de un atomo hidrogenoide con el mismo numero atomico Z_2 , respectivamente.

Si suponemos que la masa del proyectil es mucho mayor que la del electron, es decir, que $T_m \cong 2 m_2 v_1^2$, la seccion eficaz de ionizacion queda:

$$\sigma_I = \frac{4 \pi a_2^2 Z_1^2}{\Theta^2 Z_2^2} \left(\frac{\Theta}{\eta} \right) \left[1 - \frac{\Theta}{4 \eta} \right] \quad , \quad (22)$$

donde $a_2 = h^2 / m_2 Z_2 e^2$ es el radio de Bohr para la capa K.

De la ecuacion (22) observamos que la seccion eficaz de ionizacion es practicamente independiente de la masa m_1 del proyectil. Asi, un parametro que influye en el proceso de ionizacion es

la velocidad del proyectil y no su energía.

La sección reducida de ionización clásica está dada por:

$$\sigma_R^C = \frac{\sum_2^2 \phi^2}{\sum_1^2 B_2^2} \sigma_I = 4 \pi \left(\frac{\phi}{v} \right) \left(1 - \frac{\phi}{4v} \right) \quad (23)$$

La función σ_R^C solo depende de la variable ϕ/v , por lo que puede decirse que presenta un carácter universal, ya que σ_R^C es la misma para cualquier combinación proyectil-blanco.

A partir de la ecuación (23) encontramos que la sección eficaz de ionización se anula cuando $4v / \phi < 1$. Esta condición corresponde aproximadamente a $v_1 < v_0/2$ [12]. Esto significaría que no es posible ionizar con proyectiles con velocidades v_1 tales que $v_1 < v_0/2$. Sin embargo, de acuerdo a resultados experimentales, la ionización puede llevarse a cabo usando proyectiles con velocidades v_1 del orden del 2% de la velocidad media v_0 del electron atómico.

La discrepancia entre los resultados experimentales y el modelo propuesto se debe a que este se simplificó demasiado, al considerar que el electron estaba en reposo. Sin embargo, en algunos casos, su velocidad es mucho mayor que la del proyectil.

Teniendo en cuenta lo anterior, consideremos una colisión frontal de un proyectil de masa m_1 y velocidad v_1 con un electron (m_2 y v_2). A partir de la conservación de la energía y del momento

lineal, se encuentra que la máxima energía que el proyectil pueda transferir al electrón es:

$$T_m = \frac{2 m_1 m_2}{(m_1 + m_2)^2} (v_1 + v_2) (m_1 v_1 - m_2 v_2) \quad (24)$$

Si suponemos que $v_1 \gg v_2$ y que la masa del proyectil es mucho mayor que la del electrón, $m_1 v_1 \gg m_2 v_2$, entonces:

$$T_m \approx 2 m_2 v_2 v_1 \quad (25)$$

Por tanto, notamos que es posible lograr grandes transferencias de energía entre partículas masivas de baja velocidad y electrones, con la condición de que estos tengan alta velocidad. Para que haya ionización, la velocidad v_1 del proyectil debe cumplir:

$$v_1 \geq I / 2 m_2 v_2 \quad (26)$$

donde I es la energía de ionización del electrón.

Siguiendo un esquema análogo al que se usó en el caso del electrón en reposo, se ha desarrollado la aproximación clásica de encuentro binario, tomando en cuenta el movimiento del electrón en el átomo-blanco. Como ya se dijo, este modelo supone que el principal mecanismo que conduce a la ionización es el intercambio directo de energía entre el proyectil y el electrón ligado. Utilizando la sección eficaz para dispersión coulombiana, se puede obtener una sección diferencial $d\sigma/dE$ para un intercambio de ener-

cia ΔE entre el ion incidente y el electron.

La seccion eficaz, en el sistema de referencia del laboratorio, para una transferencia de energia ΔE , entre el proyectil incidente con velocidad \vec{v}_1 y el electron con velocidad \vec{v}_2 , promediada sobre una distribucion esfericamente simetrica de direcciones para \vec{v}_2 , esta dada por [13]:

$$\int \frac{\Delta E}{d\Delta E} \frac{d\sigma}{d\Delta E} = \frac{\pi Z_1^2 e^4}{3 v_1^2 v_2} \left(-\frac{2 v_2^3}{(\Delta E)^2} - \frac{6 v_2 / m_2}{\Delta E} \right)$$

para $0 < \Delta E < b$ (27)

$$\int \frac{\Delta E}{d\Delta E} \frac{d\sigma}{d\Delta E} = \frac{\pi Z_1^2 e^4}{3 v_1^2 v_2} \left(2 \frac{\left(\frac{v_1}{m_1}\right) - \left(\frac{v_2}{m_2}\right)}{\Delta E} + \frac{(v_2^3 - v_1^3) - (v_1^3 + v_2^3)}{(\Delta E)^2} \right)$$

para $b < \Delta E < a$ (28)

$$\int \frac{\Delta E}{d\Delta E} \frac{d\sigma}{d\Delta E} = \frac{\pi Z_1^2 e^4}{3 v_1^2 v_2} \left(-\frac{2 v_1^3}{(\Delta E)^2} \right)$$

para $\Delta E > a$ y $2 m_2 v_2 > (m_1 - m_2) v_1$ (29)

$$\int \frac{\Delta E}{d\Delta E} \frac{d\sigma}{d\Delta E} = 0$$

para $\Delta E > a$ y $2 m_2 v_2 < (m_1 - m_2) v_1$ (30)

donde:

$$v_1' = (v_1^2 - 2 \Delta E / m_1)^{1/2}$$

$$v_2' = (v_2^2 + 2 \Delta E / m_2)^{1/2}$$

$$a = \frac{4 m_1 m_2}{(m_1 + m_2)^2} \left[E_1 - E_2 + \frac{1}{2} v_1 v_2 (m_1 - m_2) \right]$$

$$b = \frac{4 m_1 m_2}{(m_1 + m_2)^2} \left[E_1 - E_2 - \frac{1}{2} v_1 v_2 (m_1 - m_2) \right]$$

La sección eficaz para expulsar un electron cuya energía de ionización es I , está dada por las ecuaciones (27), (28), (29) y (30), para un intercambio de energía entre i y T_m :

$$\sigma_i = \int_1^I \frac{d\sigma}{d\Delta E} d\Delta E \quad (31)$$

Ai promediar sobre la distribución de velocidades $f(v_2)$ de los electrones e integrando sobre todos los electrones en la subcapa, finalmente se obtiene la expresión clásica para la sección eficaz de ionización:

$$\sigma_I(v_1) = N_i \int_0^\infty \sigma_i(v_1, v_2) f(v_2) dv_2 \quad (32)$$

donde N_i es el número de electrones equivalentes con energía de amarre I .

A partir de las ecuaciones (27), (28), (29) y (30) se observa que el modelo de encuentro binario clásico tiene la ventaja de presentar una ley de escalamiento. Esto significa que si conocemos la sección eficaz $\sigma(u_3, E_1)$ para la dispersión de un electrón con energía de amarre u_3 , causado por un proton con energía E_1 , en-

tonces la sección eficaz para la dispersión de un electrón cuya energía de amarre es u_0 , está dada por:

$$\sigma(u_0, E_1^+) = (u_0^2/u_b^2) \sigma(u_0, E_1) \quad , \quad (33)$$

donde $E_1^+ = (u_b/u_0) E_1$.

Al considerar una distribución de velocidades para un átomo hidrogenoide, la ley de escalamiento que se obtiene es:

$$u^2 \sigma_1 = F(E_1/\lambda, u) \quad , \quad (34)$$

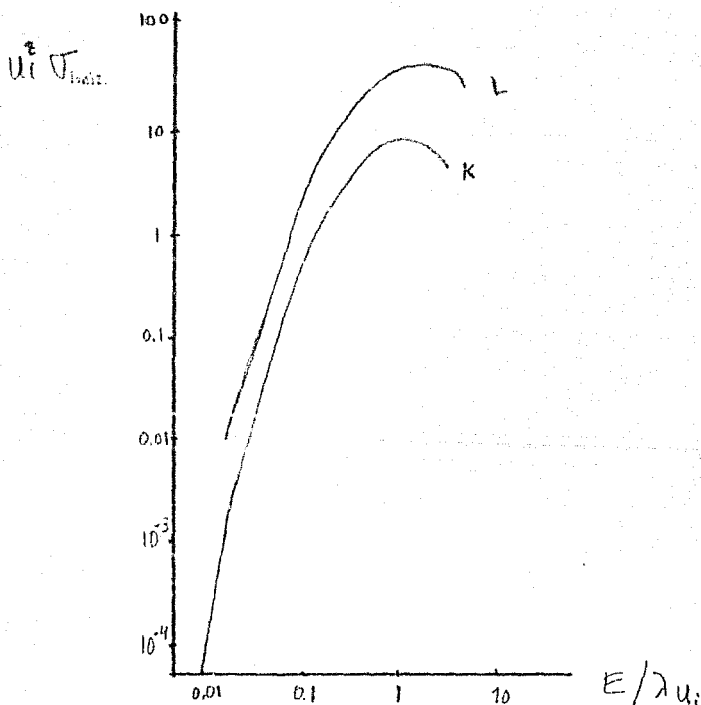
donde $\lambda = m_1/m_2$ es el cociente entre la masa del protón y la del electrón, u es la energía de amarre del electrón y E_1 es la energía del protón.

La expresión anterior nos indica que el producto del cuadrado de la energía de amarre u y la sección eficaz de ionización σ_1 , es una función universal de la energía E_1 del protón incidente, si esta se expresa en unidades de la energía de amarre. De esta manera, si graficamos $u^2 \sigma_1$ vs $E_1/\lambda u$, obtendremos la misma gráfica para cualquier átomo-blanco (Figura 1).

En la figura 1, los puntos representan valores experimentales de secciones eficaces de ionización para bombardeo con protones. Para ajustar estos puntos experimentales, en este caso se ha propuesto un polinomio de quinto grado. Las curvas son (1):

$$\log (\sigma / U_i^2) = \sum_{i=0}^5 b_i X^i \quad \text{con} \quad X = \log (E / \lambda U_i) ,$$

donde los coeficientes b_i son constantes (Tabla I), U_i es la energía de ionización para la capa i ($i = K$ o L) en eV, E es la energía del protón incidente en eV y σ es la sección eficaz de ionización, con unidades 10^{-14} cm^2 .



* Figura I.- Secciones Eficaces de Ionización *

En este trabajo tesis, para calcular el número de rayos X producidos por la línea de endodencia, las secciones eficaces de

ionización se evaluarán mediante el polinomio de quinto grado anterior (11). En el capítulo III se explicará cómo se lleva a cabo la cuantificación del número de rayos X emitidos por la lima.

	Rayos X I.	Rayos X L
b_0	2.0471	3.5082
b_1	-0.6065906	0.37123
b_2	-0.47448	-0.36971
b_3	0.007150	$-0.78535 \cdot 10^{-4}$
b_4	0.046062	$0.25063 \cdot 10^{-2}$
b_5	0.0060893	$0.12813 \cdot 10^{-2}$

* Tabla I.- Coeficientes b_n *

CAPITULO III

Hasta ahora, el método PIXE se ha estudiado únicamente desde un punto de vista cualitativo. A partir de los espectros de rayos X característicos emitidos por una muestra, después de que ésta ha sido bombardeada por un haz de protones, es posible identificar a los elementos que la constituyen. En este capítulo se explica cómo cuantificar el número de rayos X emitidos por un elemento, con el fin de determinar su abundancia en la muestra.

Anteriormente se mencionó que una de las ventajas del método PIXE es que permite identificar simultáneamente un gran número de elementos. Un solo espectro da la posibilidad de reconocer a casi todos los elementos con número atómico $Z > 12$, presentes en una muestra. El espectro de rayos X característicos presenta una serie de picos que corresponden a transiciones electrónicas de los átomos de los elementos que los producen. Estas transiciones son características para cada elemento, por lo que es posible determinar su presencia en una muestra.

El análisis cuantitativo de la composición de una muestra se hace a partir del número total de rayos X producidos por cada elemento. Esto significa que el número de cuentas bajo un pico determinado es una medida de la concentración del correspondiente elemento en la muestra.

A) RADIACION PRIMARIA

Seguindo básicamente un esquema ya estudiado (14) se tratará de cuantificar el número total de rayos X, tanto primarios como secundarios, producidos por cada uno de los elementos presentes en la muestra, al ser esta bombardeada por un haz de protones. Supongamos que la muestra compuesta es homogénea y tiene una densidad volumétrica ρ . La muestra está constituida por elementos con número atómico Z_i , masa atómica A_i y que representan una concentración o fracción C_i de la masa total de la muestra. El número N_i de átomos del elemento i por cm^3 está dado por: $N_i = N_0 C_i \rho / A_i$, donde $N_0 = 6.022 \cdot 10^{23}$ es el número de Avogadro.

Supóngase que el haz de protones monoenergéticos con energía E_0 incide sobre la muestra formando un ángulo θ_0 con la normal a la superficie. La creación de vacancias internas y la posterior emisión de rayos X característicos son procesos que tienen un carácter probabilístico. Como se explicó en el capítulo II, la sección eficaz de ionización está directamente relacionada con la probabilidad de que un protón incidente ionice algún átomo de la muestra, al crearle una vacancia.

Además, la sección eficaz de ionización de capas K del elemento i , $\sigma_{K_i}(E)$, depende de la energía del proyectil (11). Por lo tanto, deberá tomarse en cuenta el hecho de que la energía del proyectil no es constante durante su recorrido dentro de la mues-

tra. La pérdida de energía que sufre el proyectil al atravesar la muestra antes de la colisión está dada por el poder de frenamiento electrónico de la muestra: $S(E) \equiv (dE/dx)_e$. $S(E)$ describe la pérdida de energía por unidad de distancia recorrida por el proyectil [15].

Una vez que el átomo ha sido ionizado, la vacancia puede ser ocupada por un electrón de alguna capa más externa y en esta transición se libera el exceso de energía mediante la emisión de un fotón de rayos X característico. Sin embargo, como se explicó en el capítulo I, también es posible que esta energía se libere emitiendo un electrón Auger.

Debido a la existencia de estos 2 mecanismos que compiten para desexcitar al átomo, se introdujo la fluorescencia ω , que nos da la probabilidad de que la desexcitación se efectúe mediante la emisión de un fotón de rayos X. Así, se define la fluorescencia ω_{K_i} de rayos X K para el elemento i, como el cociente entre el número de fotones de rayos X de la serie K (transiciones a la capa K), emitidos por el elemento i en la unidad de tiempo y el número de vacancias formadas en la capa K durante el mismo tiempo. Lo que significa que la fluorescencia ω_{K_i} nos da la fracción de las vacancias de la capa K que son llenadas por electrones de capas más externas, con la subsecuente emisión de rayos X K característicos [16].

Por otra parte, la probabilidad de que los rayos X emitidos por el elemento i en la serie K correspondan a la línea K_{α} nos la

da el número $F_{K_{\alpha i}}$, es decir, $F_{K_{\alpha i}}$ es la fracción de los rayos X K que son emitidos como línea K_{α} por el elemento i [17].

Quantificando, el número $\Delta n_{K_{\alpha i}}$ de rayos X K_{α} Primarios generados, en un intervalo de espesor Δl , por el elemento i en la muestra, por proton incidente, es:

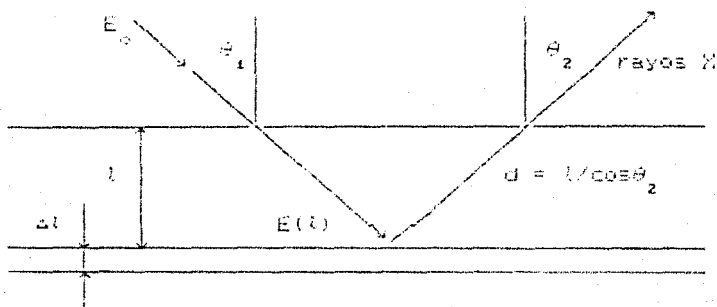
$$\Delta n_{K_{\alpha i}} = N_0 \rho (C_i/A_i) \omega_{K_{\alpha i}} F_{K_{\alpha i}} \sigma_{K_{\alpha i}}(E) \Delta l \quad (35)$$

En su camino hacia el detector, no todos los rayos X K_{α} producidos por la muestra logran llegar a él. Los rayos X son absorbidos por los propios elementos de la muestra y se dice que han sido atenuados. Esta atenuación está descrita por el coeficiente de absorción de masa (μ_{ij} del elemento absorbedor j), para los rayos X K_{α} emitidos por el elemento i. Así, un determinado elemento, absorbe de manera diferente los rayos X provenientes de distintos elementos [18].

Al ser atenuados durante su recorrido por la muestra, solo una fracción de los rayos X K_{α} producidos por el elemento i serán transmitidos en la dirección θ_2 , hacia el detector (Figura 10). Esta fracción T_i está dada por la relación $T_i = \exp(-\mu_i d)$, donde $d = l / \cos\theta_2$ es la distancia recorrida por los rayos X antes de salir de la muestra y μ_i es el coeficiente de atenuación de la muestra para los rayos X K_{α} del elemento i. Para encontrar μ_i se usa la ley de Bragg [4]:

$$\mu_i = \sum_j C_j \mu_{i,j} \quad (36)$$

donde C_1 es la concentración del elemento j en la muestra.



* Fig.10.- Producción de rayos X primarios *

La eficiencia de un detector es la probabilidad de que pueda registrar una radiación que le llegue. Casi todos los detectores, después de contar un evento, pierden su sensibilidad por un intervalo de tiempo conocido como tiempo muerto. Este periodo limita el número de eventos que por unidad de tiempo puede contar un detector. Para que la eficiencia ϵ de un detector sea alta, el número de cuentas (radiaciones registradas) por unidad de tiempo debe ser muy grande comparado con el recíproco del tiempo muerto (19).

Finalmente, el número total de rayos X K_{α} primarios, producidos por el elemento 1 en la muestra, que emergen por estereadian, por proton incidente y que son detectados, está dado por:

$$N_{\alpha} = \frac{\epsilon \rho N_0 C_1}{4 \pi A_1} \omega_{L\alpha} P_{K\alpha} \int_0^r \sigma(E(l)) \exp[-\mu_1 l / \cos \theta_2] dl \quad (37)$$

donde r representa el alcance del protón en la muestra, o sea, la

profundidad a la cual es completamente frenado.

Además de las unidades de longitud, existen otras unidades para medir la profundidad o el espesor atravesado por el proyectil en la muestra. Si la profundidad l se mide en cm, la densidad en mg/cm^3 y se hace $x = \rho l$, entonces x mide el espesor atravesado y tiene como unidades: mg/cm^2 . Por lo tanto:

$$N_{K_{\alpha}} = \frac{e N_0 C_1}{4 \pi R_0^2} \omega_{K_{\alpha}} F_{K_{\alpha}} \int_0^x \sigma(E(x)) \exp(-\mu_1 x / \cos \theta_2) dx \quad (38)$$

B) RADIACION SECUNDARIA

Hasta ahora, la relación encontrada considera únicamente el total de rayos $X_{K_{\alpha}}$ primarios producidos por los átomos de la muestra, al incidir sobre ella el haz de protones. Como se trata de una muestra compuesta, también habrá fluorescencia o producción de rayos X secundarios, provocada por la ionización debida a los propios rayos X primarios. En general, el número total de rayos X característicos consiste principalmente de la radiación primaria, pero a menudo, la contribución de la fluorescencia es de tal magnitud que es necesario tomarla en cuenta.

La fluorescencia secundaria ocurre cuando un fotón de rayos X primarios tiene la suficiente energía para ionizar un átomo, al crearle una vacancia en una capa interna. Posteriormente, un electrón de capas más externas pasa a llenarla y se emite un fotón de rayos X secundarios característicos. Así, el número de rayos X K_{α} producidos por un elemento j puede ser intensificado por la fluorescencia causada por los rayos X primarios emitidos por otro elemento i en la muestra.

Como ya se dijo, los rayos X emitidos por un elemento en particular son absorbidos de manera distinta por cada uno de los otros elementos que constituyen la muestra. Esto lo pone de manifiesto el correspondiente coeficiente de atenuación $\mu_{\alpha, j}$ del elemento absorbedor j para los rayos X K_{α} producidos por el elemento i . Esta absorción es especialmente favorecida cuando la energía de los rayos X primarios de i es ligeramente superior a la energía crítica en la orilla de absorción de alguna capa electrónica del elemento j (*absorption edge energy*).

De esta manera, el efecto de la fluorescencia secundaria es aumentar el número total de cuentas de rayos X K_{α} característicos del elemento intensificado j . Además, la fluorescencia es más importante cuando la concentración en la muestra y la sección eficaz de producción de rayos X K_{α} del elemento excitador i aumentan.

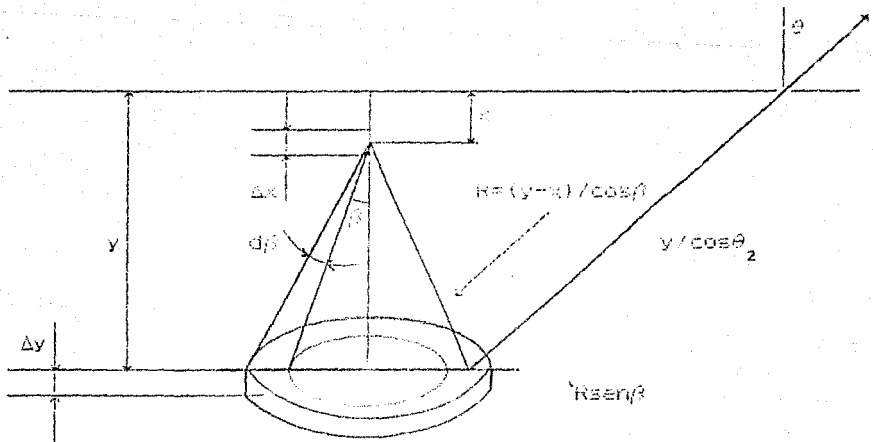
El número de rayos X K_{α} primarios emitidos por el elemento excitador i , en un intervalo de espesor Δx , a una profundidad x en la muestra, por protón incidente es:

$$\Delta n_{K\alpha} = \frac{e}{4\pi} \frac{d^2 \rho}{dx^2} \Delta x \quad (38)$$

donde $\rho = N_0 (D/A) \omega_{K\alpha} P_{K\alpha}$

Considerese una fuente puntual de radiación excitadora debida al elemento γ (Figura 11). Además, los rayos $X_{K\alpha}$ primarios son emitidos isotrópicamente (20). Se tiene que el área S del anillo de radio $R \sin \beta$ es proporcional al número de rayos $X_{K\alpha}$ que llegan al área S . Entonces, $S = 2\pi R^2 \sin \beta d\beta$ y como el ángulo sólido total es $4\pi R^2$, se tiene que la fracción de los $\Delta n_{K\alpha}$ que queda comprendida entre los 2 conos que forman ángulos β y $\beta + \Delta\beta$, respecto a la normal a la muestra, es:

$$2\pi R^2 \sin \beta d\beta / 4\pi R^2 = \sin \beta d\beta / 2$$



* Fig. 11.- Producción de rayos X Secundarios *

Puesto que los rayos X primarios son atenuados al atravesar

la muestra, solo una fracción de ellos llega a una profundidad y . Esta fracción está dada por la transmisión: $T_1 = \exp(-\mu_1 R)$, donde $R = (y-x)/\cos\beta$ es la distancia recorrida por los rayos X primarios excitadores desde la profundidad inicial x hasta la final y .

De los rayos X excitadores del elemento i que llegan a una profundidad y , la fracción $1 - \exp(-\mu_j \Delta y / \cos\beta)$ es absorbida en el intervalo Δy . Como $\mu_j = \sum_i C_i \mu_{i,j}$, el elemento intensificado j absorbe una fracción $C_j \mu_{i,j} / \mu_j$ de los rayos X que llegan al intervalo Δy .

De éstos, una fracción $(r_j - 1) / r_j$ es la que provoca la ionización de la capa electrónica K de j , donde r_j es el cociente de salto en la orilla de absorción (*absorption edge jump ratio*). r_j es el cociente entre los coeficientes de absorción del elemento absorbedor j para los rayos X K_{α} excitadores de i , inmediatamente antes y después de la orilla de absorción. Cuando rayos X K primarios provocan la emisión de rayos X K secundarios del elemento intensificado, es decir, cuando se trata de fluorescencia $K \rightarrow K$ se tiene: $(r_j - 1) / r_j = 0.88$ (21).

Posteriormente, el elemento intensificado j produce la fracción $\omega_{K,j} F_{K\alpha,j}$ de rayos X K_{α} secundarios. Por lo tanto, el número total de rayos X K_{α} secundarios $\Delta n_{K\alpha,j}^+$ producidos por j en el intervalo $\Delta y \cos\beta$, a una profundidad y , debidos a los rayos X K_{α} primarios $\Delta n_{K\alpha,i}$ del elemento i (a una profundidad x), por proton incidente, está dado por:

$$\Delta n_{K_{\alpha}, j}^* = \Delta n_{K_{\alpha}, j} (\sin^2 \Delta \beta / 2) \left(C_{\alpha, j} \mu_{K_{\alpha}, j} / \mu_j \right) \left((r_j - 1) / r_j \right) \omega_{K_{\alpha}, j} P_{K_{\alpha}, j} \cdot \exp \left[-\mu_{K_{\alpha}, j} (y-x) / \cos \beta \right] \left[1 - \exp \left(-\mu_{K_{\alpha}, j} \Delta y / \cos \beta \right) \right] \quad (40)$$

Sea $H = C_{\alpha, j} \mu_{K_{\alpha}, j} \omega_{K_{\alpha}, j} P_{K_{\alpha}, j} \left((r_j - 1) / r_j \right) / 2$, entonces:

$$\Delta n_{K_{\alpha}, j}^* = \theta_{\alpha, j} H \left(1 / \mu_{K_{\alpha}, j} \right) \sigma_{K_{\alpha}, j} (E(x)) \exp \left[-\mu_{K_{\alpha}, j} (y-x) / \cos \beta \right] \cdot \left[1 - \exp \left(-\mu_{K_{\alpha}, j} \Delta y / \cos \beta \right) \right] \sin^2 \Delta \beta \Delta x \quad (41)$$

Como para valores pequeños de Δy :

$$1 - \exp \left[-\mu_{K_{\alpha}, j} \Delta y / \cos \beta \right] \cong \mu_{K_{\alpha}, j} \Delta y / \cos \beta,$$

$$\Delta n_{K_{\alpha}, j}^* = \theta_{\alpha, j} H \sigma_{K_{\alpha}, j} (E(x)) \exp \left[-\mu_{K_{\alpha}, j} (y-x) / \cos \beta \right] \tan^2 \beta \Delta y^2 \Delta x \Delta y \quad (42)$$

Si se introduce la integral exponencial [22]:

$$E_1(t) = \int_1^{\infty} \left[\exp(-zt) / z \right] dx, \quad (43)$$

donde: $z = 1/\cos \beta$ y $t = \mu_{K_{\alpha}, j} (y-x)$, se tiene:

$$\Delta n_{K_{\alpha}, j}^* = \theta_{\alpha, j} H \sigma_{K_{\alpha}, j} (E(x)) E_1(t) \Delta x \Delta y \quad (44)$$

La fracción de los rayos K_{α} secundarios que llegan al detector está dada por la transmisión $T_1 = \exp \left[-\mu_{K_{\alpha}, j} y / \cos \beta \right]$. De esta forma, al integrar sobre las dx y las dy , se obtiene el número total N_j de rayos K_{α} secundarios, emitidos por el elemento intensificado j , que emergen por esteradian en la dirección del detector, debidos a los rayos K_{α} primarios del elemento excitador i :

$$N_1 = \frac{\rho}{4\pi} U_1 K_1 \int_0^1 \int_0^1 \sigma_{K_1}(E(x)) E_1(x) \exp(-\mu_1 y / \cos\theta_2) dx dy \quad (45)$$

Las formulas (38) y (45) nos permiten calcular el total de rayos X K_{α} (primarios y secundarios) emitidos por cada uno de los elementos con una concentración determinada C_i en la muestra. Por otra parte, a partir de los espectros de rayos X obtenidos en el multicanal, es posible obtener el número de cuentas (número de rayos X) bajo un pico en particular. De esta manera, para determinar la composición de la muestra, necesitamos encontrar las concentraciones C_i tales que al evaluar las integrales, las formulas anteriores nos den el mismo número total de rayos X obtenido experimentalmente a partir del espectro.

C) INTEGRACION NUMERICA

Las integrales que aparecen en las relaciones para calcular el total de rayos X K_{α} , tanto primarios como secundarios, deben ser evaluadas numéricamente, ya que, como ya se dijo, la energía del proyectil no es la misma a lo largo de su recorrido a través

de la muestra. Por tanto, la integración numérica se lleva a cabo suponiendo que la energía es constante durante pequeños intervalos Δx del recorrido. A continuación se explica el programa de computadora utilizado para calcular el número de cuentas de rayos γ emitidos por la muestra [23].

Consideremos un haz de protones monoenergéticos que incide sobre una muestra formando un ángulo θ_1 respecto a la normal a la superficie. Los protones se van frenando a medida que atraviesan el material y, por lo mismo, pierden energía. A una profundidad x , la energía del protón, que incide con energía inicial E_0 , se puede encontrar según la relación:

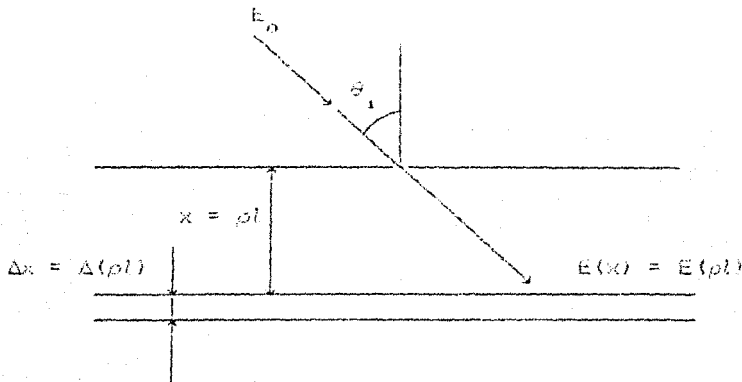
$$E(x) = E_0 - \frac{1}{\cos\theta_1} \int_0^x S(E) dx \quad , \quad (46)$$

donde $S(E) \equiv (dE/dx)_E$ es el poder de frenamiento electrónico de la muestra (Figura 12).

El poder de frenamiento depende del material atravesado y de la energía del proyectil incidente. El poder de frenamiento para una muestra compuesta se puede representar según la ley de Bragg [4]:

$$S(E) = \sum_i C_i S_i(E) \quad , \quad (47)$$

Lo que significa que $S(E)$ es igual al promedio ponderado de los poderes de frenamiento $S_i(E)$ de todos los elementos constituyentes con concentración C_i en la muestra compuesta.



* Fig.12.- Penetración del proyectil en la muestra *

La penetración de partículas cargadas a través de la materia y la subsecuente pérdida de energía involucra varios mecanismos, tales como ionización, excitación, desplazamientos de los átomos etc, debidos a colisiones del proyectil con los átomos de la muestra. En el proceso de pérdida de energía, la importancia de estos mecanismos varía de acuerdo a la probabilidad que tiene cada uno de ellos de ocurrir. Esta probabilidad depende de la energía del proyectil en el material. Por tanto, hay que reconocer el carácter probabilístico del poder de frenamiento $S(E)$.

Hasta el momento, no ha sido posible encontrar una función para el frenamiento electrónico a partir de primeros principios y que sea válida para cualquier velocidad del proyectil y para toda combinación proyectil-blanco. Sin embargo, se ha derivado una ecuación para $S(E)$ basándose en un análisis semi-fenomenológico de los distintos mecanismos involucrados en el proceso de frenamiento [13]. Esta ecuación será la que se utilice en este trabajo.

La función propuesta para el poder de frenamiento para protones está dada por:

$$S(E) = \frac{K u}{\exp(u)} + \frac{a \log(1+bu^2)}{u^2} - \frac{c}{1-du^2} + \frac{f u^4}{(1+eu^2)^3} - \frac{\beta(gu^2)^{3/2}}{6b^2(1+gu^2)^4} \quad (48)$$

En la fórmula anterior K , β , a , b , c , d , e , f , g son constantes para cada uno de los elementos presentes en la muestra y están dadas por:

$$\beta = a / 9.5616 Z \quad (49)$$

$$b = 4 I_H \langle I \rangle \quad (50)$$

$$c = a b \quad (51)$$

$$d = \frac{K}{c} + \frac{b}{2} + \frac{Z^2}{92} \quad (52)$$

$$e = \frac{3 d b^2}{b d^2 Z^{1.4} + L^2 + d^2} \quad (53)$$

$$f = c e^3 / d \quad (54)$$

$$g = 2 \beta / 3 c \quad (55)$$

Donde β es una cantidad tal que si las unidades de a son: $[a] = 10^{-15} \text{ eV cm}^2/\text{átomo}$, entonces $\beta = 1$, $a = 9.5616$ y $g = 2/3c$.

Además, $u = V/V_0$, donde V es la velocidad del proyectil y V_0 es la velocidad de Bohr (es la velocidad de un electrón en un átomo hidrogenoide).

Z^* es el número de electrones externos en el átomo blanco con número atómico Z .

$I_H = 13.595 \text{ eV}$ es la energía de ionización del átomo de hidrógeno

$\langle I \rangle$ es la energía promedio de ionización del átomo blanco.

Por lo tanto, para encontrar el poder de frenamiento $S(E)$ de la muestra, las cantidades importantes que deben conocerse con buena precisión son K , $\langle I \rangle$ y Z^2 , para cada elemento (i) .

Así, si la energía inicial del proyectil es E_0 , se puede calcular el poder de frenamiento $S(E_0)$ y luego calcular la energía del proyectil después de que este ha recorrido un intervalo de espesor Δx , proponiendo: $E_1 = E_0 - [S(E_0) \Delta x / \cos\theta_1]$. Con esta energía se calcula $S(E_1)$ y después de recorrer otro intervalo Δx , la energía será: $E_2 = E_1 - [S(E_1) \Delta x / \cos\theta_1]$.

Procediendo sucesivamente de la misma forma, es posible encontrar la energía del proyectil a una profundidad determinada y el correspondiente poder de frenamiento, aplicando la siguiente fórmula de iteración:

$$E_n = E_{n-1} - [S(E_{n-1}) \Delta x / \cos\theta_1] \quad (56)$$

donde $n \geq 1$ es el número de intervalos de espesor Δx considerados, los cuales nos van dando la profundidad de proyectil en la muestra.

Como se dijo anteriormente, la sección eficaz de ionización nos da la Probabilidad de que el proyectil ionice átomos de la muestra. Esta sección depende del átomo blanco y también es función de la energía del proyectil. Por lo mismo, deberá evaluarse en pequeños intervalos Δx en los que se considerará que la energía es constante.

Para calcular la sección eficaz de ionización de capas K del elemento i en la muestra, $\sigma = \sigma_{k,i}(E)$, se utilizará una fórmula semi-empírica (11). Se trata de un polinomio de quinto grado tal que :

$$\log(\sigma u_k^2) = \sum_{n=0}^5 b_n X^n \quad \text{y} \quad X = \log(E / \lambda u_k) \quad (57)$$

donde E es la energía del protón a la profundidad x,

u_k es la energía de ionización de la capa K del elemento,

$\lambda = 1836 = \text{masa del protón} / \text{masa del electrón}$.

Los coeficientes b_n son constantes cuyos valores se dieron en la Tabla I del capítulo II.

Si E y u_k se miden en KeV y σ en cm^2 , entonces la sección eficaz de ionización será:

$$\sigma_{k,i} = \frac{\exp\left(\sum_{n=0}^5 b_n X^n\right)}{10^{20} u_k^2} \quad (58)$$

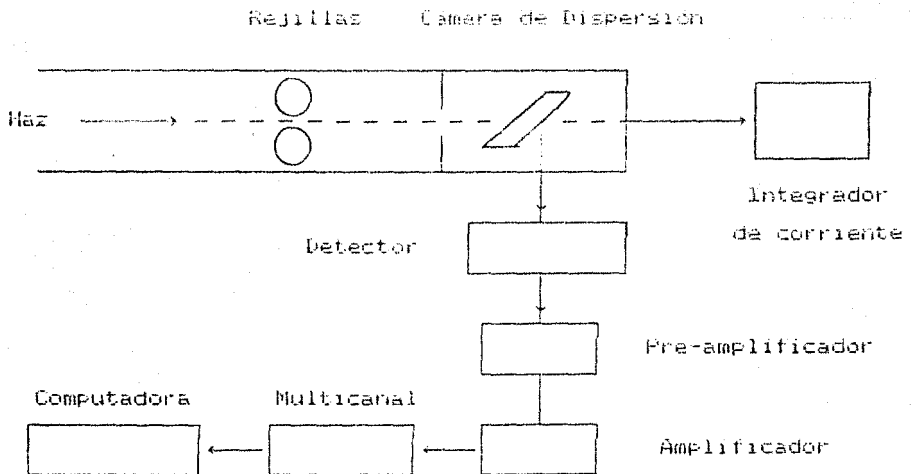
Como $X = X(E) = \log(E / \lambda u_k)$, la energía se evalúa de acuerdo a la fórmula de iteración (56), propuesta anteriormente. De esta manera se puede obtener la sección eficaz de ionización de capas K de los elementos de la muestra, la cual depende de la energía del proyectil a la profundidad dada.

CAPITULO IV

1) DISPOSITIVO EXPERIMENTAL

El estudio de la composición de las lomas para endodencia por medio del método PIXE requiere la utilización de una serie de aparatos y dispositivos asociados entre si. Primero, se debe producir un haz monoenergético de protones para hacerlo incidir sobre la muestra y, posteriormente, analizar los rayos X emitidos por los átomos que la constituyen.

Esquemáticamente, el experimento se lleva a cabo según el siguiente diagrama:



* Fig.13.- Dispositivo Experimental *

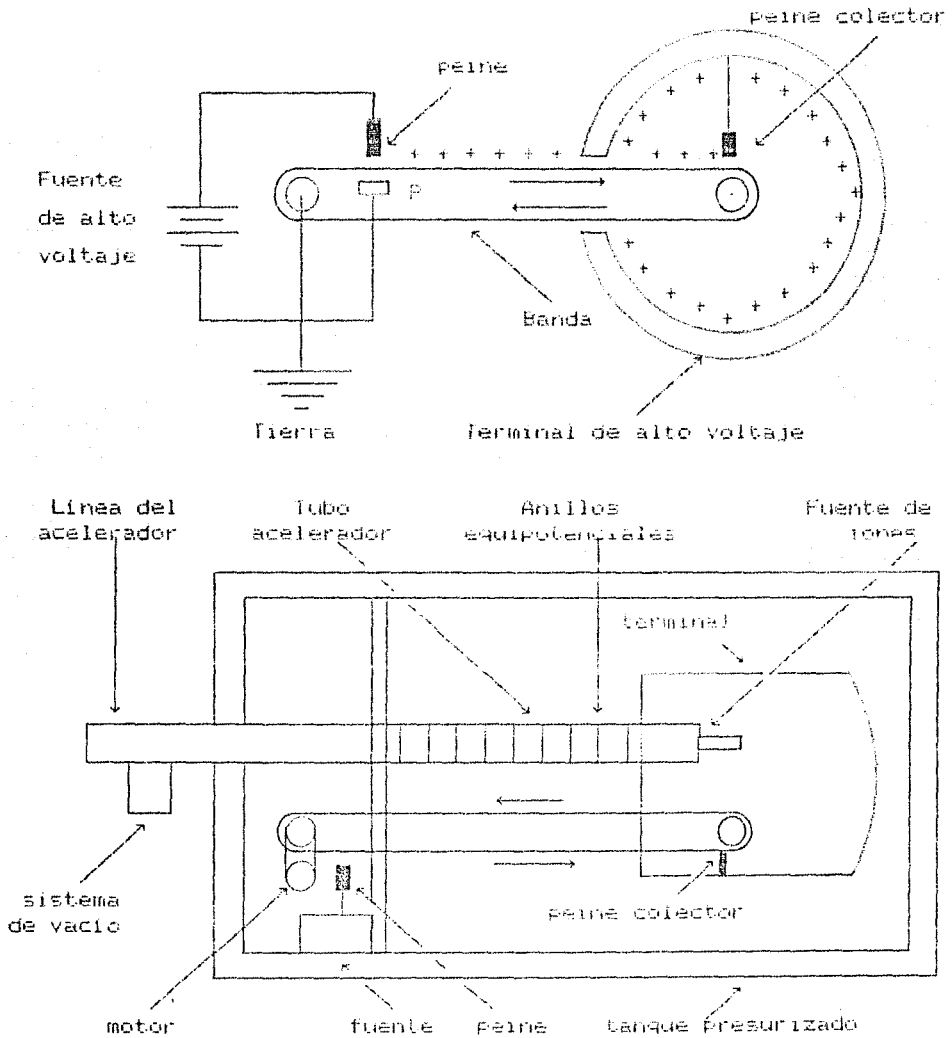
El haz de protones se obtiene mediante el acelerador Van de Graaff para iones positivos del Instituto de Física de la U.N.A.M. Dicho acelerador, modelo ANS-700, construido por la High Voltage Engineering Corp., permite obtener energías comprendidas entre 100 y 700 KeV.

El Van de Graaff está incluido entre los aceleradores electrostáticos, que son los de funcionamiento más sencillo. Consiste, esencialmente de un tubo acelerador con 2 electrodos, uno a cada extremo. Un electrodo está conectado a tierra, mientras que el otro es una terminal mantenida a un alto voltaje, dentro de la cual se encuentra la fuente de iones.

El voltaje acelerador se produce empleando una banda aislante que transporta cargas eléctricas y las deposita en el interior de la terminal de alto voltaje. La banda, colocada entre 2 poleas, es movida por un motor conectado a una de las poleas, que se encuentra a tierra. Cerca de esta polea existe un peine de puntas metálicas que se mantiene a un voltaje entre 20 y 30 KV, respecto a la placa P (Figura 14). Mediante este peine se carga la banda y ésta transporta la carga hasta la terminal de alto voltaje, donde un peine colector la recoge. Esta carga (en este caso positiva) se acumula progresivamente en la superficie exterior de la terminal y entonces el voltaje aumenta.

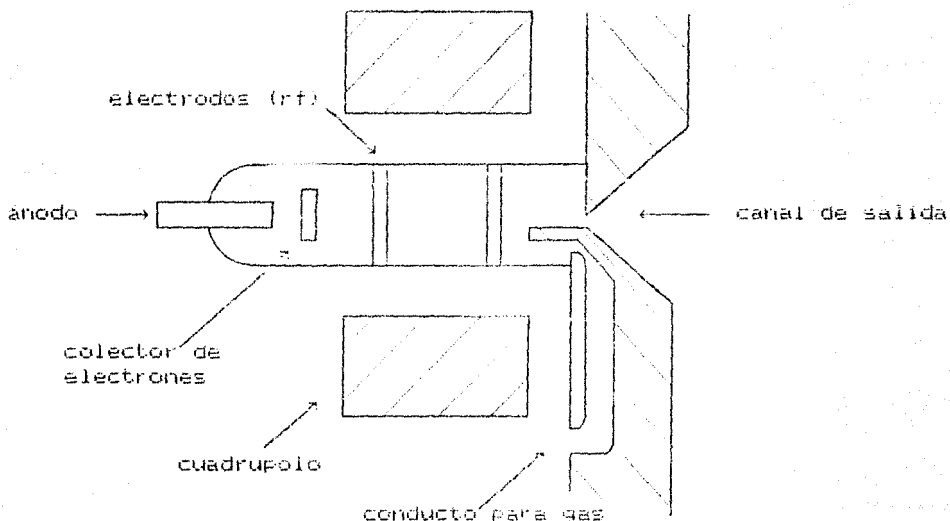
El voltaje acelerador se eleva hasta el momento en que la carga que suministra la banda se equilibra con la que se pierde por descargas. Estas descargas pueden ocurrir entre los electrodos

o entre la terminal de alto voltaje y las paredes del laboratorio. Con el fin de disminuir dichas descargas, toda la maquina se encierra en un tanque que contiene un gas inerte (seco y dieléctrico), a una presión entre 10 y 15 atm. En este caso, el gas usado es el hexafluoruro de azufre (SF_6)



* Fig.14.- Acelerador Van de Graaff *

La fuente de iones consiste en una botella llena del gas que se va a ionizar; con el fin de obtener protones, se utiliza hidrogeno. Mediante la aplicacion de una señal de radio-frecuencia se logra la ionizacion del gas. Se trata de ondas electromagneticas de alta frecuencia, que agitan al gas y transfieren a los electrones la energia necesaria para que se separen de los atomos del gas (13,6 eV al menos). De esta manera, se obtiene un gas ionizado o plasma, que es extraido de la botella gracias a la accion de un campo magnetico creado por un cuadrupolo. En cuanto a los electrones, estos son colectados con la ayuda de un anodo. De esta forma, la fuente de iones suministra los protones a la entrada del tubo acelerador.



* Fig.15.- Fuente de iones *

El haz así producido es desviado 45° por un electroimán, para introducirlo a la línea de vacío. Al interior de la línea, a un

vacio de $4 \cdot 10^{-6}$ torr, al menos, el haz pasa por una serie de rejillas colimadoras que definen el area transversal del haz que debe incidir sobre el blanco. Una vez que el haz ha sido colimado y que su energia es la deseada, el haz está listo para bombardear la muestra, a un cierto ángulo θ .

La muestra, es decir, la lima para endodencia, se coloca sobre un porta-blanco, dentro de la cámara de dispersión. Esta debe encontrarse a un vacío parecido al de la línea (10^{-6} torr). El vacío es producido por medio de bombas mecánicas o difusoras y, si es necesario, por otro tipo de sistemas de vacío más eficientes.

El número de protones incidentes puede ser cuantificado por medio de un integrador de corriente que se encuentra conectado directamente con el porta-blanco, ya que, en este caso, la muestra es conductora. Como la intensidad del haz puede variar con el tiempo, es común tomar los espectros de rayos X hasta que se acumula una determinada carga (hasta que un cierto número de protones ha incidido sobre la muestra).

Los rayos X producidos por los átomos de la muestra salen de la cámara a través de una ventana, de plástico Mylar, y son recogidos por un detector de estado sólido. Colocado a 90° respecto a la dirección del haz incidente, el detector utilizado es de silicio con litio difundido Si(Li), con una resolución de alrededor de 200 eV a 6.4 KeV y cuya curva de eficiencia fue obtenida previamente [19].

Los rayos X que llegan al detector son convertidos en pares foto-electron y son recolectados; por cada foton incidente, el detector produce un pulso de carga de tamaño proporcional a su energia. Dicho pulso es recibido, primero, por un pre-amplificador que lo convierte en un pulso de voltaje y, luego, por un amplificador que lo aumenta de intensidad y lo envia a un analizador multicanal.

Se trata de un analizador de altura de pulsos, con 1024 canales, que guarda el pulso en un canal, cuyo numero es proporcional a la energia del foton de rayos X original. Al ir acumulando pulsos o cuentas en el canal correspondiente a la energia del foton incidente, en el multicanal se obtiene un espectro de energias, cuya informacion puede ser grabada en cintas perforadas o pasar directamente a una computadora para su analisis posterior.

2) PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Como se dijo antes, una de las ventajas del metodo PIXE es que las muestras no requieren ser destruidas y, en algunos casos, tampoco necesitan una preparacion muy complicada antes de colocarlas dentro de la camara de dispersion. En nuestro caso, unicamente se utilizo una limpiadora que funciona con ultrasonido, con el fin de retirar la suciedad superficial de la lima para endodencia.

El siguiente paso consistió en colocar la lima sobre el porta-biancos y cerrar herméticamente la cámara. Luego, se pusieron en marcha los sistemas de vacío: una bomba mecánica y una difusora. Alrededor de 2 horas después, el vacío alcanzado al interior de la cámara y de la línea era de $2 \cdot 10^{-6}$ torr.

Entonces, se procedió a encender el acelerador. La fuente de iones suministra los protones, estos son acelerados por el voltaje del acelerador y se crea el haz. La energía elegida para el haz fue de 650 KeV. Una vez colimado el haz, penetra en la cámara de dispersión e incide sobre la lima. Por su parte, la lima emite rayos X, que son recogidos por el detector y luego pasan por el pre-amplificador y el amplificador.

Finalmente, los pulsos provenientes del amplificador llegan al multicanal, en donde son repartidos a los diferentes canales, de acuerdo a su energía. De esta forma, en el multicanal se obtuvo el espectro de rayos X emitido por la muestra, es decir, una gráfica de cuentas (o rayos X) contra canales (o energías), cuya información será analizada a continuación.

3) MEDIDAS Y RESULTADOS

Con el fin de obtener el espectro de rayos X característicos, en primer lugar se realizó la calibración del multicanal, de

manera que al canal 120 correspondió la energía de la línea K_{Cu} del hierro (6.403 KeV). De esta forma se puede determinar el ancho de cada canal, es decir, el intervalo de energías de los rayos X asignado a cada canal. Así, si al canal 120 corresponde una energía de 6403 eV, el ancho por canal es: $\Delta E = 6403/120 = 53.35$ eV.

El número de cuentas acumuladas en cada canal (300 canales en total) se grafico en papel semi-logaritmico (Figura 16). El espectro resultante esta compuesto por una serie de picos característicos sobrepuestos a un continuo de cuentas debido a la radiación de fondo (*background*). Este se debe principalmente al *bremsstrahlung* causado por los electrones secundarios que cruzan la muestra. Este mecanismo predomina en la parte izquierda (de bajas energías) del espectro, mientras que en la derecha lo hace el *bremsstrahlung* provocado por el proyectil.

Entonces se procede a restar el *background* al espectro, y a localizar los picos característicos. La energía de cada pico se determina de acuerdo a la calibración del multicanal, ya que se conoce el ancho ΔE de cada canal. De esta forma, al pico en el canal n le corresponde la energía: $E_n = n \Delta E$. Por tanto, al determinar la energía de cada pico es posible identificar al elemento que lo produce, puesto que existen tablas en las que aparecen las energías características de las distintas líneas de rayos X [24].

Procediendo de esta manera, se identificaron los siguientes elementos en la lima para endodencia:

Elemento	Z	Línea	Canal	Energía (keV)
titanio	22	K_{α}	86	4.510
titanio	22	K_{β}	92	4.931
cromo	24	K_{α}	102	5.414
cromo	24	K_{β}	111	5.946
fierro	26	K_{α}	120	6.403
fierro	26	K_{β}	132	7.057
níquel	28	K_{α}	140	7.477
níquel	28	K_{β}	155	8.263
indio	49	L_{α}	61	3.286
indio	49	L_{β}	67	3.487

Cuando un espectro presenta a la vez varias líneas de rayos X, es común que haya interferencia entre picos de elementos con número atómico muy parecido. Esto significa que varios elementos contribuyen simultáneamente a las cuentas de un determinado canal. Entorpeces, es necesario separar los picos para tener un total de cuentas que sea representativo de la concentración en la muestra del elemento que los produce. Una manera de hacerlo es ajustar los picos a gaussianas, pero sin alterar el número de cuentas en un canal determinado.

Una vez que los elementos presentes en la muestra han sido identificados por medio de los picos característicos, se procede a realizar el análisis cuantitativo. En primer lugar, se determina el número de cuentas bajo un pico particular del espectro. Lo más sencillo es sumar las cuentas con que cada canal contribuye al to-

tal de cuentas bajo el pico. La incertidumbre asociada al total de cuentas N_i del pico característico del elemento i en la muestra es: $\pm \sqrt{N_i}$.

En las fórmulas obtenidas en el capítulo III para cuantificar el número de rayos X (primarios y secundarios), únicamente se toman en cuenta los rayos X K_{α} emitidos por los elementos de la muestra. De esta manera, se determina el número total de cuentas de rayos X K_{α} producidos por cada elemento, con su incertidumbre correspondiente (Tabla 1).

Para nuestro experimento, la lima para endodoncia se bombardeó durante 2 periodos distintos, por lo que se obtuvieron 2 espectros de rayos X (para 20 y 40 μC de carga acumulada).

Elemento	20 μC	40 μC
Ti	520 \pm 29	1280 \pm 36
Cr	72350 \pm 270	135300 \pm 368
Fe	153920 \pm 393	270180 \pm 520
Ni	9620 \pm 98	15020 \pm 123

* Tabla 1.- Total de rayos X K_{α} *

En el capítulo anterior se explicó como calcular el total de cuentas de rayos X K_{α} (primarios y secundarios), mediante un programa de computadora. Así, para una concentración determinada de los elementos presentes en la muestra (titanio, cromo, hierro, níquel e indio), el programa calcula el número de rayos X K_{α} produ-

cidos por cada uno de ellos. El objetivo es encontrar las concentraciones para las cuales el número de cuentas calculado coincide con los valores experimentales.

El número total de rayos $X K_{\alpha}$ producidos por la muestra se obtiene al sumar las cuentas de los 4 elementos que los emiten (Ti, Cr, Fe, Ni). De esta manera, es posible determinar el porcentaje con que cada elemento contribuye al total de rayos $X K_{\alpha}$ emitidos por la muestra (Tabla 2).

Elemento	20 μ C	40 μ C
Ti	0.346 %	0.303 %
Cr	30.62 %	30.08 %
Fe	64.97 %	64.05 %
Ni	4.06 %	3.56 %

* Tabla 2.- Porcentaje de rayos $X K_{\alpha}$ *

Como se tienen 2 grupos de datos experimentales, al tomar el promedio de ambos se obtiene un valor representativo del porcentaje de rayos $X K_{\alpha}$ que emite cada elemento en la muestra (Tabla 3).

Ti	(0.32 \pm 0.01) %
Cr	(31.35 \pm 0.07) %
Fe	(64.51 \pm 0.03) %
Ni	(3.81 \pm 0.03) %

* Tabla 3.- Porcentaje promedio de rayos $X K_{\alpha}$ *

De acuerdo al experimento, el número de rayos X L emitidos por el indio está dado por: (Tabla 4)

20 μC	1910 \pm 44
40 μC	4070 \pm 64
Promedio	2990 \pm 55

* Tabla 4.- Rayos X L de indio *

Así, mediante el programa de computadora, es necesario encontrar las concentraciones con las cuales las contribuciones porcentuales (Ti, Cr, Fe, Ni) y el número de cuentas, en el caso del indio, coinciden con las experimentales (tablas 3 y 4).

La aleación utilizada en la fabricación de las limas para endodoncia es un acero, por lo que debe contener un cierto porcentaje de carbono. Desafortunadamente, una de las desventajas del método PIXE es que solo logra detectar elementos con número atómico mayor que 13. Por tanto, será necesario hacer una estimación de la presencia de carbono en la muestra.

El acero es una aleación hierro-carbono en la que la concentración de carbono es inferior al 2 %. Las propiedades de un acero se pueden modificar si se agregan otros elementos. Los elementos adicionales y su concentración en un acero determinado son muy variados. La concentración de carbono en un acero con elementos adicionales varía entre 0.05 y 1.7 % [25].

Entre los elementos adicionales más comunes se encuentran: cromo, cobalto, cobre, níquel, etc. Pero también hay elementos ligeros (que son difíciles de detectar con PIXE), como aluminio, silicio, fósforo y azufre. Por todo lo anterior, para calcular la composición de la lima para endodencia, supondremos que el 2% de la aleación lo constituyen el carbono y los elementos adicionales ligeros que no podemos detectar.

El espesor de la muestra se considerará igual al alcance del proyectil en la muestra. Tomaremos un valor de 3 mg/cm^2 para el alcance del proton, con energía inicial de 650 KeV, en acero (26).

El programa realizado calcula el número de rayos X K_{α} producidos por los elementos de la muestra. Sin embargo, como el indio emite rayos X L, debemos cuantificarlos mediante otro programa. Este programa es muy parecido al que calcula el número de rayos X K_{α} , ya que, además de calcular los rayos X L primarios emitidos por el indio, también considerará los rayos X L intensificados, que son provocados por los rayos X K_{α} de los otros elementos presentes en la muestra.

De esta manera, el número de rayos X L producidos por el indio, en las líneas L_{α} y L_{β} , está dado por:

$$N_L = \frac{\epsilon N_p C_{\alpha L}}{4 \pi A} \int_0^r \sigma_L(E(x)) \exp[-\mu x / \cos\theta_2] dx$$

donde C es la concentración y A es la masa atómica del indio.

Además, se tomará como fluorescencia de rayos X L promedio $\omega_L = .3629$ [27].

La sección eficaz de ionización para capas L del indio está dada por [1]:

$$\log (\sigma U_L^2) = \sum_{n=0}^5 a_n X^n \quad \text{y} \quad X = \log E / \lambda U_L,$$

donde $U_L = \frac{1}{4} [U_{L1} + U_{L2} + 2 U_{L3}]$ y los coeficientes a_n son:

$$\begin{array}{lll} a_0 = 3.6082 & a_2 = -0.36971 & a_4 = 0.0025063 \\ a_1 = 0.37123 & a_3 = -7.8593 \cdot 10^{-5} & a_5 = 0.0012613 \end{array}$$

El coeficiente de absorción μ de la muestra, para rayos X L del indio, se obtiene a partir de la ley de Bragg: $\mu = \sum U_i \mu_i$, donde μ_i es el promedio entre $\mu_{L\alpha}$ y $\mu_{L\beta}$, que son los coeficientes de absorción de cada elemento i para los rayos X L_{α} y L_{β} del indio [26].

Como ya se dijo, el programa funciona calculando el total de rayos X emitidos por los elementos, para una concentración determinada de éstos en la muestra. Las concentraciones buscadas son aquellas para las que el total de rayos X calculados coincide con los resultados experimentales.

Finalmente, en la lima para endodencia se encontraron las siguientes concentraciones porcentuales (que suman 98 %):

titanio	(0.110 ± 0.000) %
romo	(14.53 ± 0.04) %
hierro	(73.74 ± 0.50) %
níquel	(9.24 ± 0.08) %
indio	(0.009 ± 0.001) %

* Tabla 5.- Concentraciones de los elementos *

Con estas concentraciones se obtienen 2880 cuentas de rayos X L primarios de indio y 101 causadas por la intensificación de los otros elementos. Así, se tiene un total de 2981 rayos X L de indio que quedan comprendidos dentro de los resultados experimentales obtenidos (Tabla 4)

En cuanto a los 4 elementos que emiten rayos X K_{α} , su contribución porcentual al total producido por la muestra (Tabla 6) coincide correctamente con los resultados obtenidos a partir del experimento (Tabla 3).

ti	0.325 %
Cr	31.351 %
Fe	64.011 %
Ni	3.810 %

* Tabla 6.- Porcentajes de rayos X K_{α} calculados *

Por lo tanto, hemos encontrado la composición de la muestra (Tabla 5) con la que mejor se ajusta el número de rayos X calcula-

dos con los valores obtenidos experimentalmente (queda comprendido entre la incertidumbre asociada).

4) CONCLUSIONES

Mediante la aplicación del método analítico PINE, nos propusimos determinar la composición cualitativa y cuantitativa de una lima para endodencia. Los rayos X característicos emitidos por cada elemento en la muestra son como una huella digital que permite identificarlos. Por otra parte, el número de rayos X (el área de los picos en el espectro de energías) se relaciona con la concentración de cada elemento.

Tomando en cuenta lo anterior, por medio de 2 programas de computadora (Apéndices A y B), se cuantificó el total de rayos X producidos por los elementos que constituyen la lima. Los programas calculan el número total de rayos X (primarios y secundarios) emitidos por los elementos, para una concentración determinada de éstos en la muestra. Así, la concentración que debemos encontrar es aquella con la que el número de rayos X calculado ajusta mejor con los valores experimentales (tablas 3 y 4).

De esta manera, se obtuvieron las concentraciones porcentuales de cada elemento presente en la lima (tabla 5). Como ya se ex-

plico, se supuso que los elementos Ti, Cr, Fe, Ni, In, constituirían el 96 % de la composición de la lima. Se consideró que el 2 % restante era debido al carbono y a la presencia de otros elementos ligeros difíciles de detectar.

A partir del espectro de energías de rayos X, se logró identificar la presencia de trazas de molibdeno. Sin embargo, no fue posible cuantificar su abundancia en la lima, debido a la interferencia de varias líneas en el pico correspondiente.

El número total de rayos X K_{α} producidos por cada elemento (Ti, Cr, Fe, Ni), está dado como la contribución porcentual de éstos al total emitido por la lima. De esta manera, no es necesario tomar en cuenta ni la eficiencia del detector (que en este caso incluye también al ángulo sólido subtendido por éste), ni el número de protones incidentes sobre la muestra (carga acumulada), ya que estos se cancelan.

Este procedimiento no se pudo aplicar al indio, ya que este elemento es el único que produce rayos X L. Por tanto, se consideraron la eficiencia del detector y la carga acumulada para calcular el número de rayos X L del indio.

Como ya se dijo, los programas de computadora calculan tanto los rayos X primarios como los secundarios. Así, la intensificación del número de rayos X de un elemento, provocada por la radiación emitida por el resto de los elementos de la lima, es considerable en algunos casos. Por lo mismo, se evaluó que fracción del

total de rayos X emitidos por cada elemento correspondía a la radiación secundaria ocasionada por los otros elementos (Tabla 7).

Elemento	Radiación secundaria
Ti	13.00 %
Cr	24.96 %
Fe	2.94 %
Ni	6.8 %
In	3.39 %

* Tabla 7.- Porcentaje de rayos X secundarios *

Como puede notarse, en el caso del titanio y del cromo, la intensificación del número de rayos X K_{α} debida a la radiación de los demás elementos es particularmente importante. Esto se debe principalmente a la gran cantidad de fierro en la lima (73.74 %).

Existe otro factor que favorece la producción de rayos X secundarios. Cuando la energía de la radiación primaria excitadora es ligeramente superior a la energía crítica en la orilla de absorción (*absorption edge energy*) de alguna capa del elemento intensificado.

En el caso de titanio, cromo y fierro, estos producen rayos X K secundarios que son provocados, principalmente, por los rayos X K primarios emitidos por el cromo, fierro y níquel, respectivamente. Se acostumbra decir que se trata de excitación o de fluorescencia $K \rightarrow K$.

En cuanto a la radiación secundaria producida por el indio, ésta se debe a la excitación $K \rightarrow L$ debida a los otros elementos presentes en la lima. Cuando se trata de elementos con número atómico alto ($Z = 49$, para el indio), la excitación $K \rightarrow L$ es especialmente favorecida [14].

Como ya se mencionó, una de las mayores ventajas del método PINE es su gran sensibilidad. En nuestro análisis, se lograron resolver concentraciones de 10^{-6} (0.001 %).

Los resultados del análisis se presentaron en forma de concentraciones porcentuales de cada elemento constituyente. Al evaluar las fórmulas que calculan el total de rayos X emitidos por los elementos de la lima, se consideró que las constantes que en ellas aparecen (eficiencia ϵ , fluorescencia ω , fracción F_b , etc), están bien determinadas por los valores dados por las referencias.

Por otra parte, se supuso que la sección eficaz de ionización σ y el poder de frenamiento dE/dx estaban correctamente descritos por (11) y por (15), respectivamente. Por lo tanto, las incertidumbres asociadas a las concentraciones encontradas se deben, principalmente, a la incertidumbre del conteo de los rayos X, a partir el espectro de energías obtenido experimentalmente.

La cuantificación de los elementos presentes en la lima se puede llevar a cabo utilizando alguna otra expresión para la sección eficaz de ionización o para el poder de frenamiento. Esto nos dará la posibilidad de comparar con los resultados obtenidos en el presente trabajo.

Finalmente, podemos decir que se cumplió el objetivo del presente trabajo de tesis, al encontrar la composición de la lima para endodencia (tabla 5). Al mismo tiempo, se pudo confirmar que el método PIXE es muy conveniente para realizar este tipo de estudios, ya que su sensibilidad es muy alta y no se requiere necesariamente la destrucción de la muestra. De esta forma, conociendo la composición química de las limas para endodencia, aumentan las posibilidades de fabricarlas en un futuro en nuestro país.

A P E N D I C E A

```

10  REM  PROGRAMA FIME1
20  REM
25  REM  DATOS INICIALES
30  INPUT "CUANTOS ELEMENTOS SON ?":N
35  DIM Z(N),WK(N),FK(N),LW(N),A(N),ZE(N),K(N),IF(N)
40  DIM TE(N),S(300),D(10),L(N),D(N),S(N),L(S),D(N)
45  DIM MI(N),C(N),N(1),S1,MI(N),IS(100),NT(5),NK(N)
60  IF N>5 THEN Z(1)=21:Z(2)=24:Z(3)=26:Z(4)=28:Z(5)=49:Z(10)=120
80  FOR I = 1 TO N
90  PRINT "Z(1):" = Z
100 INPUT Z(I)
110 NEXT I

120 REM
130 REM  LLAMA LAS CONSTANTES DE LOS N ELEMENTOS
140 REM  LEE LOS PRIMEROS SI RECALCULAS DATA
150 FOR K = 1 TO 31
160 FOR J = 1 TO 8
170 READ N(K,J)
180 FOR I = 1 TO N
190 IF N(K,I) = 0 THEN WK(I)=N(K,2): FK(I)=N(K,3): LW(I)=N(K,4):
      A(I)=N(K,5): ZE(I)=N(K,6): K(I)=N(K,7): IF(I)=N(K,8)
200 NEXT I
210 NEXT J
220 NEXT K
230 REM  Z(I) ES EL NUMERO ATOMICO
235 REM  WK(I) ES LA FLORESCENCIA PARA RAYOS K E DEL ELEMENTO I
240 REM  FK(I) ES LA FRACCION DE LOS RAYOS K EMITIDOS COMO K ALFA
245 REM  LW(I) ES LA ENERGIA DE IONIZACION DE LA CAPA K EN KEV
270 REM  A(I) ES EL PESO ATOMICO
275 REM  ZE(I) ES EL NUMERO DE ELECTRONES EXTERNOS
280 REM  K(I) ES UNA CONSTANTE UNIDADES 1E-15 EV CM2 ZA(UMO)
285 REM  IF(I) ES LA ENERGIA PROMEDIO DE IONIZACION EN EV

300 REM
310 REM  DATOS INICIALES
320 REM  SE CONSIDERA EL ALCANCE DEL PROTUM EN LA MUESTRA
325 INPUT "DAR ESPESOR DE LA CAPA EN MG/CM2 " :ES
330 PRINT "DAR FRACCION DE LOS " :N; " ELEMENTOS EN ORDEN"
335 FOR I = 1 TO N
340 PRINT "Z(1):" = Z
345 INPUT L(I)
350 NEXT I

```



```

360 REM
365 E0 = E00
370 PRINT "ENERGIA INICIAL EN KEV E0 = "; E0
375 INPUT "DELTA (RHO-ELE) EN MG/CM2 "; DR
380 REM
400 REM COEFICIENTES DE ABSORCION PARA LAS LAMAS L(I,J)
410 IF M = 5 THEN 460 ELSE 500

460 REM
465 FOR I = 1 TO 5
470 FOR J = 1 TO 5
475 READ L(I,J)
480 MU(I,J) = L(I,J)
485 NEXT J
490 NEXT I
495 GOTO 570

500 REM
510 PRINT: PRINT "DAR COEFICIENTES DE ABSORCION EN CM2/G": PRINT
520 FOR I = 1 TO N
530 PRINT "DE KAYOS K F DEL ELEMENTO Z("I;") = ";Z(I)
540 FOR J = 1 TO N
550 PRINT "EN ABSORBEDOR Z("J;") = ";Z(J)
560 INPUT MU(I,J)
570 NEXT J
580 NEXT I
590 FOR I = 1 TO N
600 FOR J = 1 TO N
610 MU(I, J) = MU(I,J) / 1000
620 NEXT J
630 NEXT I
640 T1 = 45 : T2 = 45
645 PRINT "ANGULOS INCIDENTE T1 Y CALIENTE T2 "
650 PRINT "T1 = ";T1 : "T2 = ";T2

700 REM
710 REM IMPRIME LOS DATOS
720 PRINT "Z(1)";TAB(8);"Z(2)";TAB(18);"A(1)";TAB(28);"UK(1)";
TAB(41);"IP(1)";TAB(51);"WR(1)";TAB(62);"PR(1)";TAB(72);"R(1)"
730 PRINT:PRINT
740 FOR I = 1 TO N
750 PRINT Z(I);TAB(8);Z(I);TAB(17);A(I);TAB(28);UK(I);
TAB(40);IP(I);TAB(50);WR(I);TAB(61);PR(I);TAB(71);R(I)
760 PRINT
770 NEXT I
780 PRINT "ESPESOR DE LA CAPA ES = ";ES
790 PRINT "ENERGIA INICIAL E0 = ";E0
800 PRINT "DELTA (RHO-ELE) DR = ";DR
810 PRINT "FRACCION DE ELEMENTOS EN ORDEN C(I)"
820 FOR I = 1 TO N
830 PRINT "C("Z(I);") = ";C(I)
840 NEXT I

```

```

830 PRINT "COEFICIENTES DE ABSORCION PARA I:"
840 PRINT "PARA RAYOS X K DEL ELEMENTO I EN EL MUESTRO:"
850 FOR I = 1 TO N
860 FOR J = 1 TO N
870 PRINT "MU(";Z(I);";") = ";MU(I,J)
880 NEXT J
890 NEXT I
920 PRINT "ANGULO INCIDENTE I1 = ";I1
930 PRINT "ANGULO SALIENTE I2 = ";I2

1000 REM
1010 REM CALCULA LAS CONSTANTES DE MONTECARLO
1020 REM AM(I),BM(I),CM(I),DM(I),EM(I),FM(I),GM(I)
1025 REM AM(I) EN UNIDADES 1E-15 EV CM2 / ATOMO
1030 FOR I = 1 TO N
1035 AM(I) = 9.5416 * Z(I)
1040 BM(I) = 51.11 / Z(I)
1045 CM(I) = AM(I) * BM(I)
1050 DM(I) = K(I) / CM(I) + UM(I) / I + (ZE(I) / (9 * Z(I)))
1055 EN(I) = 5 * (DM(I) ** 2) + DM(I)
1060 ED(I) = (Z(I) * 1.4 * BM(I) * (DM(I) ** 2) + BM(I) ** 2 + DM(I) ** 2)
1065 EM(I) = EN(I) / ED(I)
1070 FM(I) = CM(I) * (EN(I) - 3) / DM(I)
1075 GM(I) = 2 / 13 * CM(I)
1080 NEXT I
1085 C1 = COS (I1 / 57.29578)
1090 C2 = COS (I2 / 57.29578)

2000 REM
2010 REM CALCULA EL COEFICIENTE DE ABSORCION MI(I) DE LA MUESTRA
2020 REM PARA RAYOS X K DEL ELEMENTO I
2025 REM SE USA LA LEY DE BRAGG
2030 FOR I = 1 TO N
2035 MI(I) = 0
2040 FOR J = 1 TO N
2045 H(J) = L(J) * MU(I,J)
2050 MI(I) = MI(I) + H(J)
2055 NEXT J
2060 PRINT "MI(";Z(I);") = ";MI(I)
2070 NEXT I
2080 PRINT

2100 REM
2110 REM INICIALIZA LA SUMA DE RAYOS X DE CADA ELEMENTO
2120 REM AL PRINCIPIO CERO RAYOS X PARA CADA ELEMENTO
2130 FOR I = 1 TO N
2140 SX(I) = 0
2150 NEXT I
2155 ER = E0
2160 RL = 0
2165 IN = 0

```

```

2175 REM
2176 REM CALCULA D(I) PARA CADA ELEMENTO
2180 FOR I = 1 TO N
2185 D(I) = 6.022 E23 * MR(I) * PR(I) / A(I)
2190 NEXT I
2200 REM
2210 IF RL >= ES THEN 2790
2215 REM COMIENZA INTERVALO
2220 IN = IN + 1
2225 IF ER < 10 OR IN > 400 THEN 2790

2230 REM
2235 REM SEGUN MONTENEGRO
2240 REM CALCULA EL PODER DE FRENAMIENTO DE/DX
2245 REM CON UNIDADES KEV CM2 / MG PARA CADA ELEMENTO
2250 U = .1957 + 5GR (E1)
2255 U2 = U * U
2260 FOR I = 1 TO N
2265 S1(I) = K(I) * U * FCF (U)
2270 S2(I) = AM(I) * LOG (1 + UP(I) * U2) / U2

2275 S3(I) = EM(I) / (1 + DM(I) * U2)
2280 S4(I) = FN(I) * U2 * U2 / (1 + EM(I) * U2) * 3
2285 S5(I) = (GM(I)*U2)*1.5 / (6 + (BM(I)*2) + ((1 + GM(I)*U2)*4))
2290 SF(I) = S1(I) + S2(I) + S3(I) + S4(I) + S5(I)
2295 REM PARA TENER DE/DX CON UNIDADES KEV CM2 / MG
2300 SE(I) = 602.2 * SF(I) / A(I)
2305 NEXT I

2310 REM
2320 REM CALCULA EL PODER DE FRENAMIENTO SM DE LA MUESTRA
2330 REM SE USA LA LEY DE DRABO
2340 SM = 0
2350 FOR I = 1 TO N
2360 SM(I) = C(I) * SE(I)
2370 SM = SM + SM(I)
2380 NEXT I

2390 REM
2400 REM ENERGIA PERDIDA "DE" EN EL INTERVALO "DR"
2410 DE = SS + DR / U1
2420 REM ENERGIA PROMEDIO "EA" DEL INTERVALO
2430 EA = EF - (DE / 2)
2440 REM ENERGIA "EM" MENUS ENERGIA PERDIDA "DE"
2450 EL = EF - DE

2460 REM
2470 REM SEGUN JOHANSSON
2480 REM CALCULA SECCIONES EFICACES EN CM2

```

```

2120 FOR I = 1 TO N
2500 X(1) = LOG (EA / (1000 + DR(I)))
2510 X2(I) = X(1) * X(1)
2520 X3(I) = X(1) * X2(I)
2530 X5(I) = 1.00471 + .0008906 * X(1) + .07448 * X2(I) + .009919 * X3(I)
          + .046068 * X2(I) + X2(I) * X2(I) + .00028820 * X2(I) * X3(I)
2540 DG(I) = 1E-20 * EXP ( X5(I)) / (X2(I) * DR(I))
2550 SG(IN,1) = DG(I)
2555 REM SECCION EFICAZ SG(I) = SG(IN,1)

2560 REM
2565 REM NUMERO DE RAYOS X PRIMARIOS N0(I)
2570 REM PRODUCIDOS POR PROTON INCIDENTE, EN EL INTERVALO DR
2580 N0(I) = D(I) * C(I) * DG(I) * IS

2590 REM
2600 REM ATENUACION A LA SALIDA
2610 A = 1: GOSUB 7000 : REM CALCULA T0(I)

2620 REM
2625 REM NUMERO TOTAL N1(I) DE RAYOS X QUE SALEN POR ESTERADIAN
2630 N1(I) = N0(I) * T0(I)
2635 SN(I) = SN(I) + N1(I)
2640 NEXT I

2650 REM
2655 REM CALCULA PARA CADA INTERVALO DR
2670 PRINT
2680 PRINT "IN = ", IN, "CL = DR = ", CL, " DR; (R0(45)) = "R0" = "R1
2690 PRINT "RAYOS X TOTALES EN EL INTERVALO DR"
2700 FOR I = 1 TO N
2710 PRINT "DEL ELEMENTO Z(1);" = ",Z(I);", "NT(1);" = ",NT(I)
2720 NEXT I
2730 PRINT
2740 EL = EL
2750 RL = RL + DR
2760 GOTO 2200

2770 REM
2780 PRINT
2790 PRINT "RAYOS X PRIMARIOS PRODUCIDOS POR PROTON INCIDENTE ."
2800 FOR I = 1 TO N
2810 PRINT "DE ",Z(I);", "SN(1);" = ",SN(I)
2820 NEXT I

2850 REM
2860 PRINT
2870 REM CARGA Q ACUMULADA EN COULOMB'S
2880 Q = 30 E-6
2890 REM P = NUMERO DE PROTONES INCIDENTES SOBRE LA MUESTRA
2900 P = Q / 1.6 E-19

```

```

2910 PRINT "TOTAL DE CUENTAS PRIMARIAS POR LA NUESTRA"
2920 FOR I = 1 TO N
2930 CXC(I) = P * SX(I)
2940 PRINT "DEL ELEMENTO ";Z(I); "POR";Z(I);" = ";CXC(I)
2950 NEXT I

```

```

3000 REM
3010 REM EFICIENCIA EF(I) PARA LOS KAYOS K K DEL ELEMENTO I
3020 EF(1) = 1.8 E-4 ; EF(2) = 2.3 E-4 ; EF(3) = 2.6 E-4 ;
EF(4) = 2.3 E-4 ; EF(5) = 1.0 E-4
3030 REM SE DIVIDE ENTRE 1000 PARA TENER LAS UNIDADES CORRECTAS
3040 PRINT
3050 PRINT "NUMERO DE CUENTAS PRIMARIAS DEL ELEMENTO I CXC(I) "
3060 FOR I = 1 TO N
3070 CFX(I) = CXC(I) * EF(I) / 1000
3080 PRINT "CXC(";Z(I);") = ";CXC(I)
3090 NEXT I

```

```

4000 REM
4010 REM COMIENZA INTENSIFICACION POR SECUNDARIOS
4020 REM LLAMA INTEGRAL EXPONENCIAL
4030 FOR M = 1 TO 200
4040 READ IC(M)
4050 NEXT M

```

```

4100 REM
4105 REM DEFINE CUANDO LA INTENSIFICACION ES APLICABLE
4110 REM I = ELEMENTO INTENSIFICADO (ABSORBEDOR)
4115 FOR I = 1 TO N
4120 REM E = ELEMENTO EMITADOR (ABSORBIDO)
4125 FOR E = 1 TO N
4130 IF Z(E) <= Z(I) THEN 4190
4135 IF Z(E) <= 22 AND Z(I) <= Z(E) + 1 THEN 4160
4140 IF Z(E) <= 35 AND Z(I) <= Z(E) + 2 THEN 4160
4145 IF Z(I) <= Z(E) + 3 THEN 4160
4150 GOTO 4190

```

```

455 REM
4160 PRINT
4165 PRINT "SE CALCULA LA INTENSIFICACION DE ";Z(I);"POR";Z(E);"
4170 INPUT "SI (1) O NO (2) ";NS ; PRINT
4175 IF NS = 1 THEN PRINT TAB(5);"I";TAB(10);"II";TAB(18);"NB";
TAB(35);"CSX(";Z(I);";";Z(E);")" ; GOTO 4215
4180 PRINT ; PRINT "CSX(";Z(I);";";Z(E);") = "; CSX(1,E)
4185 IF E = N THEN GOTO 4195
4190 NEXT E
4195 IF I = N THEN GOTO 4205
4200 NEXT I
4205 GOSUB 5000 ; REM CALCULA EL TOTAL DE CUENTAS
4207 IF N = 5 GOTO 4209 ELSE 4210
4208 IF Z(5) = 49 THEN 10000
4210 END

```

```

4210 REM
4220 REM  CALCULA CONSTANTES
4225 NB =  $\sqrt{D + WELD + FALD + WLD}$ 
4230 DA =  $0.012 \cdot E \cdot D3 + DR(E) + F(E) + A(E)$ 
4235 CF =  $1.69 \cdot L \cdot D3 + 60 \cdot L \cdot D1$ 
4240 REM
4245 REM  NB = RAYOS X SECUNDARIOS DEL ELEMENTO INTENSIFICADO I
4250 NB = 0

4260 REM
4265 INPUT "DAR ESPESOR DE LOS INTERVALOS EN MM ZUMBA DR = "; DR
4270 REM  COMIENZA CICLO DE YY
4280 REM  YY = PROFUNDIDAD DEL RAYO X SECUNDARIO
4290 IN = 0
4300 IN = IN + 1
4310 YY = IN * DR
4320 IF YY > E5 THEN 4180

4330 REM
4340 REM  COMIENZA CICLO DE Y
4350 REM  Y = PROFUNDIDAD DEL RAYO X PRIMARIO (EXCITADOR)
4360 II = 0
4370 II = II + 1
4380 Y = II * DR
4390 IF Y > E5 THEN 4000

4400 REM
4405 IF Y = YY THEN I =  $RI(E) + DR$  ; GOSUB 6000 ;
      E1 =  $1 - EXP(-I) + I * E1$  ; GOTO 4435
4410 REM
4415 GOSUB 6000 ; REM  DEFINE I
4420 REM
4425 GOSUB 8000 ; REM  CALCULA INTEGRAL E1
4430 REM
4435 A = I ; RL = YY - DR ; GOSUB 7000 ; REM  CALCULA TB(I)
4440 REM

4450 REM
4460 FI =  $CF * C(E) * C(I) + CS(II,E) * E1 * TB(I) * DR * DR$ 
4470 NE = NE + FI
4480 REM  MULTIPLICAMOS POR LA EFICIENCIA EF.
4490 REM  NUMERO DE PROTONES P Y DIVIDIMOS ENTRE 1000
4500 REM  CSX(I,E) SON LAS CUENTAS SECUNDARIAS DEL ELEMENTO I
4510 REM  PROVOCADAS POR EL ELEMENTO EXCITADOR E
4520 CSX(I,E) = NB * P * EF(I) / 1000
4530 PRINT TAB(15);IN; TAB(10);II; TAB(15);ND; TAB(25);CSX(I,E)
4540 GOTO 4370
4550 REM

5000 REM
5005 REM  IMPRIME EL NUMERO DE CUENTAS PRIMARIAS Y SECUNDARIAS

```

```

5030 PRINT
5040 FOR I = 1 TO N
5050 PRINT "CPX(";Z(I);") = ";CPX(I)
5060 NEXT I
5070 PRINT
5080 FOR I = 1 TO N
5090 FOR E = 1 TO N
5100 IF Z(I) >= Z(E) THEN GOTO 5110
5110 PRINT "OSW(";Z(I);";";Z(E);") = ";OSW(I,E)
5120 IF E = N THEN GOTO 5110
5130 NEXT E
5140 NEXT I
5150 PRINT

5200 REM
5210 REM SUMA EL TOTAL DE CUENTAS DE CADA ELEMENTO
5220 PRINT "CUENTAS SECUNDARIAS XX(I) DEL ELEMENTO INTENSIFICADO I"
5230 FOR I = 1 TO N
5240 XX(I) = 0
5250 FOR E = 1 TO N
5260 XX(I) = XX(I) + OSW(I,E)
5270 NEXT E
5280 PRINT "XX(";Z(I);") = "; XX(I)
5290 NEXT I

5300 REM
5310 PRINT
5320 PRINT "TOTAL DE CUENTAS NPS(I) PRIMARIAS Y SECUNDARIAS "
5330 FOR I = 1 TO N
5340 NPS(I) = CPX(I) + XX(I)
5350 PRINT "NPS(";Z(I);") = "; NPS(I)
5360 NEXT I
5370 PRINT "TOTAL DE CUENTAS NT EMITIDAS POR LA MUESTRA "
5380 NT = 0
5390 FOR I = 1 TO N - 1
5400 NT = NT + NPS(I)
5410 NEXT I
5420 PRINT "NT = "; NT

5450 REM
5460 REM PORCENTAJES DE LOS ELEMENTOS EN LA MUESTRA
5470 PRINT "PORCENTAJE DE CUENTAS DE CADA ELEMENTO, CONCENTRACION "
5480 FOR I = 1 TO N
5490 PC(I) = 100 * NPS(I) / NT
5500 PRINT "PC(";Z(I);") = "; PC(I) ; " C(";Z(I);") = ";C(I)
5510 NEXT I
5520 RETURN

6000 REM
6010 REM SUBROUTINA QUE CALCULA LA TRANSMISION DEL RAYO X PRIMARIO
6020 REM DESDE Y MINUSCULA (Y) HASTA Y MAYUSCULA (YY)

```

```

6030 T = MICR) + ABS (Y - T)
6040 RETURN
7000 REM
7010 REM SUBROUTINA QUE CALCULA LA ATENUACION A LA SALIDA TRCA)
7020 REM A = ELEMENTO ABSORBIDO (ATENUADO) POR LA MUESTRA
7030 TR(A) = (RL + DR / L) * ALC(A)
7040 IR(A) = EXP (-TR(A) / CD)
7050 RETURN

8000 REM
8010 REM SUBROUTINA QUE CALCULA INTEGRAL EI(T), DADA T > 0
8020 IF T < .5 THEN 8060
8030 IF T < 2 THEN 8090
8040 IF T < 10 THEN 8120
8050 EI = 0 : GOTO 8150
8060 FOR J = 1 TO 50
8070 IF T >= (J-1) * .01 AND T < J * .01 THEN F = IE(J) + (IE(J+1) -
IE(J)) * (T-.01*(J-1))*100:EI = EI + F*EXP(-T) : 57721: GOTO 8150
8080 NEXT J
8090 FOR J = 52 TO 202
8100 IF T >= (J - 2) * .01 AND T < (J - 1) * .01 THEN EI = IE(J) +
(IE(J+1) - IE(J)) * (T - (J - 2) * .01) * 100 : GOTO 8150
8110 NEXT J
8120 FOR J = 205 TO 250
8130 IF T >= (J-203)*.1 + 2 AND T < (J-202)*.1 + 2 THEN F = IE(J) +
(IE(J+1)-IE(J))*(T-(J-203)*.1+2)*10: EI=F*EXP(-T)/16:GOTO 8150
8140 NEXT J
8150 RETURN

```

	21(1)	WR(1)	FR(1)	DE(1)	A(1)	ZE(1)	R(1)	IF(1)
9001 DATA	1	0	0	.0136	1.008	1	0	13.56
9002 DATA	2	0	0	.0246	4.003	2	0	24.5
9003 DATA	3	0	0	.055	6.939	3	7.05	47
9004 DATA	4	.00045	1	.115	9.012	4	11.232	63
9005 DATA	5	.00101	1	.192	10.811	5	12.361	75
9006 DATA	6	.002	1	.288	12.011	6	13.145	79
9007 DATA	7	.0035	1	.397	14.007	7	14.755	86
9008 DATA	8	.0056	1	.531	15.999	8	15.25	99
9009 DATA	9	.009	1	.687	18.998	9	16.417	118.8
9010 DATA	10	.0134	1	.874	20.183	10	17.748	135
9011 DATA	11	.0192	1	1.08	22.99	11	18.7	141
9012 DATA	12	.0265	1	1.303	24.312	12	18.946	149
9013 DATA	13	.0357	.987	1.558	26.982	13	20.754	162
9014 DATA	14	.047	.971	1.836	28.086	14	20.734	159
9015 DATA	15	.0604	.955	2.142	30.974	15	16.148	168.9
9016 DATA	16	.0751	.938	2.471	32.054	16	17.222	179.2
9017 DATA	17	.0942	.921	2.819	33.453	17	20.216	170.3
9018 DATA	18	.113	.902	3.203	39.948	18	28.633	180
9019 DATA	19	.138	.882	3.607	39.102	19	25.736	189.4
9020 DATA	20	.163	.864	4.036	40.98	20	27.584	195
9021 DATA	21	.192	.841	4.496	44.956	21	25.983	215
9022 DATA	22	.219	.82	4.964	47.9	22	24.292	228

9020 DATA	47	, 127	, 166	, 206	, 247	, 289	, 332
9021 DATA	54	, 138	, 182	, 228	, 276	, 326	, 377
9025 DATA	65	, 154	, 203	, 254	, 307	, 362	, 417
9026 DATA	76	, 174	, 228	, 283	, 340	, 398	, 457
9027 DATA	87	, 191	, 250	, 309	, 370	, 432	, 494
9028 DATA	98	, 214	, 277	, 341	, 407	, 474	, 541
9029 DATA	109	, 245	, 312	, 381	, 452	, 525	, 599
9030 DATA	120	, 277	, 348	, 421	, 496	, 573	, 651
9039 DATA	139	, 385	, 481	, 577	, 674	, 771	, 870

9090 REM COEFICIENTES DE ABSORCIÓN PARA 22, 24, 26, 28, 30 °C

9091 DATA	108.3	, 141.8	, 181.8	, 224.5	, 270.1
9092 DATA	367.9	, 487.9	, 618.6	, 748.5	, 887.7
9093 DATA	360.3	, 459.4	, 569.7	, 680.5	, 792.7
9094 DATA	241.9	, 300.5	, 364.4	, 432.4	, 504.3
9095 DATA	9.18	, 11.91	, 15.02	, 18.52	, 22.41

9100 REM INTEGRAL EMPERICAL Seawater

9101 DATA	1	, 99751	, 99881	, 99995	, 100000
9102 DATA	.98754	, 99952	, 99977	, 99995	, 99999
9103 DATA	.97500	, 99916	, 99978	, 99994	, 99996
9104 DATA	.96372	, 99838	, 99986	, 99997	, 99999
9105 DATA	.95214	, 99788	, 99978	, 99999	, 99999
9106 DATA	.94082	, 99688	, 99969	, 99999	, 99999
9107 DATA	.92976	, 99574	, 99958	, 99999	, 99999
9108 DATA	.91888	, 91674	, 91461	, 91298	, 91097
9109 DATA	.90826	, 90617	, 90406	, 90200	, 89999
9110 DATA	.89787	, 89531	, 89377	, 89176	, 88997
9111 DATA	.88768				
9112 DATA	.87777	, 88482	, 88321	, 88183	, 88044
9113 DATA	.86806	, 88302	, 88296	, 88317	, 88260
9114 DATA	.85858	, 88155	, 88368	, 88288	, 88166
9115 DATA	.84932	, 88039	, 88285	, 88331	, 88009
9116 DATA	.84027	, 87878	, 88192	, 88304	, 87871
9117 DATA	.83144	, 87842	, 88203	, 88208	, 87623
9118 DATA	.82281	, 87804	, 88291	, 88243	, 87591
9119 DATA	.81441	, 87765	, 88248	, 88241	, 87476
9120 DATA	.80618	, 87571	, 88154	, 88103	, 87286
9121 DATA	.79874	, 87471	, 88076	, 88089	, 87231
9122 DATA	.79198	, 87374	, 88127	, 88087	, 87024
9123 DATA	.78587	, 87337	, 88134	, 88216	, 86904
9124 DATA	.78039	, 87299	, 88005	, 88177	, 87243
9125 DATA	.77556	, 87283	, 88165	, 88052	, 86094
9126 DATA	.77141	, 87392	, 88348	, 88108	, 84873
9127 DATA	.76784	, 87414	, 88191	, 88072	, 83757
9128 DATA	.76485	, 87337	, 88136	, 88093	, 82733
9129 DATA	.76245	, 87351	, 88164	, 88195	, 818
9130 DATA	.76022	, 87447	, 88276	, 88107	, 80941
9131 DATA	.75878	, 87617	, 8846	, 88094	, 80152
9132 DATA	.75802	, 87854	, 88709	, 88067	, 89426
9133 DATA	.75833	, 88152	, 88919	, 88087	, 88758
9134 DATA	.75831	, 88506	, 88385	, 88261	, 88142
9135 DATA	.75825	, 88903	, 88796	, 88684	, 87574
9136 DATA	.75783	, 89339	, 89234	, 89151	, 87049

```

9137 DATA .06347, .0635, .06353, .06356, .06359
9138 DATA .06471, .0648, .06487, .06492, .06497
9139 DATA .06627, .06641, .06651, .06661, .0667
9140 DATA .0682, .06842, .06855, .06869, .06885
9141 DATA .07241, .07263, .07278, .07292, .07308
9142 DATA .07489
9143 DATA .73266, .73279, .73292, .73302, .7331
9144 DATA .73881, .73886, .73894, .73901, .73906
9145 DATA .74625, .74637, .74648, .74659, .74672
9146 DATA .80787, .81166, .81526, .81879, .82215
9147 DATA .82538, .8289, .8316, .83456, .83719
9148 DATA .83988, .8425, .84502, .84746, .84982
9149 DATA .85211, .85453, .85693, .85937, .86185
9150 DATA .86256, .86447, .86633, .86814, .8699
9151 DATA .87161, .87327, .87488, .87643, .87801
9152 DATA .87951, .88096, .88234, .88366, .88516
9153 DATA .88649, .88779, .88903, .89019, .8913
9154 DATA .89267, .89381, .89493, .89609, .89717
9155 DATA .89831, .89938, .90037, .9013, .90227
9156 DATA .90323, .90417, .9051, .906, .90687
9157 DATA .90776, .90861, .90946, .91027, .91108
9158 DATA .91187, .91266, .91342, .91417, .91491
9159 DATA .91563

```

```

10000 REM
10005 REM INDIO Z = 49
10010 PRINT "SE CALCULA LA INTENSIFICACION DE LAS LINEAS L DE 49"
10020 PRINT "POR PARTE DE LAS LINEAS E DE LOS OTROS ELEMENTOS ? "
10030 INPUT "SI (1) O NO (2) Y ": SN
10035 IF SN = 2 THEN 4210
10040 WL = 70629 : REM FLOURESCENCIA DEL INDIO
10045 INPUT "DAR ESPESOR DE LOS INTERVALOS DR = " : DR = VAL DR
10050 FOR J = 1 TO 3
10060 REM COEFICIENTES DE ABSORCION N(D) PARA RAYOS X L DE 49
10070 READ R(J)
10080 R(J) = R(J) / 1000
10090 NEXT J

10100 REM
10110 REM COEFICIENTE DE ABSORCION M DE LA MUESTRA
10115 REM PARA RAYOS X L DEL INDIO
10120 M = 0
10130 FOR J = 1 TO 3
10140 R(J) = C(J) * R(J)
10150 M = M + R(J)
10160 NEXT J

10200 REM
10210 RE = .5 * WL * .75
10220 FOR I = 1 TO 4
10230 DA(I) = 6.022 E23 * WR(I) * PR(I) / A(I)
10240 CF(I) = DA(I) * RE * MU(1,5)

```

```

10250 REM
10260 IN = 0
10270 REM NB(I)=RAYOS X L DEL INDIO PROVOCADOS POR EL ELEMENTO I
10280 NB(I) = 0
10290 REM COMIENZA CICLO DE YY
10300 IN = IN + 1
10310 YY = IN * DR
10320 IF YY = ES THEN 10500
10325 II = 0
10330 REM COMIENZA CICLO DE Y
10340 II = II + 1
10350 Y = II * DR
10360 IF Y = ES THEN 10600
10370 IF Y = YY THEN T = MI(I) * DR : GOSUB 8000 :
E1 = 1 - EXP (-T) * T * E1 : GOTO 10400
10380 T = MI(I) * ABS (Y - YY)
10390 GOSUB 8000 : REM CALCULA INTEGRAL E1

10400 REM
10410 RL = YY - DR
10420 REM CALCULA LA ATENDACION A LA SALIDA
10430 TR = (RL + DR / 2) * B
10440 TD = LN(1 + TR / CE)
10450 F(I) = CF(I) * CI(I) * C(DD) * SS(II,I) * E1 * TR * DR * DR
10460 NB(I) = NB(I) + F(I)
10470 PRINT TAB(3);IN; TAB(10);II; TAB(15);NB(I)
10480 GOTO 10330

10500 REM
10510 REM CUENTAS PERDIDAS AL ELEMENTO EXCITADOR 1
10520 PRINT "TOTAL DE CUENTAS DE RAYOS X L DE INDIO "
10540 CII(I) = NB(I) * F * EF(S) / 1000
10550 PRINT "PROVOCADAS POR EL ELEMENTO EXCITADOR "E2(I)
10560 PRINT "CII("E2(I);") = "CII(I)
10570 NEXT I

10600 REM
10610 CLI = 0
10620 FOR I = 1 TO 4
10630 CLI = CLI + CII(I)
10640 NEXT I
10650 PRINT "TOTAL DE CUENTAS CLI DE RAYOS X L DE INDIO "
10660 PRINT "CLI = "CLI

11000 REM
11010 REM COEFICIENTES DE ABSORCION PARA LOS RAYOS X L DEL INDIO
11020 REM EN ABSORBEDORES 22, 24, 26, 28, 49 (PROMEDIO)
11030 DATA 249.702 , 321.6380 , 405.6849 , 502.2605 , 474.624

```

A P E N D I C E B

```

5   REM
10  REM PROGRAMA FICEX2 PARA RAYOS X L.
15  DIM N(5,5) , MU(5)
20  REM DATOS INICIALES DE LOS 5 ELEMENTOS
25  PRINT "NUMEROS ATOMICOS DE LOS 5 ELEMENTOS "
30  Z(1) = 22 : Z(2) = 24 : Z(3) = 26 : Z(4) = 28 : Z(5) = 49
35  FOR I = 1 TO 5
40  PRINT "Z("I;") = ",Z(I)
50  NEXT I
55  REM ENERGIA PROMEDIO DE IONIZACION DE LA CAPA L DEL INDIO
60  UL = 3.70089
65  REM FLORESCENCIA PROMEDIO PARA LA CAPA L DEL INDIO
70  WL = 0.0629

20  REM
25  REM LEA LOS DATOS INICIALES
30  FOR K = 1 TO 5
35  FOR J = 1 TO 5
100  READ N(R,J)
110  FOR I = 1 TO 5
120  IF N(R,I) = Z(I) THEN A(I) = N(R,2) : ZE(I) = N(R,3)
    : KY(I) = N(R,4) : IP(I) = N(R,5)
130  NEXT I
140  NEXT J
150  NEXT R

150  INPUT "ESPESOR DE LA CAPA EN MG / CM2 "; ES
170  PRINT "CONCENTRACION DE LOS 5 ELEMENTOS EN ORDEN "
180  FOR I = 1 TO 5
190  PRINT "C("I;") = "
200  INPUT C(I)
210  NEXT I
215  E0 = 450
220  PRINT "ENERGIA INICIAL EN KEV E0 = "; E0
230  INPUT "ESPESOR DE LOS INTERVALOS EN MG / CM2 "; DR
235  T1 = 45 : T2 = 45
240  PRINT "ANGULOS INCIDENTE T1 Y SALIENTE T2 "
245  PRINT "T1 = ";T1 , "T2 = ";T2
250  C1 = COS (T1 / 57.29578) ; C2 = COS (T2 / 57.29578)
260  REM COEFICIENTES DE ABSORCION EN CM2/G DE RAYOS X L
270  REM DEL ELEMENTO Z(5) = 49 (INDIO) EN ABSORBEDORES Z(J)
290  FOR J = 1 TO 5
300  READ MU(J)
310  MU(J) = MU(J) / 1000
320  NEXT J

```

```

435 REM
440 REM CALCULA EL COEFICIENTE DE ABSORCION KI DE LA MUESTRA
445 REM PARA RAYOS X L DEL ELEMENTO LINDO = 47 (INDIO)
450 MI = 0
460 FOR J = 1 TO 2
465 H(J) = C(J) * MU(J)
470 MI = MI + H(J)
475 NEXT J
480 PRINT "COEFICIENTE DE ABSORCION PARA RAYOS X L DEL INDIO"
490 PRINT "MI = "; MI

500 REM
510 REM CALCULA LAS CONSTANTES DE MONTENEGR0
520 REM AM(I) EN UNIDADES 10-10 EV CM2 / ATOMO
530 FOR I = 1 TO 5
540 AM(I) = 9.0616 * Z(I)
550 BM(I) = 54.38 / IP(I)
560 CM(I) = AM(I) * BM(I)
570 EN(I) = R(I) / CM(I) + BM(I) / 2 + A * Z(I) / (Z + Z(I) * 0)
580 EP(I) = 2 * (EM(I) * Z(I) + DM(I))
590 ED(I) = (Z(I) * 1.4) * BM(I) * (DM(I) * 2) * AM(I) * 2 * DM(I) * 2
600 EM(I) = EN(I) / EP(I)
610 FM(I) = CM(I) * (EM(I) * 2) / DM(I)
620 GM(I) = 2 / (5 * CM(I))
635 NEXT I

700 REM
710 REM INICIALIZA LA SUMA DE RAYOS X L DEL INDIO
720 SX = 0
730 EX = 20
740 RL = 0
750 IN = 0

760 REM
770 REM PARA EL INDIO
780 D = 6.022 E23 * RL / A(47)
790 IF RL >= ES THEN 1170
800 REM COMIENZA INTERVALO
810 IN = IN + 1
820 IF EX < 10 OR IN > 400 THEN 1170

830 REM
840 REM CALCULA EL PODER DE FRENAMIENTO SEGUN MONTENEGR0
850 REM CON UNIDADES REV CM2 / MG
860 U = .1997 * SUR (47)
870 U2 = U * U
880 FOR I = 1 TO 5
890 S1(I) = R(I) * U * EXP (-U)
900 S2(I) = AM(I) + LOG (1 + BM(I) * U2) / U2
910 S3(I) = CM(I) / A1 + DM(I) * U2
920 S4(I) = FM(I) * U2 + U2 / (1 + EM(I) * U2) * 3)

```

```

850 SF(I) = SM(I) * UL * (1.000000 + 0.000000 * I) * (1.000000 + 0.000000 * I)
860 SF(I) = SF(I) * SM(I) * SM(I) * SM(I) * SM(I) * SM(I)
860 REM PARA CONVERTIR DE E.V. EN UNIDADES DE U.M.E. * NS
865 SE(I) = 802.2 * SF(I) / 3.14
870 NEXT I

```

```

900 REM SE CALCULA EL PODER DE FRENAMIENTO DE LA MUESTRA
905 SM = 0
910 FOR I = 1 TO 5
915 SM(I) = C(I) * SE(I)
920 SM = SM + SM(I)
925 NEXT I

```

```

950 REM
955 REM ENERGIA PERDIDA "DE" EN EL INTERVALO DR
960 DE = SM * DR / C1
965 REM ENERGIA PROMEDIO "EA" DEL INTERVALO
970 EA = EK * (DE / 2)
975 REM ENERGIA "EL"
980 EL = EK - DL

```

```

1000 REM
1005 REM SECCIONES EFICACES EN CMZ PARA EL INDIO SEGUN JOHANSSON
1010 N = LOG (ER / (1856 * UL))
1015 N2 = N * N ; N3 = N2 * N
1020 N5 = 3.6082 * 1.57125 * N + 1.06971 * N2 + 7.2093 E-5 * N3
      + 1.0035063 * N4 + N2 * 1.0012510 * N3
1025 S5 = 1E-20 * ER * (NS) * (UL * UL)

```

```

1050 REM
1055 REM NUMERO DE RAYOS X PRIMARIOS PRODUCIDOS POR EL INDIO
1060 REM POR PROTÓN INCIDENTE, EN EL INTERVALO DR.
1065 NX = D + C(3) * S5 * DR
1070 REM
1075 REM ATENUACION A LA SALIDA
1080 TR = (KL + DR / 2) * NI
1085 TB = EXP (-TR / C2)

```

```

1100 REM
1105 REM NUMERO DE RAYOS X QUE SALEN POR ESTERADIAN NT
1110 NT = NX * TB
1115 REM SX TOTAL DE RAYOS X
1120 SX = SX + NT

```

```

1130 REM
1135 REM CALCULA PARA CADA INTERVALO
1140 PRINT "IN = "; IN, "PL*DR = "; PL*DR, "EL = "; EL, "SX = "; SX
1150 EK = EL
1155 KL = KL + DR
1160 GOTO 770

```

```

1170 REM
1175 REM NUMERO P DE PROTONES INCIDENTES SOBRE LA MUESTRA
1180 Q = 30 E-6 ; REM CARGA EN COULOMBES
1185 P = Q / 1.6 E-19
1190 REM EFICIENCIA DEL DETECTOR
1195 EF = 1 E-4

```

```

1200 REM
1205 PRINT
1210 PRINT "TOTAL DE CUENTAS PRIMARIAS PRODUCIDAS POR EL INDIO "
1215 C% = P * LK * EF / 1000
1220 REM DIVIDIMOS ENTRE 1000 PARA TENER LAS UNIDADES CORRECTAS
1225 PRINT "C%":(2A5);" " ; "C%

```

2000 REM	E(1)	A(1)	DE(1)	R(1)	IF(1)
2001 DATA	12	47.9	12	24.292	228
2002 DATA	24	51.996	14	19.9	257
2003 DATA	26	55.847	16	17.502	264
2004 DATA	28	58.71	18	17.702	314
2005 DATA	49	114.010	21	31.127	479

```

2010 REM COEFICIENTES DE ABSORCION PARA LOS RAYOS X L DEL INDIO
2011 REM EN ABSORBEDORES 22, 24, 26, 28, 49
2012 DATA 249.992 , 321.6385 , 405.6345 , 502.9605 , 474.624

```

REFERENCIAS

- [11] S.A.E. Johansson y T.B. Johansson
Nuclear Instruments and Methods. 137 (1976) 473
- [12] PIXE and its Analytical Applications
Nuclear Instruments and Methods. B 22 (1987)
- [13] D. Lichtman. A.W. Czanderna (Ed.)
Methods of Surface Analysis. Elsevier Sci. Publ. Comp., 1975
- [14] W.K. Chu, M.A. Nicolet y J.W. Mayer
Backscattering Spectrometry. Academic Press, 1977
- [15] W.K. Chu. J.F. Ziegler (Ed.)
New Uses of Ion Accelerators. Plenum Press, 1975
- [16] J.A. McHugh
Methods of Surface Analysis. Elsevier Sci. Publ. Comp., 1975
- [17] J.M. Morabito y R.K. Lewis
Methods of Surface Analysis. Elsevier Sci. Publ. Comp., 1975
- [18] E.A. Wolicki. J.F. Ziegler (Ed.)
New Uses of Ion Accelerators. Plenum Press, 1975
- [19] F. Burriel-Martí y J. Ramirez-Muñoz
Flame Photometry. Elsevier Publishing Company, 1957
- [10] E. Merzbacher y H.W. Lewis
Encyclopedia of Physics. Vol. 34. Springer-Verlag, 1958
- [11] D.H. Madison y E. Merzbacher. B. Crasemann (Ed.)
Atomic Inner-Shell Processes. Vol. 1. Academic Press, 1975
- [12] E.C. Montenegro. Tesis Doctoral
Universidad Pontificia Católica de Rio de Janeiro, 1980

- [13] J.D. Garcia, R.J. Fortner y T.M Kavanagh
Reviews of Modern Physics. 49 (1978) 111
- [14] W. Reuter, A. Lurio, F. Cardone y J.F. Ziegler
Journal of Applied Physics. 46 (1975) 3194
- [15] E.C. Montenegro, S.A. Cruz y C. Vargas-Aburto
Physics Letters. 92A (1982) 195
- [16] R. Woldseth
X-Ray Energy Spectrometry. Revex Corporation, 1973
- [17] J.H. Scofield
Physical Review. A9 (1974) 1041
- [18] E.C. Montenegro, G.B. Baptista y P.W.E.P. Duarte
Atomic Data and Nuclear Data Tables. 22 (1978) 131
- [19] E.C. Montenegro, A. Oliver y F. Aldape
Nucl. Instr. and Meth. in Phys. Res. B12 (1985) 453
- [20] C.W. Lewis, R.L. Watson y J.B. Natowitz
Physical Review. A5 (1972) 1773
- [21] S.J.B. Reed
British Journal of Applied Physics. 16 (1965) 913
- [22] M. Abramowitz e I.A. Stegun
Handbook of Mathematical Functions. Dover, 1964
- [23] J. Rickards y E.P. Zironi
Nuclear Instruments and Methods. B29 (1987) 527
- [24] G.G. Johnson y E.W. White
ASTM Data Series. D5 (1970) 46
- [25] A. Castell y A. Dupont
Technologie Professionnelle Générale. Desforges, 1975
- [26] J.F. Janni
Atomic Data and Nuclear Data Tables. 27 (1982) 147
- [27] D.D. Cohen
Nuclear Instruments and Methods. B22 (1987) 55
- [28] J.W. Mayer y E. Rimini
Ion Beam Handbook for Material Analysis. Academic Press, 1977