

47
2ej

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA
DE MEXICO

FACULTAD DE CIENCIAS



ESTUDIO DE LA COMPOSICION DE LA SUPERFICIE
REFLEJANTE DE VIDRIOS COMERCIALES POR
MEDIO DE RETRODISPERSION DE IONES

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 PINEDA SANTAMARIA

DIRECTOR DE TESIS: DR. EDUARDO ANDRADE IBARRA

MEXICO, D. F.

1997

**TESIS CON
VALLA DE ORIGEN**





Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

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

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



UNIVERSIDAD NACIONAL
AUTÓNOMA DE
MÉXICO

M. en C. Virginia Abrín Baule
Jefe de la División de Estudios Profesionales de la
Facultad de Ciencias
P r e s e n t e

Comunicamos a usted que hemos revisado el trabajo de Tesis:

"ESTUDIO DE LA COMPOSICION DE LA SUPERFICIE REFLEJANTE DE VIDRIOS COMERCIALES
POR MEDIO DE RETRODISPERSION DE IONES"

realizado por JUAN CARLOS PINEDA SANTAMARIA

con número de cuenta 7528721-4 , pasante de la carrera de Física.

Dicho trabajo cuenta con nuestro voto aprobatorio.

Atentamente

DR. EDUARDO ANDRADE IBARRA

Director de Tesis

Propietario

DR. JORGE RICKARDS CAMPBELL

Propietario

DR. JUAN MANUEL MENDEZ ACEVEDO

Propietario

DR. JUAN ANDRES ASPIAZU FABIAN

Suplente

FIS. MARGARITA SANCHEZ Y SANCHEZ

Suplente

[Handwritten signatures and initials]
U. N. A.
Juan A. Espinoza F.
[Signature]

Consejo Departamental de Física

DR. ROBERTO ALEJANDRO RUELAS MAYORGA
Coordinador de Licenciatura

[Handwritten signature]

A mis padres:

'Pablo Pineda Pérez

Andrés Santamaría Vda. de Pineda

**A quienes siempre estaré agradecido por su amor,
cariño y comprensión ya que con el mayor de sus esfuerzos
y sacrificios me dieron la más valiosa de las herencias,
mi carrera profesional.**

A mis queridos hermanos:

Ma. Juana, Pablo R. Armando,

**Irma, Martha y Olivia con
mucho cariño.**

A mis sobrina(o)s

**Para que tengan mucho éxito
en la vida y alcancen su felicidad.**

**A Ma. Estela, Francisco y Hugo
por todo éste tiempo que hemos
compartido juntos.**

A la memoria de mi padre

'Pablo Pineda Pérez

Quien recordaré siempre con mucho cariño.

Agradecimientos

Quiero agradecer a mi asesor de tesis Dr. Eduardo Andrade, ya que sin su ayuda la realización de este trabajo no hubiera sido posible.

A mis sinodales por la corrección de esta tesis y sus valiosos comentarios hechos.

Dr. Eduardo Andrade Ibarra
Dr. Jorge Rickard Campbells.
Dr. Juan Manuel Méndez Acevedo.
Dr. Juan Andrés Azpiazu Fabian.
Fis. Margarita Sánchez y Sánchez.

De manera especial quiero agradecer a la Dra. Ma. Esther Ortiz, Dra. A. Oliver, Dr. J. Rickards y al Dr. 'Angel Dacal los conocimientos y el apoyo moral que me brindaron durante el trabajo de tesis.

Al M. en C. Eustacio Pérez Zavala, Lazaro Huerta por su asistencia en el Acelerador Van de Graff 5.5 M.V. y al Fis. Jorge Dorantes y Armando Pineda por su ayuda en la parte electrónica. A la M. en C. Rebeca Trejo por su orientación en la parte geométrica de la teoría.

A mis amigos por su amistad Valentina García, Esther Mata, Rene Carrillo, Ruben Camacho, Jorge Barreto, Adan Colin, Isidro Godínez y Eduardo Colin.

A la empresa Vitro Vidrio Plano por el material proporcionado para este trabajo, en especial al Ing. Roberto M. Cabrera y al Ing. Herbert Scheffuer.

INDICE

INTRODUCCIÓN	1
CAPITULO I: PROCESOS FISICOS DE LAS TECNICAS ANALITICAS DE ORIGEN NUCLEAR PARA EL ANALISIS DE MATERIALES USANDO ACELERADORES.	2-28
1.1 Breve historia del descubrimiento del núcleo atómico.	2
1.2 Necesidades de la construcción de aceleradores de partículas.	5
1.3 Uso de aceleradores de bajas energías en la industria medicina e investigaciones interdisciplinarias.	7
1.4 Técnicas de análisis de materiales con aceleradores.	8
1.4.1. Ecuaciones básicas para el análisis de materiales usando aceleradores.	9
1.5 Análisis de materiales a través de la técnica de retrodispersión de Rutherford.	12
1.5.1. Sección diferencial transversal de Rutherford.	13
1.5.2. Factor cinemático.	16
1.5.3 Sección eficaz atómica de frenado.	17
1.5.4. Esparcimiento de la pérdida de energía (Straggling)	18
1.6 Ecuaciones usadas en el análisis de muestras por la técnica de RBS.	21
1.6.1 Blanco delgado de un sólo elemento.	21
1.6.2 Blanco delgado con dos elementos.	22
1.6.3 Blanco grueso de un elemento.	25
1.6.4 Blanco grueso de 2 elementos.	26
1.7 Técnica de Fluorescencia de rayos X inducidos por partículas Cargadas (PIXE).	27
1.8 Programas de computo para la simulación de experimentos de retrodispersión de iones.	28
CAPITULO II. DESCRIPCION DE LA INSTRUMENTACION EXPERIMENTAL USADA EN LOS ANALISIS DE VIDRIOS.	30-35
II.1 Generalidades sobre aceleradores de partículas.	30
II.2 El laboratorio del acelerador Van de Graff de 5.5 MV del Instituto de Física.	31

11.2.1. Componentes del acelerador Van de Graaff de 5.6 MV.	32
a) Base	32
b) Columna	33
c) Tanque.	34
d) Tubo acelerador	35
e) Terminal de alto voltaje	37
f) Banda.	
11.2.2 Funcionamiento de un acelerador Van de Graaff.	37
a) Generación de alto Voltaje.	38
b) La producción de iones en la TAV.	39
c) Aceleración de iones.	41
11.2.3 Líneas de conducción del haz.	42
11.2.4 El electroimán de 90° Selector de energías.	43
11.2.5 Sistema de estabilización de alto voltaje.	44
11.2.6 Sistemas periféricos asociados al acelerador.	45
a) Gas dieléctrico.	45
b) Consola de control.	46
c) Grúas de 20 y 5 toneladas.	47
11.3 Cámaras de experimentación para detección de partículas con carga eléctrica.	48
11.4 Cámara de experimentación para detección de rayos X.	49
11.5 Electrónica asociada al experimento.	50
11.5.1 Detectores de barrera superficial para partículas con carga eléctrica.	50
11.5.2 Detectores de estado sólido para rayos X.	51
11.5.3 Preamplificador lineal.	52
11.5.4 Amplificador lineal.	52
11.5.5 Convertidor analógico digital (ADC) para el análisis de espectros de energía.	53
11.6 Generalidades sobre el sistema industrial de producción de vidrios por el método de flotación.	54
11.7 Producción de películas reflejantes sobre vidrio por el método de emisión catódica.	55
CAPITULO III. RESULTADOS EXPERIMENTALES Y CONCLUSIONES	58-84
III.1 Detalles experimentales en el análisis de las películas reflejantes.	58
III.2 Resultados de muestras analizadas.	65
111.2.1 Películas producidas por erosión iónica.	65

III.2.2 Muestras producidas por Pirolisis.	74
III.2.3 Películas reflejantes usando Silano.	76
III.2.4 Nueva tecnología en la producción de espejos.	78
III.2.5 Caracterización del recubrimiento color negro de los espejos.	80
III.2.6 Caracterización de la película dorada sobre el Vidrio Mirage.	82
III.3 Conclusiones.	84
Referencias.	85

Introducción

Las películas delgadas son de gran importancia en el estudio actual de la física del estado sólido, debido a sus aplicaciones tecnológicas. El estudio de éstas ha sido muy importante en el desarrollo de la Ciencia de Materiales y el ejemplo más conocido es en la industria de los semiconductores y la microelectrónica. El desarrollo de nuevos superconductores en forma de películas delgadas es uno de los nuevos campos de investigación. Otro tipo de películas de importancia tecnológica son las que se usan en recubrimientos duros, uno de estos materiales son películas a base de compuestos nitruados, tales como TiN, CrTi, Nb, etc.

Las películas reflejantes sobre vidrios han tenido un desarrollo importante en los últimos años y éstos materiales se usan a gran escala en la industria de la construcción, lo cual puede observarse en los modernos edificios, principalmente en las grandes urbes. Las técnicas para producir estas películas a nivel industrial son varias y la tendencia es usar técnicas cuya aplicación sea más económica. Sin embargo, la implementación para producir estas películas requiere de analizarlas, es decir, es necesario determinar la composición química de éstas y su espesor para optimizar su calidad y ahorro en su producción. También puede ocurrir que haya interacción entre las películas y los materiales del sustrato. Una de las técnicas que ha demostrado gran eficiencia para estos propósitos son las técnicas de análisis que se originan con el bombardeo de iones (protones, deuterones, helio, etc.) con energía de algunos MeV. Estas técnicas empezaron a desarrollarse en el año de 1970 y en la literatura se les conoce como IBA, cuyas siglas en el idioma inglés significa Ion Beam Analysis, y en el español se les denomina Técnicas Analíticas de Origen Nuclear (TAON).

Para el uso de estas técnicas se requiere de un acelerador de partículas, quizás por esta razón muchos científicos de ciencias de materiales no piensan en usar estas técnicas por ser la instrumentación relativamente compleja respecto a otros métodos de análisis de materiales. Sin embargo, si se dispone de una de estas infraestructuras las TAON tienen muchas ventajas respecto a otros métodos de análisis.

Las TAON se han establecido en el laboratorio del Acelerador Van de Graaff del Instituto de Física, UNAM y se han usado en muchos proyectos interdisciplinarios. El título de éste trabajo de tesis es: Estudio de la composición de la superficie reflejante de vidrios comerciales por medio de retrodispersión de iones.

El objetivo principal de este trabajo es presentar los resultados obtenidos del análisis de películas sobre vidrios usando dos técnicas: a) Retrodispersión de Iones, la cual se referirá como RBS (cuyas siglas en el idioma inglés significa: Rutherford Backscattering) producidos por el bombardeo de partículas alfa y b) Fluorescencia de Rayos X Inducidos por el bombardeo de partículas con carga eléctrica, la cual se le conoce con las siglas de PIXE (Particle Induced X-Ray Energy Analysis).

El trabajo se estructuró en tres capítulos. En el Capítulo I se presentan los fundamentos y principios físicos en los que se basan las Técnicas Analíticas de Origen Nuclear (TAON) dando mayor énfasis a las técnicas RBS y PIXE.

En el Capítulo II se describe con cierto detalle el Acelerador Van de Graaff de 5.5 MV del IFUNAM y algunos de los equipos asociados que se utilizaron para el análisis de las películas reflejantes usando RBS y PIXE. También se menciona brevemente como se producen los vidrios por la técnica de flotación en estaño líquido y como se producen las películas reflejantes por la técnica de erosión iónica.

El Capítulo III se muestran los resultados y discusión de los espectros de RBS y PIXE que se obtuvieron para el análisis de las muestras.

CAPITULO I

FUNDAMENTOS Y PROCESOS FISICOS DE LAS TECNICAS ANALITICAS DE ORIGEN NUCLEAR PARA EL ANALISIS DE MATERIALES USANDO ACELERADORES.

LI BREVE HISTORIA DEL DESCUBRIMIENTO DEL NUCLEO ATOMICO.

El antecedente más inmediato del desarrollo de los aceleradores de partículas, puede considerarse el descubrimiento de la radiactividad por J.Becquerel, Pierre y Marie Curie a fines del siglo pasado [Becquerel,1896; Curie,1898]. Este descubrimiento científico es uno de los más importantes, porque contribuyó al conocimiento moderno del átomo y al desarrollo de los aceleradores de partículas, los cuales han sido los instrumentos básicos para el estudio del núcleo atómico. La importancia de los aceleradores en la física nuclear es equivalente al telescopio en astronomía y al microscopio en biología.

En esta sección, se mencionarán algunos detalles sobre los experimentos, en los que se usaron materiales radiactivos y de cuyos resultados generaron los avances en el conocimiento sobre la estructura de la materia.

El fenómeno de la radiactividad, es la propiedad que tienen algunos átomos de emitir o radiar espontáneamente energía ionizante, a los átomos que tienen esta propiedad se les denomina átomos radiactivos. Originalmente a estas emisiones se les clasificó con las primeras tres letras del alfabeto griego: α , β y γ .

Las radiaciones de una muestra de radió puede ser analizadas con la ayuda de un campo magnético [Giesel,1898] perpendicular al plano en donde las partículas α (carga positiva) son desviadas a la derecha, las partículas β (carga negativa) se desvían a la izquierda [Rutherford,1903] y los rayos γ o fotones por no tener carga eléctrica no son afectados por el campo magnético. En la fig. I-1 se muestra en forma esquemática el arreglo experimental con el cual se estudiaron los diferentes tipos de radiaciones.

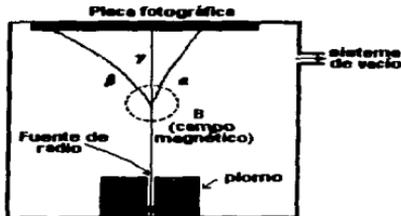


Figura I-1. Arreglo experimental en donde se muestra el efecto que ejerce un campo magnético B que es perpendicular al plano, sobre partículas α , β y γ .

En los resultados de estos experimentos se encontró que la radiación α , que fue identificada por Rutherford [Strutt, 1903] como átomos de Helio ($Z=2$), sin sus dos electrones orbitales. Su masa es aproximadamente 4 veces la del hidrógeno, su carga es positiva de magnitud igual a 2 veces la del electrón. Las partículas α son emitidas a gran velocidad (del orden de 15000 km/seg) con energía monoenergética. Este tipo de radiación tiene un gran poder de ionización y a su vez poca penetración en los materiales, ya que el espesor de una hoja de papel es suficiente para frenarlas.

La radiación β [Rutherford, 1899] son electrones de alta energía, capaces de desplazarse a velocidades cercanas a la de la luz y a diferencia de la radiación α su energía no es monoenergética, pero son más penetrantes ya que pueden atravesar algunos milímetros de metales ligeros.

La radiación γ [Villard, 1900] es la radiación más penetrante presente en la emisión radiactiva. Este tipo de radiación pueden atravesar placas metálicas, algunos metros de concreto o varios centímetros de plomo. Este tipo de radiación son ondas electromagnéticas de gran energía. Su gran penetrabilidad se debe a que los fotones no tienen carga eléctrica y la interacción con el medio que atraviesa debe ocurrir directamente con un electrón pero la probabilidad de que estos encuentros ocurran es pequeña.

En el siglo V a.C. se concibió la existencia de la constitución atómica de la materia y se pensó a el átomo como una unidad indivisible, elemental y sin estructura. Toda esta concepción no tenía ningún fundamento experimental. Fue hasta el siglo XIX donde se pudo esclarecer con precisión la diferencia entre átomo y molécula. Dalton y Avogadro a principios del año 1800 fijaron definitivamente dichas ideas al considerar al átomo como una estructura básica de la constitución de la materia.

Los experimentos de rayos catódicos, también a finales del siglo pasado dieron origen al descubrimiento de una partícula a la cual se le llamo electrón, cuya carga es negativa y su masa es muy ligera, la razón de esta masa con respecto a la del hidrógeno es de $1/1836$ [Eisberg, 1978].

Con el descubrimiento de electrón se especuló que el átomo podía dividirse y fue Joseph John Thomson en el año de 1897 quien propuso uno de los primeros modelos atómicos de la materia conocido como el modelo del panqué de pasas [Rutherford, 1911]. En ese modelo de J.J. Thomson consideraba que la carga positiva de un átomo estaba repartida a través de todo el átomo y los electrones en diferentes regiones del cuerpo, como las pasas del panqué. En la fig. 1-2 se muestra un esquema del átomo según este modelo.

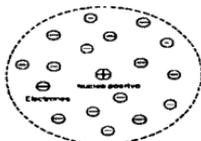


Fig. 1-2 Modelo atómico de Thomson conocido como el modelo del panqué.

En 1907 Rutherford trabajaba en la Universidad de Manchester Inglaterra y tenía como ayudantes a H.W.Geiger de 25 años y a E.Marsden de 18 años. Estos estudiantes realizaron en el año de 1909 un experimento fundamental con el cual se pretendía comprobar el modelo atómico de Thomson [Geiger, 1909].

Este experimento consistió en estudiar las colisiones que sufre un haz de partículas α , provenientes de una fuente radiactiva, al bombardear una lamina muy delgada de oro. Se esperaba que las partículas α sufrieran una pequeña desviación debido a la presencia de los átomos de oro. Sin embargo, sorprendentemente se encontró que una pequeña fracción éstas (1/10000) eran dispersadas hacia atrás, es decir, en la dirección de incidencia. En la Fig. 1-3 se muestra el arreglo de éste experimento. Lo sorprendente de éstos resultados, Feynman [Feynman, 1963] los compara con la sorpresa que tendría una persona que le disparara con un rifle a una almohada, la cual se supone que está llena de plumas y de pronto se encuentra que es herido por una bala que se regresó hacia él. El sujeto del rifle sólo podría explicar este fenómeno argumentando que la bala se regresó debido a que la almohada tenía plumas y objetos masivos, por ejemplo balas de cañón y que el impacto en el centro de estas son las responsables de dicho fenómeno.

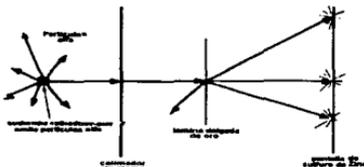


Fig. 1-3 Diagrama esquemático del experimento de dispersión de Rutherford.

Rutherford concluyó que el modelo de Thomson no era válido, ya que no podía explicar la reflexión de algunas partículas α para ángulos mayores de 90° respecto a la dirección de incidencia. Para explicar este fenómeno, Rutherford supuso que los átomos deberían tener un objeto con carga positiva muy masivo y que los electrones giraran alrededor de él. Este objeto se definió como el núcleo del átomo, el cual ocupa un volumen muy pequeño. El modelo atómico así concebido se le comparaba al sistema planetario, en el cual el núcleo sería el sol y los planetas serían los electrones.

Como parte de la experiencia acumulada sobre la estructura de la materia, se ha obtenido con experimentos de colisiones de partículas con átomos su constitución y el orden de sus dimensiones. En la figura 1-4 se puede resumir la estructura de la materia [SSC, 1987].

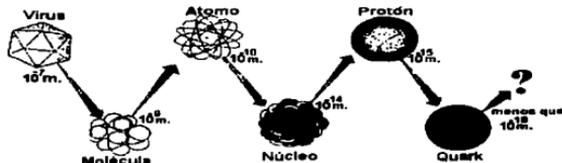


Figura 1-4. Escenario de la estructura de la materia, empezando de lo más pequeño, un virus hasta los quarks.

A pesar de que el número de fuentes radiactivas de partículas α eran muy reducidas y que sólo unos cuantos laboratorios privilegiados podían disponer de ellas, fueron extraordinarios los descubrimientos que se lograron [Bygrave, 1970]. Algunos de los descubrimientos fueron:

- 1) Determinación de los radios de muchos de los núcleos. Las unidades de estos son muy pequeñas respecto a los tamaños de los átomos y se expresan en unidades llamada Fermi cuyo valor es igual a 10^{-13} cm.
- 2) Descubrimiento de reacciones nucleares con la intervención parcial del hombre. La primera reacción que se estudió fue la medida de la energía y el número de protones que resultaban al bombardear átomos de nitrógeno con partículas α produciendo como núcleo residual átomos de oxígeno.
- 3) Descubrimiento del neutrón por Chadwick en el año de 1932 [Chadwick, 1932] fue un descubrimiento esencial para establecer el modelo de los núcleos atómicos.
- 4) Descubrimiento de la radiactividad artificial.

L2 NECESIDAD DE LA CONSTRUCCION DE ACCELERADORES DE PARTICULAS

Los científicos dedicados a la investigación, tuvieron limitaciones experimentales para poder estudiar los núcleos atómicos. Una de éstas limitaciones fue que no había suficiente número de fuentes radiactivas y cuando se disponían de estas, el flujo de partículas α era del orden de 10^7 partículas/seg. Pudiera parecer que este flujo es grande porque tiene un gran número de partículas pero la corriente eléctrica es apenas de 0.01 de nanoamper. Las limitaciones con estos flujos fue que se requería bombardear varios meses un blanco para producir resultados con buena estadística. Otra limitación fue que los físicos no podían variar en forma adecuada la energía y el tipo de proyectiles para bombardear blancos.

Para superar estas limitaciones los físicos nucleares pensaron en desarrollar instrumentos en el cual el usuario pudiera seleccionar: a) el tipo de proyectil, b) su energía, c) el flujo de los proyectiles, d) el enfoque de los proyectiles en el blanco, etc. Cuando se desarrollaron estos instrumentos con estas características se les denominó ACCELERADORES DE PARTICULAS.

El primer acelerador fue terminado, dos décadas después del descubrimiento del núcleo. Los ingleses Cockroft y Walton en el año de 1932 fueron los científicos que construyeron el primer acelerador y usaron un haz de protones de 380 keV para bombardear un blanco de litio y producir como resultado núcleos de helio de alta energía cinética [Cockroft, 1930]. En esta forma se logró la primera reacción nuclear totalmente controlada por el hombre. Por este logro, éstos científicos recibieron el premio Nobel de Física en el año de 1933. Así que, la fantasía de los alquimistas por la edad media de poder convertir un elemento en otro, se logró usando los aceleradores.

La relación entre la energía cinética E de las partículas, el voltaje de aceleración V y la carga q está dada por la ecuación:

$$E = V \cdot q \quad (1-1)$$

donde $q = |ze|$ con $z = 1, 2, 3, 4$ y e es la carga elemental en valor absoluto igual a la del protón.

Las unidades que se usan para la energía es el *julio* (sistema MKS) o el *ergio* (sistema CGS). Sin embargo, para cuantificar la energía de los proyectiles acelerados se acostumbra usar unidades de electrón-volt (eV) o submúltiplos: KeV = 10^3 eV, MeV = 10^6 eV, TeV = 10^{12} eV, etc. Por razones históricas y debido a la relación simple de la ecuación anterior, en la cual la energía es numéricamente igual al voltaje de aceleración, los aceleradores se caracterizan principalmente por la energía máxima de los proyectiles que pueden acelerar. De

acuerdo con la ecuación 1-1 la energía de 1 eV es el cambio en energía cinética que experimenta una partícula con carga en valor absoluto igual a la del electrón al pasar por una diferencia de potencial de un volt.

Desde el inicio de los primeros aceleradores, un parámetro que se pensó en incrementar fue la energía de los proyectiles, ya que ésta es muy importante en las investigaciones de física nuclear y en física de partículas elementales [Livingston, 1962]. La fig. 1-5 es un resumen de la historia de la evolución de los aceleradores con respecto a la energía a través del tiempo [Castañeda, 1992].

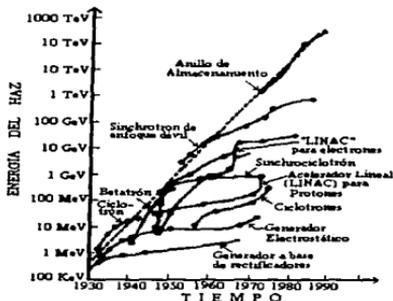


Figura 1-5. Historia grafica del crecimiento de la energía de los aceleradores de partículas a través del tiempo

A los aceleradores se les clasifica según la energía de aceleración de las partículas a) bajas energías ($E \leq 10$ MeV) b) Intermedias energías ($10 \leq E \leq 1000$ MeV) y c) Altas energías ($E \geq 1000$ MeV).

El costo de un acelerador, sus dimensiones físicas y su complejidad está relacionado de acuerdo con la energía de aceleración de las partículas.

El Instituto de Física tiene cuatro aceleradores de tipo electrostático [Andrade, 1990] con voltajes máximos de: 0.7 MV, 2 MV, 5.5 MV y 3 MV. Los tres primeros aceleradores son del tipo Van de Graaff y el último es un moderno acelerador del tipo Pelletron puesto en operación a principios de 1995.

El acelerador de 2 MV es un acelerador vertical de electrones con una altura de 2.00 m, con diámetro exterior de 1 m, peso es de 1.5 ton. y su costo estimado es de 400,000 dólares.

Los otros tres son de iones positivos: El de 0.7 MV es un acelerador horizontal con una longitud 1.20 m, de diámetro exterior de 52 cm y un peso de 500 Kg su costo estimado es de 100,000 dls.

El de 5.5 MV es un acelerador vertical de 8 m de altura, diámetro exterior de 2.50 m, 40 ton. de peso y su costo es de 1.5 millones de dólares.

El último acelerador recientemente instalado es un acelerador electrostático de dos etapas (tipo Tandem) conocido como pelletron, que utiliza un sistema de dos cadenas con pastillas (pellets) de plástico para transportar la carga eléctrica a la terminal. El voltaje máximo que puede aislar la terminal es de 3 MV. Por ser de dos etapas, por ejemplo los protones pueden ser acelerados a una energía de 6.0 MeV. Este

acelerador tiene dos fuente de iones externas y es capaz de acelerar cualquier átomo de la tabla periódica. El pelletron es del tipo horizontal con una longitud de 7 m., diámetro de 1.5 m y peso de 10 ton. su costo fue de 1.6 millones de dólares.

Existe un acelerador lineal de 800 MeV de protones en el Laboratorio Nacional de Los Alamos, Nuevo México en EUA, el cual se le denomina fábrica de mesones, tiene una longitud de aproximadamente 1 Km. y su costo es de más de 1000 millones de dólares.

Otro acelerador pero de tipo circular se encuentra en operación en Batavia en Illinois, EUA y el laboratorio se conoce como laboratorio Fermi cuyo costo es de varios miles de millones de dólares.

Debido a que los aceleradores fueron desarrollados como instrumentos para estudiar el núcleo atómico, cuando se habla de aceleradores se les asocia con una actividad de investigación en física nuclear. Sin embargo, en la actualidad el uso de los aceleradores se ha incrementado en muchos campos tanto en la medicina, industria e investigación interdisciplinaria, principalmente en el análisis de materiales los cuales utilizan aceleradores de bajas energías.

L3 USO DE ACCELERADORES DE BAJAS ENERGIAS EN LA INDUSTRIA, MEDICINA E INVESTIGACIONES INTERDISCIPLINARIAS.

La investigación en física nuclear con aceleradores de bajas energías dejó de ser importante a principios de la década de los sesenta donde mayoría de los programas de investigación en física nuclear experimental en diferentes Universidades e Institutos de varios países dejaron de recibir financiamiento y fueron cerrados. El argumento que se dio fue que la mayor parte de los conocimientos que se podían obtener con estos aceleradores ya se habían logrado. Sin embargo, una nueva era para los aceleradores de bajas energías se inició alrededor de 1970 debido a la aplicación de la interacción de iones con la materia. Los nuevos usos de estos aceleradores están en los ámbitos de a) análisis elemental de materiales b) modificación de materiales por implantación de iones, c) modificación de materiales por irradiación de electrones y rayos gamma, d) Producción de radioisótopos, e) Usos en Medicina (Oncología), etc.

La mayoría de los nuevos usos de estos aceleradores fueron originados en Universidades por científicos que tenían experiencia en física nuclear experimental. El éxito de estas actividades no sólo permitió que la mayoría de los viejos aceleradores continuaran en operación, sino que también nació una demanda por tales instrumentos lo que dio origen a la creación de nuevas industrias tales como: National Electrostatic Corporation, High Voltage Engineering, Varian, etc.

A continuación se mencionan algunos ejemplos de los nuevos usos de los aceleradores de bajas energías en la industria:

1) Aceleradores especiales de baja energía y de alta corriente, a los cuales se les conoce como implantadores de iones, se usan en la industria de los semiconductores y la microelectrónica [Crowder, 1973]. La materia prima que usan estas industrias es el Silicio altamente purificado, con lo cual se fabrican obleas de cristales de Silicio. Películas delgadas de algunas monocapas atómicas de espesor de arsénico, fósforo o boro son implantadas dentro de éstos materiales a una profundidades del orden de 0.1 μm . Estos materiales implantados modifican las propiedades eléctricas del Silicio y se pueden usar para fabricar diferentes componentes electrónicos tales como: transistores, diodos, circuitos integrados, memorias de computadoras, chips, etc. El éxito económico y tecnológico de estas industrias es quizás la razón principal para la nueva era de utilización de éstos aceleradores.

2) Existen aceleradores lineales de electrones en los hospitales de oncología, con los cuales se irradian a pacientes con tumores cancerosos.

3) También en algunos hospitales existen aceleradores (especialmente ciclotrones) dedicados a bombardear átomos de diferentes materiales con el objeto de producir radioisótopos especiales de vida media corta, los cuales son usados en medicina nuclear como trazadores radiactivos y que sirven para el diagnóstico de algunas enfermedades.

4) La esterilización de material quirúrgico, es otro ejemplo de uso industrial [Aden, 1981]

5) La industria lantera usa aceleradores de electrones para inducir la vulcanización de sus productos.

6) Una alternativa para la conservación de alimentos en vez de usar conservadores químicos o refrigeración, es esterilizar éstos con aceleradores de electrones y rayos gamma producidos por el *bremstrahlung* de los electrones. Sin embargo, éste uso de irradiar alimentos ha sido muy limitado. Es interesante mencionar que alimentos irradiados fueron usados por los primeros astronautas que viajaron a la luna.

El tema del análisis de materiales usando aceleradores [Ziegler,1976] ha permitido desarrollar proyectos interdisciplinarios de investigación y se le denomina en la literatura como técnicas de análisis de origen nuclear (TAON) Esta actividad en el idioma inglés se le denomina como: Ion Beam Analysis y que es el tema principal de esta tesis, lo que se discutirá a continuación.

1.4 TECNICAS DE ANALISIS DE MATERIALES CON ACCELERADORES.

Cuando un haz de iones interactúa con la materia pueden ocurrir interacciones atómicas o nucleares, algunas de éstas dan lugar a la emisión de energía y que son específicas de los átomos o, más aún, del tipo del isótopo. La fig. 1-6 resume los posibles fenómenos que pueden ocurrir cuando átomos de un blanco son bombardeados con iones (protones, deuterones, alfa, etc.) con energías del orden de 1 MeV/uam. También se muestran las señales que se pueden emitir y que pueden ser usadas para la caracterización de los átomos de la muestra.

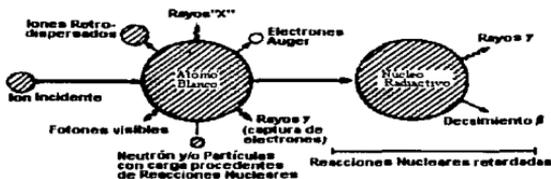


Figura 1-6. Diagrama esquemático que muestra como se sintetizan los fenómenos que pueden ocurrir cuando un ion energético interactúa con un átomo.

La probabilidad de que ocurran las diferentes interacciones varía con el tipo de proyectil y la energía de los iones. Esta probabilidad es proporcional a la sección transversal de la interacción y se mencionará posteriormente. Algunos de los fenómenos [Amsef, 1971; Donning, 1973] que se pueden presentar son:

1. Dispersión elástica de los iones por los núcleos de los átomos de la muestra (BS y RBS, cuyas siglas en inglés son: Backscattering and Rutherford Backscattering debido a que con ésta técnica las partículas son medidas a ángulos grandes respecto a la dirección de incidencia).

2.- Reacciones Nucleares (RN). Estas ocurren principalmente si los iones son: deuterones e isótopos de Helio (masas 3 y 4) y son útiles para determinar elementos ligeros en matrices de átomos pesados. Algunos ejemplos son: $^{12}\text{C}(d,p)^{13}\text{C}$, $^{16}\text{O}(d,p)^{17}\text{O}$, $^{16}\text{O}(^3\text{He},p)^{18}\text{F}$, etc.) donde si denotamos la reacción como $X(\alpha,\gamma)Y$ la X es el proyectil, α el núcleo del blanco, y es la partícula que se detecta e Y es el núcleo residual.

3.- Reacciones Nucleares Resonantes (RNR). La interacción puede ser útil para determinar perfil de algún átomo muy específico dentro de una muestra. En el idioma inglés se le denomina: RNR. Un ejemplo es la reacción $^{19}\text{F}(p,\alpha)^{16}\text{O}$.

4.- Detección de Núcleos de Retroceso (ERDA cuyas siglas significan Energy Recoil Detection Analysis). El ejemplo más conocido es la determinación del perfil de hidrógeno en un sólido cuando se bombardea con un haz de partículas α .

5.- Producción de radioisótopos inducidos con partículas con iones positivos. (CPAA cuyas siglas significan Charged Particle Activation Analysis). Ejemplos son la producción de ^{11}C y ^{11}N que decaen por la emisión de positrones y que son producidos por las siguientes reacciones nucleares: $^{12}\text{C}(d,n)^{11}\text{N}$, $^{12}\text{C}(^3\text{H},\alpha)^{11}\text{C}$, $^{16}\text{O}(p,\alpha)^{13}\text{N}$.

6.- Espectroscopia de Masas usando aceleradores. (AMS cuyas siglas significan Accelerator Mass Spectrometry). Existen en el mundo como 20 aceleradores que se usan para determinar la cantidad relativa de ^{13}C respecto a ^{12}C y ^{12}C , con el propósito de medir antigüedad de objetos.

7.- Fluorescencia de Rayos X Inducidos por Partículas Cargadas. (PIXE cuyas siglas significan Particle Induced X-Ray Energy). La interacción en este caso entre iones y la muestra es a nivel atómico, sin embargo se le identifica como una técnica de origen nuclear.

8.- Espectroscopia de electrones Auger producidos por iones positivos, este tipo de análisis no tiene un nombre especial y está en desarrollo.

9.- Uso de micro haces para el análisis de materiales (MB cuyas siglas significan Micro-Beam). Existen en el mundo unos 30 aceleradores que tienen la facilidad de enfocar el haz en la muestra en un diámetro del orden de 1 μm y hacer estudios en forma similar como se hace con sondas de electrones en microscopios electrónicos.

Para el análisis de las muestras que se reportan en esta tesis, solo las técnicas de origen nuclear RBS y PIXE fueron utilizadas por lo se describirán a continuación.

L4.1. ECUACIONES BASICAS PARA EL ANALISIS DE MATERIALES USANDO ACCELERADORES.

Los arreglos experimentales para investigar datos nucleares y analizar diferentes propiedades de materiales usando un acelerador son básicamente los mismos. Este tipo de arreglo en principio es similar al utilizado por Geiger y Marsden cuando descubrieron el núcleo atómico. La fig. 1-7 muestra esquemáticamente este arreglo que representa un blanco delgado de espesor t (cm) y densidad atómica N (átomos/cm³). Un haz de partículas incide sobre el blanco que se encuentra perpendicular a la dirección de incidencia del haz. Además se coloca un detector a un ángulo θ y ángulo sólido $\Delta\Omega$.

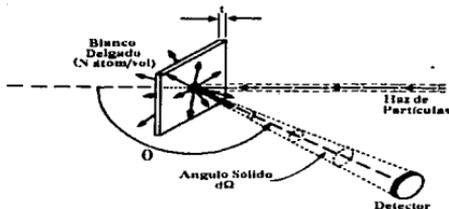


Figura 1-7. Diagrama de un experimento típico con un acelerador, cuando el blanco es delgado, este diagrama se usa también para definir el concepto de sección transversal

Si Q es el número de iones en la muestra, la altura H para el canal que corresponde a la energía $K.E.$, de los que son retrodispersados dentro del ángulo sólido Ω en la dirección θ y suponiendo que el sistema de detección tiene una resolución infinita es:

$$H = Q \cdot \Delta\Omega \frac{d\sigma}{d\Omega} (E, \theta, \phi) N \cdot t \quad (1-2)$$

La ecuación 1-2 también se llega a usar para definir el concepto de sección transversal $\frac{d\sigma}{d\Omega}$ la cual se puede medir experimentalmente si el espesor y la densidad del blanco son conocidas, ya que los otras cantidades tales como H , Q y Ω , son obtenidas experimentalmente.

Las unidades de $\frac{d\sigma}{d\Omega}$ son de cm^2 y debido a que su magnitud está relacionada con el área de los núcleos atómicos, estas áreas son muy pequeñas, por lo que se usa una unidad apropiada denominada el barn y se abrevia con la letra b . Un barn es igual a 10^{-28}cm^2 .

La $\frac{d\sigma}{d\Omega}$ se denomina según el fenómeno que se produce por el bombardeo. Si la interacción ocurre con los núcleos del átomo a la sección se le denomina: a) elástica, b) reacción nuclear, c) resonancia nuclear resonante, etc. Si la interacción ocurre con el átomo, se puede hablar de sección de ionización atómica, sección de producción de rayos X, etc.

Uno de los parámetros que ha interesado a los físicos nucleares es la medida de $\frac{d\sigma}{d\Omega}$ actividad que se ha desarrollado por varias décadas. La $\frac{d\sigma}{d\Omega}$ depende del proyectil y de su energía E además de los ángulos θ y ϕ . Esta cantidad para reacciones nucleares en general es muy difícil de calcular, debido a que las fuerzas nucleares aún no son bien conocidas.

El uso de las técnicas de origen nuclear para el análisis de materiales invierte el objetivo del

experimento, se supone que la $\frac{d\sigma}{d\Omega}$ es conocida y del experimento se deduce la composición del blanco, es decir, la densidad atómica superficial $N \cdot t$ (átomos/cm²). La ecuación 1-2 se puede reescribir como:

$$N \cdot t = \frac{H}{Q \Delta \Omega \frac{d\sigma}{d\Omega}(E, \theta, \phi)} \quad (1-3)$$

La precisión de éste método dependerá de la exactitud con que la sección sea conocida. Para el análisis de materiales usando reacciones nucleares debido a la dificultad de conocer teóricamente $\frac{d\sigma}{d\Omega}$ se recurre a usar valores experimentales y existen manuales que han recopilado dichos datos [Mayer, 1977]. Los siguientes ejemplos son tomados de la literatura, la figura 1-8 muestra una sección diferencial de reacción nuclear $^{16}\text{O}(d,p)^{17}\text{O}$ [Kim, 1967] en función de la energía incidente a un ángulo $\theta_{lab} = 87^\circ$ fijo.

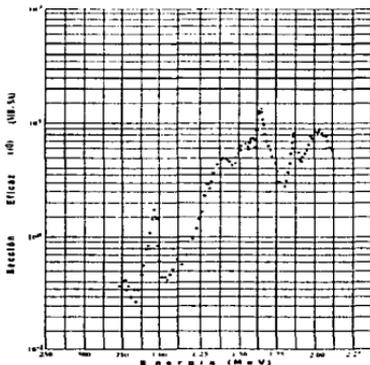


Fig. 1-8. Sección diferencial de reacción nuclear $^{16}\text{O}(d,p)^{17}\text{O}$ en función de la energía incidente a un ángulo $\theta_{lab} = 87^\circ$.

La fig. 1-9 es una sección diferencial elástica en función de la energía incidente de la dispersión elástica del sistema $^{16}\text{O}(\alpha,\alpha)^{16}\text{O}$. El pico que observa en ésta figura para $E = 3.050$ MeV corresponde a una resonancia nuclear, que en los últimos años se ha usado para medir la concentración de oxígeno en

superconductores y en el estudio de oxidación de aleaciones [Cameron, 1953].

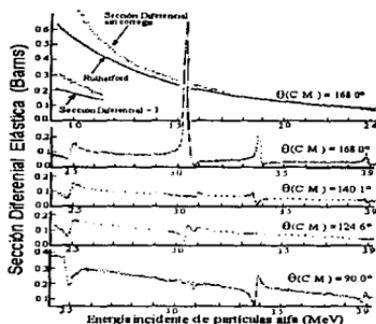


Fig. 1-9 Ejemplo de la sección diferencial elástica en función de la energía incidente de la dispersión elástica del sistema $^{13}\text{C}(\alpha,\alpha)^{16}\text{O}$.

1.5. ANALISIS DE MATERIALES A TRAVÉS DE LA TÉCNICA DE RETRODISPERSION DE RUTHERFORD.

La técnica de análisis de materiales usando aceleradores es la conocida como RBS (siglas en inglés) y es altamente apreciada por los investigadores de ciencias de materiales. Se han publicado miles de artículos científicos los cuales han usado esta técnica.

El éxito del desarrollo de la técnica de RBS y su uso en gran escala es que la $\frac{d\sigma}{d\Omega} (E, \theta, \phi)$ se puede calcular en forma exacta y describir por una función analítica, conocida como la sección diferencial transversal de Rutherford. El nombre a esta expresión es en honor al científico inglés quien originalmente desarrollo esta teoría. La teoría de RBS es ampliamente discutida en la literatura [Chu, 1978].

Algunas de las ventajas de esta técnica son:

- 1) Es rápida (10 minutos) para obtener información de la muestra.
- 2) Sensible a la deducción de perfiles de elementos dentro de la muestra.
- 3) Técnica cuantitativa absoluta tanto para determinar concentraciones y profundidad de elementos.
- 4) Cuando se usa RBS y Channeling [Morgan, 1974] se obtiene información de Perfección Cristalina.

Desventajas:

- 1) Resolución en profundidad entre 200Å a 300Å.
- 2) Insensible al estado químico de los elementos.
- 3) No es muy sensible a la determinación de Trazas de elementos ligeros (C, N, O, etc.).
- 4) Las muestras requieren bombardearse en vacío (como mínimo 10^{-5} torr).

Los principios en los que se basa la teoría de RBS se presenta dividido en los siguientes subtemas: 1) Sección de Rutherford, 2) Factor cinemático, 3) Potencia de frenamiento de iones en la materia y 4) Factor de esparramiento (Straggling en inglés) de pérdida de energía. Se presenta a continuación un breve resumen sobre éstos principios.

1.5.1. SECCION DIFERENCIAL TRANSVERSAL DE RUTHERFORD.

Las hipótesis que uso Rutherford para deducir su famosa ecuación supone que tanto el proyectil como el núcleo del blanco son dos esferas rígidas con carga eléctrica positiva distribuida uniformemente, con valor Z_1 , e, radió R_1 , masa M_1 y Z_2 , e, radió R_2 , masa M_2 respectivamente. La energía E_0 del proyectil está por debajo de la barrera Coulombiana. Por lo tanto, la fuerza que describe la dispersión del proyectil debido al núcleo del blanco es descrita por la fuerza repulsiva Coulombiana:

$$\vec{F}_{12} = \left(Z_1 \cdot Z_2 \cdot e^2 \right) \frac{1}{r^2} \hat{r} \quad (1-4)$$

siendo r la distancia entre las dos partículas y \hat{r} un vector unitario.

La colisión del proyectil con el núcleo del blanco es una dispersión elástica y ocurre como una colisión de dos esferas rígidas. El proyectil disminuye su energía, debido a que le transmite parte de su momento al núcleo del blanco.

La sección $\frac{d\sigma}{d\Omega}$ puede ser calculada teóricamente con exactitud si las hipótesis anteriores se cumplen tal como lo hizo Rutherford y cuya formula es:

$$\frac{d\sigma}{d\Omega} = \left[\frac{Z_1 Z_2 e^2}{2 E_0 \sin^2(\theta)} \right]^2 \frac{\left\{ \cos\theta + \left[1 - \left(\frac{M_1}{M_2} \sin\theta \right)^2 \right]^{1/2} \right\}^2}{\left[1 - \left(\frac{M_1}{M_2} \sin\theta \right)^2 \right]^2} \quad (1-5)$$

ésta ecuación es para el sistema de coordenadas del laboratorio, siendo θ y ϕ los ángulos en que los proyectiles fueron desviados. Una aproximación [Chu, 1978] para ángulos grandes si $\frac{M_1}{M_2} \ll 1$ es

$$\frac{d\sigma}{d\Omega} = \left(\frac{Z_1 Z_2}{4 E_0} \right)^2 \left[\sec^2\left(\frac{\theta}{2}\right) - 2 \left(\frac{M_1}{M_2} \right)^2 \right]$$

con E_0 en MeV y $\frac{d\sigma}{d\Omega}$ en $\left[\frac{\text{mb}}{\text{Sr}}\right]$.

Las condiciones en que las hipótesis de Rutherford son válidas pueden ser discutidas en la forma siguiente. Se supone que la energía de bombardeo está dada por la fórmula clásica:

$$E_0 = \frac{1}{2} M_1 v_1^2 \quad (1-7)$$

La ley de conservación de energía para este sistema se puede escribir como:

$$E_0 = V(r) + \frac{1}{2} M_1 v_1^2 = \frac{Z_1 Z_2 e^2}{r} + \frac{1}{2} M_1 v_1^2 \quad (1-8)$$

El pozo de potencial es un modelo para indicar que si el proyectil y el blanco están a distancias más pequeñas que sus radios actúan fuerzas nucleares, las cuales son atractivas. La fig. 1-10 es una forma esquemática de este modelo. A la energía E_0 , se le denomina energía de la barrera Coulombiana y se calcula como la energía potencial Coulombiana de dos esferas con carga eléctrica que representan al proyectil y el núcleo del blanco cuando están en contacto superficial, siendo esta:

$$E_c = V(R_1 + R_2) = \frac{Z_1 Z_2 e^2}{R_1 + R_2} \quad (1-9)$$

Si $E_0 < E_c$, la fuerza repulsiva Coulombiana impedirá que el proyectil toque al blanco y sólo se puede acercar a éste una distancia mínima R_m , tal que $R_m > R_1 + R_2$. El Análisis de la ecuación 1-4 implica que la energía del proyectil para $r < R_m$ sería negativa, lo cual físicamente no es posible. A medida que se aumenta la energía de bombardeo E_0 , R_m disminuye y en el límite tal que $E_0 = E_c$, se tiene que $R_m = R_1 + R_2$. Si $E_0 > E_c$, entonces el proyectil puede penetrar al blanco y la fuerza que actúa en el sistema además de la fuerza Coulombiana actuarán también las fuerzas nucleares, las cuales son atractivas y de corto alcance. La fuerza nuclear se representa por el pozo de potencial. De lo anterior se desprende que del punto de vista de la mecánica clásica solo puede haber reacciones nucleares si $E_0 \geq E_c$.

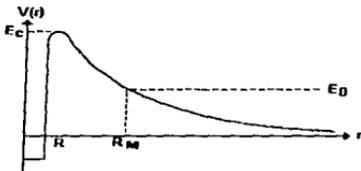


Fig. 1-10 Gráfica entre el potencial Coulombiano repulsivo y el potencial nuclear atractivo de una interacción entre el núcleo y la partícula incidente en función de la distancia

De la discusión anterior se deduce que la formula de Rutherford será valida para energías $E_c \ll E_c$. Sin embargo, ésta aseveración no siempre es cierta, ya que existe un fenómeno solamente explicable por la mecánica cuántica llamado el efecto túnel, el cual predice que puede haber reacciones nucleares para $E_c \ll E_c$. Existen muchos ejemplos, siendo uno de estos la reacción nuclear $^{19}\text{F}(p,\alpha)^{16}\text{O}$ para energías $E_c < 1$ MeV. La sección transversal de ésta reacción muestra picos muy angostos a energías $E_c = 224, 340$ y 484 MeV. Estas energías se les llama energías de resonancia.

La E_c puede calcularse en unidades de MeV usando la relación entre los radios de los núcleos R y el número de masa atómica A, que es la suma de Z protones y la suma de N neutrones y está dada por:

$$R = r_0 \cdot A^{1/3} \quad (I-10)$$

con $r_0 = 1.1 \times 10^{-13}$ cm sustituyendo la ecuación anterior en la ecuación I-9 y usando el valor de $e^2 = 1.44 \times 10^{-13}$ MeV cm. Se puede calcular fácilmente E_c en unidades de MeV como:

$$E_c = \frac{144 \cdot (Z_1 \cdot Z_2)}{(A_1 + A_2)^{1/3}} \quad (I-11)$$

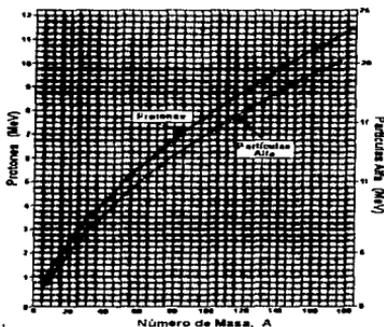


Fig. 1-11 Gráfica donde se muestra la altura de la Barrera Coulombiana para diferentes núcleos cuando son bombardeados con partículas α y protones.

La fig.1-11 muestra una gráfica de E_c para diferentes núcleos de la tabla periódica cuando se usan como proyectiles protones y partículas α . Una conclusión importante aunque es obvia, es que E_c tiene el doble de valor cuando se usan partículas α que cuando se usan protones como proyectiles. Estas gráficas

son muy útiles para estimar si la $\frac{d\sigma}{d\Omega}(E, \theta, \phi)$ puede usarse como la calculada por la ecuación 1-3, aunque debido al efecto túnel es más seguro revisar en la literatura estos datos. Sin embargo, mientras $E_0 \ll E_c$ se tendrá un factor de seguridad mayor de poder usar la fórmula de Rutherford.

Por lo anterior, en la práctica es común usar como proyectiles partículas α con energías $E_0 \leq 2.0$ MeV y usar el detector para ángulos grandes ($\Omega > 150^\circ$). En estas condiciones la ecuación (1.3) es válida aun para el caso más desfavorable de núcleos ligeros, tales como B, C, N, O, etc. La razón de usar ángulos grandes es que la variación de la sección con el ángulo θ es pequeña que cuando se utilizan ángulos menores de 150° .

1.5.2 FACTOR CINEMATICO.

El factor cinemático es un caso particular de la cinemática de colisiones cuando puede ocurrir reacciones nucleares (RN) entre un proyectil x , un núcleo blanco X . Por efecto de la colisión se producen diferentes partículas a las iniciales: y e Y . La partícula y es la que se detecta, mientras que Y se denomina núcleo residual. La notación para indicar este tipo de RN es: $X(x,y)Y$. La fig. 1-12 es un diagrama esquemático para representar esta RN.

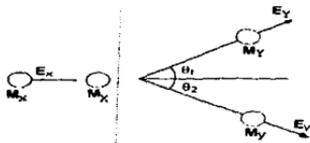


Fig. 1-12 Esquema donde se muestra una partícula incidiendo sobre un núcleo del blanco que está en reposo y las partículas resultantes después de la colisión.

Usando las leyes de conservación de energía del sistema se da origen a la definición de la Q de la Reacción Nuclear, la cual es la diferencia de masas antes y después de la colisión, pero también se define como diferencia de energía antes y después de la R.N. dada por:

$$Q = [M_x + M_X - (m_y + M_Y)]c^2 = E_x + E_X - E_y - E_Y \quad [\text{MeV}] \quad (1-12)$$

El valor Q puede ser positivo, negativo ó cero. Cuando $Q > 0$ las RN se llaman exoenergéticas y si $Q < 0$ se les denomina endoenergéticas; el caso $Q = 0$ es el de dispersión elástica.

La cinemática de las RN consiste en calcular la energía (cinética) E_y de las partículas "y", cuando se dan los siguientes datos: La Q , E_x , que es la energía de los proyectiles (se supone que los núcleos blancos

están en reposo o sea $E_Y = 0$), las masas de todas partículas y el ángulo θ del detector con el que se mide y se cuentan las partículas "y". Usando las leyes de conservación del momento.

$$\vec{p}_i = \vec{p}_x + \vec{p}_y \quad (I-13)$$

y la ecuación I-12 se puede obtener [Arya, 1966] E_Y de la siguiente manera.

$$\sqrt{E_i} = a \pm \sqrt{a^2 + b} \quad (I-14)$$

donde

$$a = \frac{\sqrt{m_i m_i E_i}}{M_i + M_i} \cos \theta$$

y

$$b = \frac{E_i (M_i - m_i) + M_i Q}{(M_i + M_i)}$$

En el caso de colisiones clásicas, la $Q = 0$ debido a que: $M_x = M_i$ y $M_x = M_Y$. Usando ésta hipótesis y las ecuaciones: (I-13) y (I-14) se puede deducir que:

$$\frac{E_Y}{E_i} = K = \left(\frac{M_i \cos \theta + \sqrt{M_Y^2 - M_i^2 \sin^2 \theta}}{M_i + M_Y} \right)^2 \quad (I-15)$$

El factor K (se denomina como Factor cinemático) depende del ángulo θ y de las masas del proyectil y del blanco. Puede observarse que $K < 1$. Por lo que en un experimento de dispersión elástica a un ángulo fijo ($0 < 150^\circ$), la energía de las partículas dispersadas variará debido a que varía el factor K según la masa del núcleo dispersor. Puede observarse de la ecuación. (I-15) que el valor de K es cercano a la unidad cuando $M_i \ll M_Y$, por lo que $E_i \approx E_Y$, y que el valor de $K \ll 1$ cuando M_i tiene valores cercanos a M_Y , por lo que E_i disminuye al valor cero. Por esta característica muchas veces a la técnica de RBS se le denomina como espectrometría de masas por reflexión.

En las tablas I y II obtenidas en el capítulo III, se muestran valores calculados del factor cinemático K cuando se usa como proyectiles un haz de protones y partículas alfa a diferentes ángulos θ , para diferentes núcleos de los blancos (los que se identifican con su símbolo químico).

Comparando los valores de K en estas dos tablas, puede observarse que la diferencia de ΔK para dos masas de núcleos vecinos es mayor con partículas α que con protones; es decir, la separación en energías de las partículas dispersadas será mayor para partículas α que para protones.

1.5.3 SECCION EFICAZ ATOMICA DE FRENADO.

Otra cantidad de importancia para el análisis de materiales usando aceleradores es el fenómeno de pérdida de energía de los proyectiles, debido a la interacción de éstos con la nube de electrones de los núcleos de los átomos bombardeados. Esta pérdida de energía actúa como una fuerza de freno que hace disminuir la energía de los iones incidentes llegando a la pérdida total, es decir tener energía final cero. Este fenómeno

hace posible que se pueda establecer una relación entre pérdida de energía de los iones y los espesores de materiales y así obtener el perfil de algunos elementos dentro de la muestra analizada.

La descripción de esta pérdida de energía se conoce en la literatura como potencia de frenamiento. Para ilustrar este fenómeno se hace referencia a la fig. I-13, en la cual se supone que una película delgada de espesor t es bombardeada con iones monoenergéticos de energía E_0 (tales como: p, d, ó α).

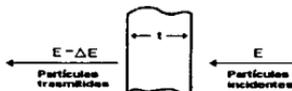


Fig. I-13. Modelo experimental para medir la pérdida de energía ΔE de una partícula en un medio denso.

La pérdida de energía $\frac{\Delta E}{t}$ [MeV/cm] se le denomina poder de frenamiento o potencia de frenamiento. Debido a que ΔE es proporcional al espesor t y a la densidad superficial de átomos N (átomos/cm²), ésta relación se puede escribir como:

$$\Delta E = -\epsilon N \cdot t \quad (I-16)$$

El factor de proporcionalidad ϵ se le denomina como sección transversal atómica de frenamiento. Las unidades de ϵ normalmente se expresan en: 10^{-15} eV-cm².

El signo negativo en la ecuación I-16 se debe a que la energía del proyectil disminuye, siendo ΔE negativo (energía final - energía inicial) y se quiere definir ϵ como una cantidad positiva.

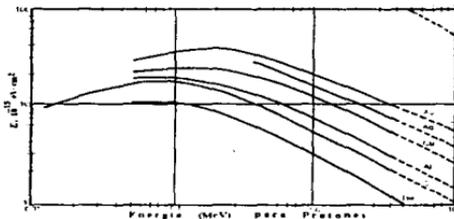
La sección transversal atómica ϵ depende de muchos parámetros, tanto del proyectil como de los átomos de la muestra. Derivar funciones analíticas ha sido de interés para muchos científicos y fue N. Bohr quien desde el año de 1915 hizo un tratamiento clásico [Bohr, 1915]. H. Bethe en el año de 1930 dedujo una expresión para ϵ usando un tratamiento con la mecánica cuántica [Bethe, 1930 y 1932]. En la actualidad aun es tema de investigación tanto teórica como experimental y se han reportado cientos de investigaciones en éste tema.

No es el objeto de éste trabajo reproducir alguna de las teorías para ϵ y solamente mencionaremos que ϵ en todas las teorías predice que:

$$\epsilon \gg \frac{Z_1^2 Z_2}{E_0} \quad (I-17)$$

En la práctica los valores de ϵ se obtienen de tablas que han sido preparadas por diferentes autores los cuales han desarrollado y compilado valores experimentales de ϵ y hacen ajustes de funciones para describir a estos en forma analítica. Uno de los autores que han generado dichas tablas son entre otros: Montenegro, E. C., Cruz, S. A., Vargas-Aburto [Montenegro, 1982].

En la practica también se usan gráficas de ϵ en función de la energía de bombardeo para diferentes átomos. En la fig. I-14 se muestran algunos ejemplos de estas gráficas cuando se usan protones como proyectiles. Si se tiene los valores de ϵ para protones, éstos se pueden obtener para partículas α multiplicando ambas escalas por un factor de 4.



En la fig. I-14 Se tienen los valores de ϵ para protones, éstos pueden convertirse para partículas α multiplicando ambas escalas por un factor de 4.

Cuando el material que forma el blanco está compuesto por más de un elemento, la sección eficaz de frenamiento es la suma de las secciones eficaces de cada uno de los elementos que lo forman. Por ejemplo, para un compuesto o molécula de dos elementos A_mB_n , siendo m y n las cantidades relativas. Bragg postuló que la sección de frenamiento [Bragg, 1905] se podía escribir como:

$$\epsilon^{A_nB_m} = m\epsilon^{A_n} + n\epsilon^{B_m} \quad (I-18)$$

donde $\epsilon^{A_nB_m}$ es la sección eficaz de frenamiento en un material compuesto por m átomos de A y n átomos de B, ϵ^{A_n} y ϵ^{B_m} son las secciones eficaces de A y B respectivamente.

La generalización es obvia para un compuesto o molécula compleja de n átomos. El postulado anterior se le denomina Ley de Bragg y se ha comprobado su exactitud para la mayoría de aleaciones y compuestos.

1.5.4 ESPARCIMIENTO DE LA PERDIDA DE ENERGÍA (STRAGGLING)

Las fluctuaciones de pérdida de energía de iones energéticos cuando inciden en un material se le llama esparcimiento en la energía, en el idioma inglés se identifica por Stragglng [Holloway, 1938]. La fig. I-15 que se usó para discutir los conceptos de ϵ se puede usar también para ilustrar éste fenómeno. El blanco de espesor t , densidad atómica N , t y número atómico Z_2 es bombardeado con iones monoenergéticos de energía E_0 y carga eléctrica Z_1 .

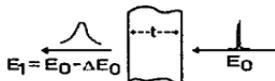


Fig. 1-15 Diagrama esquemático para ilustrar el esparcimiento de energía. La dispersión de energía de los iones incidentes puede representarse por una δ de Dirac.

La dispersión de energía de los iones incidentes puede representarse por una δ de Dirac. El efecto del blanco es una pérdida de energía ΔE , por lo que la energía de los iones después del blanco es:

$$E_1 = E_0 - \Delta E \quad (1-19)$$

sin embargo, los iones emergentes del blanco ya no tendrán una energía única, sino que tienen una distribución en energías cuyo promedio es E_1 . Esta dispersión en energías limita el análisis de materiales en películas gruesas debido a que empeora la resolución tanto de masas como de energía.

Existen muchas teorías para explicar esta distribución en energías y una de las teorías más simples es la teoría de [Bohr, 1915] quien explica dicha distribución por una función Gaussiana con promedio E_1 y con desviación estándar Ω dada por:

$$\Omega^2 = 4\pi (Z_1 \cdot e^2)^2 Z_2 N \cdot t \quad (1-20)$$

Otras teorías más modernas y sofisticadas que la de Bohr, es la teoría de Lindhard y Scharff [Lindhard, 1961] pero en la práctica la teoría de Bohr es suficiente para el análisis de materiales.

El efecto de Straggling en un blanco grueso se ilustra esquemáticamente en la fig. 1-16 donde se indica el ensanchamiento de la energía del haz por las Gaussianas, siendo estas cada vez más anchas entre más penetra el haz.

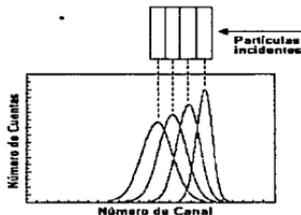


Fig. 1-16. Forma esquemática del efecto de Straggling en un blanco grueso. Se puede observar que a medida que ion penetra en el material las Gaussianas se hacen cada vez más anchas.

L6 ECUACIONES USADAS EN EL ANALISIS DE MATERIALES POR LA TECNICA RBS.

L6.1 BLANCO DELGADO DE UN SOLO ELEMENTO.

La ecuación 1-2 relaciona los parámetros involucrados en un experimento típico con un acelerador de partículas cuando se bombardea un blanco delgado. La determinación de la energía de las partículas producido por el bombardeo de una muestra constituye lo que se llama el espectro de energías y éste se obtiene usando algún tipo de espectrómetro. En el capítulo II se describe con detalle el espectrómetro usado en esta tesis cuyo sensor fue un detector de barrera superficial y electrónica nuclear estándar.

La retrodispersión de partículas α con energías de bombardeo cercanas a 2 MeV se le conoce como RBS estándar y los primeros usos que se le dio fue la determinación de espesores de películas delgadas. El caso más simple es el considerar una película homogénea de un sólo elemento. La fig. 1-17 es un esquema de una película y del espectro de energías que se obtiene al bombardearla con un haz monoenergético de energía de incidencia E_0 .

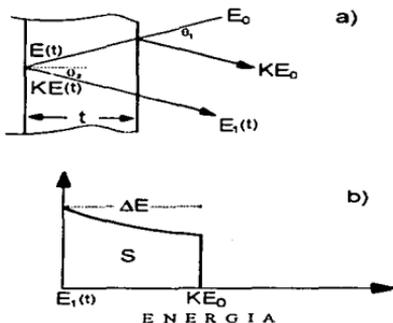


Fig. 1-17 a) Representación de un proceso de retrodispersión de una película delgada homogénea b) espectro de energías generado por la señal de las partículas retrodispersadas.

Las partículas α que son retrodispersadas de la superficie de la película tiene una energía $E = K \cdot E_0$, siendo K el factor cinemático descrito por la Ec. 1-15. Las partículas α al penetrar dentro de la película pierden energía, la cual puede ser calculada usando la sección transversal atómica de frenamiento ϵ . Esta fuerza de freno hace que las partículas pierdan energía y permite relacionar la energía de las partículas retrodispersadas con la profundidad del material.

La ecuación que relaciona la pérdida de energía de las partículas dispersadas en el espesor t es:

$$\Delta E = [c] N \cdot t \quad (1-21)$$

siendo N el número de átomos/cm², al factor $[c]$ se le conoce como factor de sección transversal de frenamiento, los ángulos θ_1 y θ_2 se definen en la fig. 1-21.

El factor $[c]$ es:

$$[c] = \left[\frac{K}{\cos \theta_1} \epsilon_{\text{inc}} + \frac{1}{\cos \theta_2} \epsilon_{\text{out}} \right] \quad (1-22)$$

donde ϵ_{inc} se evalúa a la energía de incidencia de las partículas α , mientras que ϵ_{out} se evalúa a la energía de éstas cuando son retrodispersadas.

La ecuación que se usa para definir el concepto de sección transversal (ecuación 1-2) también relaciona la densidad de área de átomos en el blanco $N \cdot t$ [átomos/cm²] con el número total ($S = \Sigma I$) de partículas α que son detectadas en la siguiente forma:

$$N \cdot t = \frac{S}{Q \cdot \Omega \left(\frac{d\sigma}{d\Omega} \right)} \quad (1-23)$$

Las cantidades S , Q y Ω son determinadas del experimento, mientras que $\frac{d\sigma}{d\Omega}$ se calcula teóricamente con la ecuación (1-5). Es importante recalcar que en muchas situaciones un experimento de RBS da una sobredeterminación de $N \cdot t$ ya que ésta puede determinarse a través de ΔE y en forma independiente de la ecuación 1-23; sin embargo, en el último caso se debe de asegurar poder medir la dosis de bombardeo Q con buena precisión.

Puede observarse que el número de partículas α retrodispersadas a una profundidad t es mayor que las dispersadas cerca de la superficie de entrada debido a que la $\frac{d\sigma}{d\Omega}$ crece como $\frac{1}{E^2}$ al decrecer la energía de las partículas α .

Otra característica de los métodos de análisis de materiales usando aceleradores, es que en la determinación de los espesores de películas lo único que permiten obtener es la densidad de área de los átomos $N \cdot t$, pero no el espesor lineal t . Por otro lado si se quiere encontrar t es necesario conocer la densidad volumétrica (átomos/cm³ ó gramos/cm³) del material por analizar.

L6.2 BLANCO DELGADO CON DOS ELEMENTOS.

Otro ejemplo más complicado que el anterior es cuando se tiene una película homogénea de una mezcla o compuesto atómico de dos elementos A y B con estequiometría m, n . Este compuesto se denota como: $A_m B_n$. Si las masas de A y B difieren lo suficiente tal que su factor cinemático correspondiente sea muy diferente, el espectro de energía de retrodispersión de partículas α dará señales separadas. La fig. 1-18 ilustra esquemáticamente la situación anterior y se muestran los espectros de energía de RBS. Se asume que la masa del elemento A es mayor que la del elemento B.

Las ecuaciones básicas que se usan para la determinación del espesor t [cm] y la estequiometría m/n de las películas de dos elementos A y B (lo cual se puede generalizar fácilmente si hay más de dos elementos)

se pueden deducir y son:

$$t = \frac{\Delta E_A}{N^{A+B} \cdot [\epsilon]_A^{AB}} \approx \frac{\Delta E_B}{N^{A+B} \cdot [\epsilon]_B^{AB}} \quad (1-24)$$

La ley de Bragg se usa para calcular $[\epsilon]_A^{AB}$ y $[\epsilon]_B^{AB}$ en la siguiente forma

$$c^{A+B} = m\epsilon^A + n\epsilon^B \quad (1-25)$$

donde ϵ^A y ϵ^B es la sección eficaz de franjeamiento de los átomos individuales A y B respectivamente. En el espectro de energía de RBS se producen dos picos separados debido a los elementos A y B.

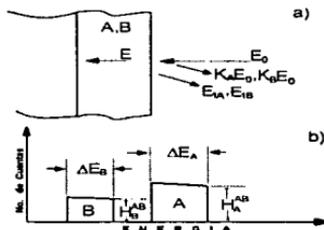


Fig. 1-18. Representación de un proceso de retrodispersión de una película delgada homogénea con dos elementos A y B. Se muestra también esquemáticamente el espectro de energías generado por la señal de las partículas.

La fig. 1-19 es un ejemplo tomado de la literatura [Chu,1978] en donde se muestra el ancho de energía para películas de SiO_2 , $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$, AlN y Ta_2O_5 obtenidos con un haz de ^4He a 2 MeV y un ángulo de 170° . La densidad de las películas se supone la misma que los compuestos en bulto. El valor de $[\epsilon]$ es calculado por la aproximación de energía para dos elementos en una película.

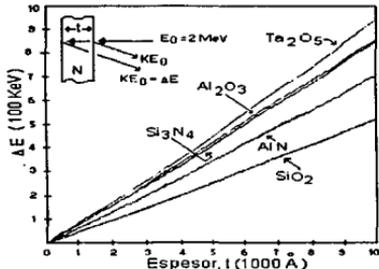


Fig. 1-19. Ancho de energía para elementos pesados en función del espesor para diferentes dieléctricos obtenidos con un haz de ${}^4\text{He}^+$ a 2 MeV y un ángulo $\theta=170^\circ$.

De la ecuación 1-2 se puede deducir el espesor t de la película, obteniéndose la siguiente ecuación para $A^m B^n$:

$$S_A = \Sigma H_A = Q \Omega \sigma_A(E) m N_A^{A^m B^n} \cdot t \quad (1-26)$$

$$S_B = \Sigma H_B = Q \Omega \sigma_B(E) n N_B^{A^m B^n} \cdot t \quad (1-27)$$

Dado que Q y Ω se obtienen de parámetros experimentales las $\frac{d\sigma_A}{d\Omega}$ y $\frac{d\sigma_B}{d\Omega}$ puede calcularse $N^{A^m B^n} t$ despejándolo de las ecuaciones 1-26 y 1-27. La $\frac{d\sigma}{d\Omega}$ depende de la energía incidente de los proyectiles y disminuye debido a la pérdida de energía dentro de la película pudiéndose calcular dicha dependencia.

Si el blanco es delgado puede asumirse que en la superficie $E=E_0$ y a la profundidad t de la película será:

$$E = E_0 - \frac{\Delta E}{\Delta t} \cdot t$$

También para blancos delgados se obtiene la estequiometría m y n de las ecuaciones 1-26 y 1-27 dada por:

$$\frac{m}{n} = \frac{N_A^{A^m B^n}}{N_B^{A^m B^n}} = \frac{S_A \sigma_A(E)}{S_B \sigma_B(E)} \quad (1-28)$$

1.6.3 BLANCO GRUESO DE UN ELEMENTO.

La fig. 1-20 es una representación esquemática de un blanco grueso y el espectro de RBS que se obtiene.

Dada la relación que hay entre pérdida de energía y el espesor donde ocurre la dispersión, es posible calcular el número de eventos debido a la dispersión de núcleos que están a una profundidad z . El número de eventos está dado por:

$$H = Q\Omega \frac{d\sigma}{d\Omega}(E)N \cdot t \quad (1-29)$$

En general éstos cálculos hacerlos en forma manual es tedioso, pero usando computadoras personales se pueden hacer fácilmente.

Para un haz de partículas α de 2.0 MeV en general se puede simular el espectro hasta una profundidad $t \sim 2\mu\text{m}$.

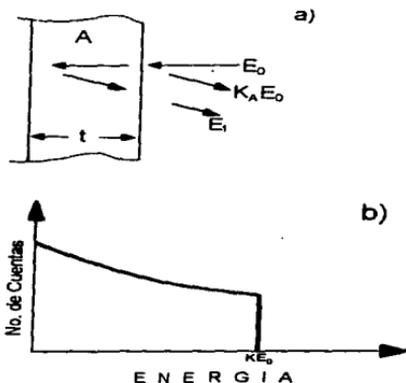


Fig. 1-20. a) Representación del proceso de retrodispersión de un blanco grueso A., b) Espectro de energías generado por la señal de las partículas retrodispersadas.

1.6.4 BLANCO GRIOSO DE DOS ELEMENTOS.

La fig. 1-21 representa un espectro de energía obtenido al bombardear una muestra gruesa homogénea con dos elementos A y B, en el cual A tiene mayor masa que B. Si se considera un material de composición múltiple de n elementos diferentes, se obtendrá el espectro resultado de la superposición de las señales generadas por los elementos que componen el material, como se muestra en la fig. 1-21

Los escalones que presenta el espectro están determinados por los factores cinemáticos de la dispersión de los elementos; de tal manera, que los n escalones se localizan en el canal correspondiente a las energías $K_i E_0$ con $i = 1, 2, 3, \dots$

Las alturas de los escalones del espectro están determinadas por la superposición de las alturas individuales de cada elemento, es decir:

$$H(E_i) = \sum_{i=1}^n H_i(E_i) \quad (1-30)$$

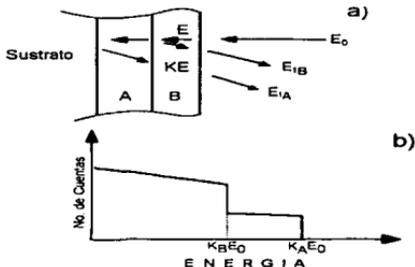


Fig.1-21 a) Proceso de retrodispersión de una película delgada homogénea con dos elementos A y B, b) Espectro de energías generado por la señal de las partículas retrodispersadas de la película de dos elementos A y B.

La generalización para un blanco grueso homogéneo con más de dos elementos es obvia si seguimos el procedimiento que se aplica para un blanco grueso de dos elementos.

L7 TECNICA DE FLUORESCENCIA DE RAYOS X INDUCIDOS POR PARTICULAS CARGADAS (PIXE).

La espectroscopia PIXE es otro de los métodos de análisis de las TAON usada en el análisis de materiales. Consiste en analizar la energía de los rayos X inducidos en los átomos de la muestra por un haz de iones, de donde vienen las siglas en inglés del nombre del método: Particle Induced X-Ray Emission [Woldseth, 1973; Johansson, 1988]. En un átomo, los electrones se encuentran distribuidos alrededor al núcleo en capas o niveles discretos de energía, denotados con los números enteros $n = 1, 2, 3, \dots$ llamados también números cuánticos principales, y se acostumbra también denotarlos con las letras K, L, M, N, ... respectivamente. A la capa K le corresponde la menor energía, aumentando gradualmente para los siguientes niveles. La fig. 1-22 es un diagrama esquemático de los niveles de energía y la denominación de las transiciones de los electrones.

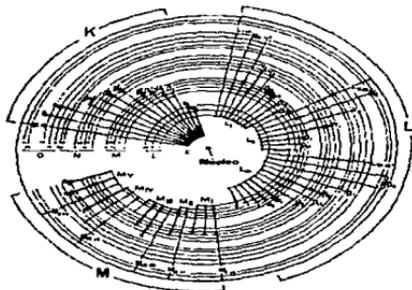


Fig. 1.22. Modelo atómico donde se muestran las transiciones que permiten vacancias electrónicas. Las transiciones se muestran en notación convencional para las líneas de emisión asociadas.

En un átomo en estado estable, los electrones se encuentran distribuidos en los posibles lugares para cada nivel de energía de acuerdo con el principio de exclusión de Pauli [Saxon, 1968] el cual establece que dos o más electrones no pueden tener los mismos estados energéticos (números cuánticos).

Al adquirir un electrón un excedente de energía, éste puede escapar del átomo dejándolo ionizado y en estado excitado. Entonces, algún electrón de niveles más altos tiende a ocupar el lugar vacante, emitiendo un fotón cuya energía depende de la transición y del tipo de átomo que se trate. Si la longitud de onda de los fotones emitidos son del orden de 10^{-8} m a 10^{-12} m se les conoce como rayos X y se producen generalmente en las transiciones que involucran vacancias en las capas K y L.

Al grupo de rayos X producidos por vacancias en la capa K se les llama rayos α_K y a los producidos en la capa L se les llama rayos α_L . Como la energía de los rayos X emitidos es característica de la transición en cada átomo, ésta nos puede dar entonces información sobre los elementos químicos que componen la muestra.

La ionización de un átomo puede realizarse por medio de: 1) radiación electromagnética, 2) fotones, como los producidos por un tubo de rayos X o los emitidos por fuentes radiactivas y 3) por la incidencia de partículas como electrones, protones e iones, con los que se suministra energía a los electrones ligados.

La probabilidad de ionizar un átomo se expresa por medio de la sección eficaz de ionización; análogamente, se define la sección eficaz de producción de rayos X para las capas internas (K,L), las cuales dependen de la forma en que se induce la ionización.

El espectro PIXE consiste prácticamente en una serie de picos correspondientes a las líneas de emisión de rayos X característicos de cada elemento, superpuestos sobre la radiación de fondo. Los picos de un espectro PIXE tienen forma Gaussiana debido a las fluctuaciones en la energía del sistema de detección, la cual afecta directamente la resolución del espectro. La fig. 1-23 presenta el diagrama de un espectro característico de rayos X que se midió con un detector de Si(Li) que se explicará ampliamente más adelante.

En los espectros PIXE la posición de los picos es propia de las líneas de emisión de cada elemento, por lo que su posición no varía en el espectro independientemente de las profundidades a que se encuentren los elementos en la muestra. Esto es una ventaja, pues la forma del espectro a medida que hay varios elementos en la muestra no se vuelve muy complicada como en los espectros de RBS.

Los espectros obtenidos con la técnica PIXE, presentan el inconveniente de que hay líneas de emisión de algunos átomos que tienen la misma energía que la de otras líneas de distintos átomos. Por ejemplo la $K_{\alpha 1}$ del potasio tiene energía de 3.314 keV y la $L_{\alpha 1}$ del cadmio tiene 3.317 keV dando como resultado una superposición de los picos, lo que presenta problemas para distinguir uno de otro con las técnicas usuales de análisis.

La resolución de los picos de un espectro PIXE depende también de que tan cerca se encuentren de la región de mayor eficiencia del detector. Esto conduce a que las líneas de emisión L de elementos ligeros que tengan una energía menor que la de la región de mayor eficiencia del detector; entonces, sus picos no van a ser del todo bien definidos en el espectro, por lo que para éstos elementos sólo se tiene información de sus líneas K; en cambio, para los elementos muy pesados, cuyas líneas K tengan una energía mayor que la de la región de mayor eficiencia, sólo vamos a tener información de sus líneas L que se encuentren en esta región.

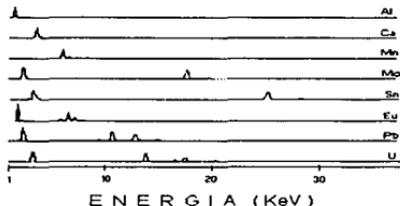


Fig. 1-23. Espectros para identificar la forma de los picos de varios elementos. Las intensidades relativas son usadas como ayuda para identificar los elementos y determinar si el pico existe.

1.8 PROGRAMAS DE COMPUTO PARA EL ANALISIS Y SIMULACION DE ESPECTROS OBTENIDOS POR RETRODISPERSION DE IONES Y RAYOS X.

La disponibilidad actual del uso de computadoras personales, las cuales son muy versátiles y poderosas para la manipulación de grandes cantidades de datos, ha favorecido el desarrollo de programas de computo para calcular rápidamente los parámetros involucrados en la retrodispersión elástica de iones como se discutió anteriormente.

Los usuarios de estas técnicas de análisis desarrollan sus programas personales para evaluar algunas de estas cantidades. J. Rickards del IFUNAM ha elaborado dos programas denominados "DEDX" y "RBSYREAC" [Rickards]. Con el primero de éstos programas se puede calcular la pérdida de energía de iones en el material en función del espesor. Este programa se puede usar para colisiones elásticas, como para cuando se producen reacciones nucleares que se originan en un blanco grueso. En el segundo programa se puede calcular la energía de los proyectiles que emergen de un blanco y correlacionar la pérdida de energía de éstos con el espesor de blanco de donde fueron originados.

También existen algunos programas comerciales desarrollados para el análisis de materiales que se pueden comprar, siendo RUMP [Doolittle, 1985; Doolittle, 1986] el más comúnmente usado.

El Programa RUMP es aplicable cuando se usan iones con energías suficientemente bajas, tales que la teoría de Rutherford sea aplicable. Los espectros en los que se usaron proyectiles p, d, ³He⁺ (protones, deuterones y alfa respectivamente) son los que se pueden analizar con este programa.

El uso de RUMP para deducir las características de las muestras por analizar, consiste en comparar los datos experimentales con los simulados por éste programa. Cuando coinciden la simulación con el espectro experimental, las características de la muestra estudiada es descrita por la composición y los espesores usados en la simulación.

Las características que se desean obtener de una muestra son varias, tales como: a) identificación de los elementos atómicos que la constituyen; b) determinación la concentración de estos elementos; c) espesores de películas; d) determinación de trazas o contaminantes; e) determinación de perfiles de los elementos, es decir, medir la variación de un elemento dentro de la muestra, etc.

Otro programa que se utilizó en este trabajo es el denominado AXIL [Van, 1990] desarrollado por la Universidad de Antwerp perteneciente al I.A.E.A., Viena; que es empleado para analizar los espectros de PIXE. Este programa está escrito en Lenguaje C y Fortran 77.

El programa en el espectro experimental de la muestra bombardeada, calcula los rayos X producidos por las líneas de emisión de los elementos que componen la muestra mediante la integración del número de cuentas bajo los picos, estima el fondo y calcula el ancho de cada pico. Las cantidades obtenidas de ésta manera representan el número de fotones o de Rayos X emitidos por los elementos, lo que nos aproxima considerablemente a la composición química de la muestra.

CAPITULO II

DESCRIPCION DE LA INSTRUMENTACION EXPERIMENTAL USADA EN EL ANALISIS DE VIDRIOS.

II.1 GENERALIDADES SOBRE ACELERADORES DE PARTICULAS.

El equipo que se usó para el análisis de películas reflectoras depositadas en vidrios fue un acelerador de partículas de 5.5 MV que se encuentra en el IFUNAM. Los principios de operación del acelerador, y la descripción de sus componentes más importantes se dará más adelante.

Se mencionaron algunas generalidades sobre este tipo de equipos, entre otras, se definió con el nombre de acelerador al dispositivo capaz de impulsar proyectiles que originalmente tienen velocidad inicial cero hasta una velocidad final cercana a la velocidad de la luz. Las partículas aceleradas son por ejemplo protones, deuterones, alfa, átomos ionizados, etc. El principio de aceleración se basa en la interacción de campos eléctricos producidos por un potencial que actúa sobre la carga eléctrica de las partículas. Por esta razón no pueden acelerarse partículas neutras.

En esta tesis se describe solamente los aceleradores del tipo electrostático, siendo uno de ellos los aceleradores del tipo Van de Graaff. Sin embargo, los principios generales para otro tipo de aceleradores tales como los ciclotrones, aceleradores lineales etc. son similares.

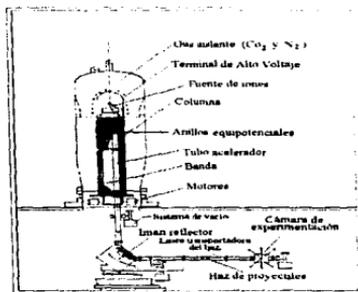


Fig. II-1 Diagrama general del acelerador Van de Graaff de 5.5 MeV. Se observan las principales componentes del acelerador, así como, parte de su equipo periférico asociado.

El diagrama simplificado del acelerador Van de Graaff de 5.5 del IFUNAM mostrado en la figura II-1 permite observar las componentes fundamentales que lo constituyen:

- 1) Fuente generadora de alto voltaje de corriente directa .
- 2) Fuente de iones.
- 3) Anillos equipotenciales
- 4) Sistemas de vacío
- 5) Sistema de transporte de haz
- 6) Electroimán selector de energías de 90°
- 7) Cámara de experimentación

II.2 EL LABORATORIO DEL ACELERADOR VAN DE GRAAFF DE 5.5 MV DEL INSTITUTO DE FÍSICA.

El peso del acelerador y de los equipos asociados es aproximadamente de 70 toneladas. Este laboratorio usa para su funcionamiento voltajes de 120, 220 y 440 volt y la potencia eléctrica requerida para la operación de éste es de unos 30 kW. Las fig. II-2 son dos fotografías del edificio que alberga el acelerador.



Fig. II-2 Fotografías del edificio que alberga el acelerador Van de Graaff de 5.5 MV. La característica principal es una torre de 25 metros de altura.

II.2.1. COMPONENTES DEL ACCELERADOR VAN DE GRAAFF DE 5.5 MV.

Este acelerador es del tipo Van de Graaff vertical de una sola etapa, con la terminal de alto voltaje en la parte superior y fue construido por la compañía High Voltage Corporation y se le identificó como el modelo CN. La fig. II-3 es una fotografía de este acelerador.



Fig.II-3 Fotografía sobrepuesta donde se observa el acelerador Van de Graaff de 5.5 MeV y el tanque que cubre a éste

Originalmente este acelerador fue puesto en operación en el año de 1951 en Los laboratorios: T.W. Bonner Nuclear Laboratories de la Universidad W. M. Rice, en Houston, Texas y se uso en un programa de investigación básica de física nuclear de bajas energías hasta el año de 1973, cuando se dio por terminado este programa. El acelerador y su equipo periférico fue donado al IFUNAM en el año de 1984 para establecer un laboratorio de análisis de materiales usando las técnicas analíticas de origen nuclear, las cuales se mencionaron en el capítulo I.

Para la reinstalación del acelerador se requirió de un edificio especial y debido a que éste es del tipo vertical, la parte más característica del edificio es una torre de 25 metros de alto.

El acelerador fue reinstalado y volvió a funcionar en 1988, pero no fue hasta 1990 cuando algunos trabajos concluidos dieron origen a las primeras publicaciones de artículos científicos [Andrade,1990; Apátiga,1991]. Esta infraestructura también se ha usado para dar servicio de análisis algunas instituciones externas de la UNAM y de la industria.

a) Base

La base del acelerador está hecha de acero en forma de un cuadrado de 2.5 metros de lado y 35 centímetros de altura, con un peso de 14 toneladas y soporta el acelerador, así como, el tanque y su extensión.



Fig. II-4 Fotografía que muestra la base del acelerador con un peso de 14 toneladas.

La base tiene maquinadas 76 perforaciones con cuerda para atornillar el tanque. La Fig. II-4 es una fotografía que muestra la base del acelerador. La base tiene bocas para montar periscopios y observar diferentes medidores en la terminal de alto voltaje, también tiene mirillas para observar la nivelación de la polea inferior de la banda del acelerador, bocas de entrada y salida del gas dieléctrico.

b) Columna

La columna del acelerador consta de 12 módulos o secciones de columna y cada una de éstas tiene 11 anillos de acero inoxidable. Cada anillo da origen a un plano equipotencial, resultando en total 132 planos equipotenciales en toda la columna. El voltaje máximo que se puede aislar entre dos planos equipotenciales contiguos es de 41.3 KV y corresponde al voltaje máximo de 5.5 MV con que puede operarse este acelerador. La altura total de la columna es de 4 metros y el diámetro es de 90 centímetros. La columna se arma apilando las 12 secciones sobre el plato inferior. Para evitar deslizamientos entre dos secciones, existen tres perforaciones equidistantes a 120° en donde se coloca un pequeño disco de 1 centímetro de diámetro y 3 milímetros de espesor. La mitad del disco se incrusta en una entrada maquinada con precisión en cada una de las secciones contiguas. Este sistema evita el deslizamiento de las secciones de la columna y también asegura la verticalidad de ésta estructura. La estabilidad de la columna en caso de sismo queda asegurada por el peso de columna y el de la terminal de alto voltaje, además de la tensión de la banda. Dentro de la columna se aloja: el tubo acelerador, la banda, los separadores o guías de la banda, los hilos de cañamo para el control de la terminal de alto voltaje y una serie de resistencias que interconectan la terminal de alto voltaje con cada uno de los planos equipotenciales con el fin de tener un gradiente de voltaje uniforme en toda la columna y fácilmente conectar estos planos a los electrodos del tubo acelerador.



Fig. II-5. En la fotografías a) se puede observar la longitud de la columna del acelerador, fotografía b) muestra una de las doce secciones de que se compone la columna.

c) Tanque.

La función del tanque es encerrar el acelerador en una atmósfera de gas dieléctrico (80% de N y 20% de CO₂) a una alta presión (120 lib/pg²) para poder aislar el alto voltaje. Una modificación importante hecha a éste acelerador fue que la longitud del tanque se tuvo que incrementar en 0.70 m ya que se le hicieron modificaciones a la TAV en 1970 y la TAV se incrementó en su altura. Las Fig. II-6 ilustra algunos aspectos del tanque. El tanque tiene 76 perforaciones de 4 cm de diámetro. Se usan 57 tornillos de 87 cm de largo y un peso aproximado de 8 Kg a través de las perforaciones para sujetar el tanque y la extensión a la base del acelerador. Las paredes del tanque son de acero con un espesor de 3/4". La altura del tanque es de 6.50 m que unido a la extensión tiene un total de 7.20 m. El peso del tanque es de 12 ton y el de la extensión de 1 ton. Existe un andamio a una altura de 4.30 m que se usa para dar servicio al voltmetro generador y puntas de corona. El acceso a éste andamio y a la parte superior del tanque se hace por medio de una escalera metálica atornillada al tanque.



Fig. II-6. Fotografía que muestra el tanque del acelerador que tiene un peso de 12 toneladas. Se puede observar las 76 perforaciones en donde se colocan los tornillos que sujetan el tanque y la extensión a la base.

d) Tubo acelerador

El tubo acelerador, es la componente dentro del cual el haz de iones producidos por la fuente de iones son acelerados en la dirección de su eje. El tubo acelerador consiste de dos secciones, la longitud de la sección inferior es 2.38 m. y la superior 1.62 m. También se le considera al tubo acelerador como un elemento de enfoque del haz y como una lente delgada de enfoque. Para que el haz puede ser transportado se requiere que el tubo se evacue a un alto vacío (del orden de 10^{-6} torr). Las fig. II-7 son fotografías que ilustran el aspecto y dimensiones del tubo acelerador.



a)



b)

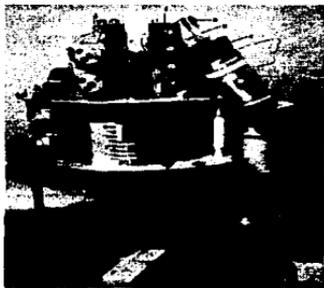
Fig. II-7. La fotografía a) muestra la posición del tubo acelerador en la columna y en la fotografía b) se ve las dimensiones del tubo acelerador.

La estructura del tubo acelerador consta de discos de vidrio pegado a electrodos metálicos de aluminio. La separación de los electrodos es la misma que la de los planos equipotenciales de la columna, por lo que la longitud total del tubo es igual al de la columna.

El diámetro exterior del tubo es de 24.5 cm, el diámetro interior de 14.5 cm y tiene un peso de 300 Kg. El tubo acelerador está sustentado en forma independiente a la columna y la conexión eléctrica se hace a través de resortes conductores. Estos resortes unen cada disco del tubo acelerador con su correspondiente plato equipotencial de la columna.

e) Terminal de alto voltaje.

La componente más importante del acelerador es la terminal de alto voltaje (TAV), la cual se localiza en la parte superior de la columna. La terminal tiene un peso de 200 kilogramos, una altura de 1.5 metros y un diámetro de 90 centímetros. Para resaltar la importancia de la TAV se le llega de denominar como el cerebro del acelerador ya que esta es la componente más compleja del acelerador debido a que contiene la fuente de iones, los circuitos eléctricos y electrónicos asociados para su funcionamiento.



a)



b)

Figura II-8 La fotografía a) muestra la terminal de alto voltaje y sus fuentes principales: a) haz (Probe) b) Botella de cuarzo para ionización del gas c) fuente del imán selector de energías d) fuente de enfoque e) imán selector d energías f) reflexión del haz g) Enfoque del haz h) motores selyns i) tanque de almacenamiento de gases a ionizar. En la fotografía b) se muestra la TAV en la parte superior de la columna.

Las figura II-8 son dos fotografías de la TAV donde se muestra las fuentes eléctricas que se requieren para su funcionamiento, así como la fuente de iones, motores selyns, tanques de gas presurizados, etc. En la parte inferior de la TAV se encuentra la polea superior de la banda, la cual funciona como un generador de voltaje de 110 volt, una frecuencia de 420 Hertz y una potencia de 1 kilovatios que se utiliza para alimentar los circuitos asociados con la fuente de iones. En la parte superior de la TAV se encuentran cuatro cilindros presurizados con diferentes gases (hidrógeno, deuterio, helio masa 4 y helio masa 3) cuyos átomos se ionizan para producir el haz de partículas. Todas las componentes de la TAV se encierran dentro del domo metálico, en el cual se acumula la carga eléctrica que da origen a la generación del alto voltaje del acelerador.

La TAV original fue sustituida por la actual en el año de 1970. Debido a que la nueva TAV tiene mayor altura que la original, se requirió cambiar el domo metálico por uno de mayor altura y poner una extensión al tanque del acelerador. La nueva TAV es más compleja que la original, puesto que con ésta, el acelerador además de poder usarse con los haces de partículas de corriente directa, el haz se puede "pulsar" en pulsos de corriente de duración de 2 nanosegundos con repetición de un millón de pulsos por segundo. El haz pulsado se usa en experimentos de física nuclear de neutrones, en los cuales se mide la energía de éstos por técnicas de tiempo de vuelo [Andrade,1990].

9) Banda.

La banda que transporta la carga eléctrica al domo metálico de la TAV, está hecha de un material dieléctrico a base de capas de hule y telas. La fig. 11-9a muestra la longitud de ésta banda.

La tecnología de la fabricación de la banda no es sencilla y los procesos de fabricación están patentados. Las condiciones mecánicas de trabajo de la banda imponen que ésta debe soportar un alto esfuerzo a la tensión sin que se deforme y eléctricamente la banda debe garantizar también una distribución uniforme de la carga. El movimiento de la banda es mediante una polea que esta acoplada a un motor impulsor de 20 caballos que funciona a 440 Volt, 60 Hz y a 1800 r.p.m. (ver fig. 11-9-b). El montaje de la polea usa un mecanismo especial de suspensión, el cual, consiste de un placa de acero de 1.5 metros de largo, 60 centímetros de ancho y 25 centímetros de espesor y está conectada a la base del acelerador mediante dos amortiguadores. Con el uso de dos gatos hidráulicos y el motor funcionando se puede centrar dinámicamente la banda en la polea inferior nivelando la placa que la contiene. Sobre esta placa se encuentran dos motores impulsores de la polea, aunque sólo uno de estos está acoplado a la polea, mientras que el otro sólo sirve de contrapeso y también como un posible repuesto.



Fig. 11-9 a) Fotografía donde se muestra la longitud de la banda transportadora de carga. La fotografía b) muestra la polea inferior, la barra niveladora y los motores impulsores de la banda.

11.2.2 FUNCIONAMIENTO DE UN ACELERADOR VAN DE GRAAFF.

La descripción detallada sobre el funcionamiento de un acelerador tipo Van de Graaff es tratada en forma extensa en la literatura, sin embargo, a continuación se describen los principios de operación de un acelerador de éste tipo, aunque se pone énfasis en algunas particularidades del acelerador Van de Graaff de 5.5 MV. El funcionamiento se puede dividir en:

a) GENERACION DE ALTO VOLTAJE.

La generación de alto voltaje se logra por el transporte de carga electrostática inducida desde el nivel de tierra, al domo metálico que está en la TAV. La carga es inducida en la banda mediante el efecto corona, producido por un campo eléctrico intenso generado por una fuente de alto voltaje que se conecta a dos electrodos separados por la banda, uno de éstos electrodos es el peine inferior. Cada uno de los electrodos tiene el mismo ancho de la banda y uno de éstos es una serie de agujas con puntas agudas (peine) y el otro es una barra metálica pulida. La carga inducida puede variarse cambiando el voltaje de ésta fuente, la cual tiene un rango de operación entre 0 a 50 kV. El peine inferior se conecta al lado positivo de la fuente de CD y el electrodo pulido al lado de tierra. En esta forma se inducen cargas positivas sobre la superficie de la banda. Las cargas positivas son neutralizadas por los electrones del domo a través de otra malla metálica (peine superior). En la superficie del domo metálico pulido se distribuye homogéneamente la carga Q positiva. El alto voltaje V que se produce por la carga Q en la TAV está dado por la relación:

$$V = \frac{Q}{C} \left[\frac{\text{Coulomb}}{\text{Volts}} \right]$$

donde C es la capacidad eléctrica y que depende de factores geométricos, principalmente de las dimensiones y forma geométrica del domo metálico. Esta capacidad se expresa en unidades llamadas farad. La fig. II-10 muestra el circuito eléctrico equivalente del generador de alto voltaje del sistema Van de Graaff:

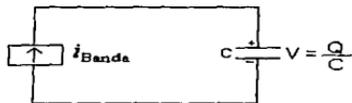


Fig. II-10 Circuito equivalente al acelerador Van de Graaff donde i_{Banda} es la carga inducida en la banda y el capacitor C es el domo metálico recolector de la carga.

Este circuito es el de una fuente de corriente i que representa la corriente eléctrica transportada por la banda, que es integrada en el condensador C . Conceptualmente el condensador podría acumular una carga $Q = \int i dt$ en forma indefinida, por lo que el voltaje V podría ser arbitrariamente grande. Sin embargo, en la práctica existen limitaciones para aislar altos voltajes debido a factores geométricos y a las propiedades dieléctricas de los materiales que forman la columna, el tubo acelerador y el gas dieléctrico.

En la práctica existen corrientes eléctricas que descargan el domo metálico. Estas corrientes son:

- la corriente que se drena por las resistencias de columna i_{col} ,
- la corriente de haz i_{haz} debido iones acelerados y
- la corriente que se drena por las puntas de corona i_{cor} , que se usa para estabilizar el alto voltaje V de operación del acelerador, e i_{barr} que es la corriente transportada por la banda para mantener V constante.

Para mantener V constante implica que la corriente de entrada al domo, que es la transportada por la banda (i_{banda}) sea igual a la suma de las corrientes de salida que son: 1) la corrientes de columna (i_{col}) 2) la corriente de haz (i_{haz}) y de 3) la corriente de corona (i_{cor}). El balance de éstas corrientes se puede representar con el siguiente circuito equivalente, mostrado en la figura II-11.



Fig. II-11 Se muestra esquemáticamente un circuito equivalente que representa el balance de las corrientes que descargan el domo metálico y mantienen constante el voltaje V del acelerador, algebraicamente se tiene que $i_{banda} = i_{col} + i_{haz} + i_{cor}$.

Un sistema hidromecánico para representar la operación del acelerador a un voltaje constante se representa esquemáticamente en la figura II-12. En este símil, la cantidad de agua almacenada en el tinaco representa el voltaje V y el nivel de agua en el tinaco dependerá de las magnitudes de los 3 flujos de agua de descarga. En éste diagrama se usó la misma notación que en el caso de la acelerador para representar las corrientes: de corona, columna y haz.

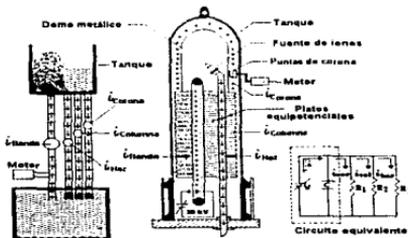


Fig. II-12 Un sistema hidromecánico que representa la similitud con la operación del acelerador y el nivel de agua en el tinaco. El balance de estas corrientes se puede comparar con las magnitudes de los 3 flujos de agua de descarga.

b) LA PRODUCCION DE IONES EN LA TERMINAL DE ALTO VOLTAJE.

Cuando se inicia la operación del acelerador desde la consola de control, se activa el motor de la banda y como ésta se encuentra tensa, hace rotar las poleas inferior y superior. Como ya se mencionó, la polea superior funciona como un dinamo o generador de corriente alterna.

En el acelerador Van de Graaff de 5.5 MV, la fuente de iones es del tipo de radio-frecuencia y sólo se pueden acelerar iones a partir de gases. Un diagrama esquemático de la fuente de iones y las principales componentes del sistema de producción de iones se muestra en la fig. II-13.

La botella de ionización es de cuarzo y tiene una longitud de 20 cm y de un diámetro de 3.8 cm a la cual se le aplica la energía de un oscilador de radio-frecuencia de 145 Mhz a través de dos electrodos en forma de anillos que rodean a la botella y que tienen una separación de 10 cm. Dos elementos del circuito electrónico de este oscilador lo constituyen dos bulbos electrónicos del tipo tetrodos de alta potencia. La entonación para la óptima transferencia de la potencia eléctrica de éste circuito a la fuente de iones, se hace ajustando la corriente de placa de éste oscilador y ajustando la capacitancia de un condensador variable. El circuito de radio frecuencia entra en operación automáticamente 30 segundos después que se pone a funcionar el motor de la banda ionizante el gas contenido en la fuente de iones. La botella de la fuente de iones está al vacío a una presión de 1×10^{-6} torr. La cantidad de gas que se introduce a la botella se hace controlando el flujo de éste a través de una válvula termoelectrónica que esta conectada entre la botella y el tanque que almacena el gas. Existen 4 válvulas termoelectrónicas, siendo 2 de un bulbo de paladio, las cuales se usan para controlar el hidrógeno y el deuterio, mientras las otras dos válvulas son termomecánicas y se usan para controlar el gas de helio u otro gas.

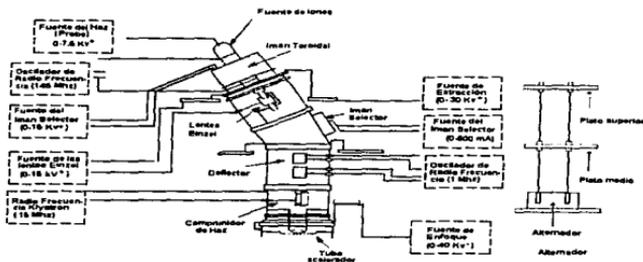


Fig. II-13 Diagrama eléctrico de la fuente de iones que es el sistema de producción de iones del acelerador Van de Graaff de 5.5 MV del IFUNAM. Las fuentes del sistema de producción de iones son: Botella de cuarzo, sistema de enfriaje, imán selector de análisis de masas, sistema deflector de barrido del haz, sistema Klystron para comprimir los pulsos del haz y los platos superiores de la columna.

Cuando sucede la ionización del gas se forma en la botella un plasma, con los iones positivos y los electrones mezclados. El uso de un electroimán, que tiene la forma de un toroide y que se coloca a la mitad de la longitud de la botella, es alimentado por una fuente de corriente directa que se puede variar de 0 a 500 mA. El objeto de este imán es producir un campo magnético para comprimir el plasma a lo largo del eje de la botella. Los electrones son extraídos del plasma por un electrodo colocado en la parte superior de la fuente de iones a través de un voltaje positivo suministrado por una fuente de voltaje de CD que se puede variar de 0 a +7.5 kV y con él se controla la intensidad de la corriente de haz, a éste control se le conoce con el nombre de Haz (probe). Esta corriente de electrones descarga el domo metálico y es la corriente de haz. Los iones

positivos son repelidos en dirección opuesta a los electrodos y estos salen de la fuente de iones por el canal de extracción con una energía o velocidad muy pequeña. El orificio del canal de extracción es de un diámetro de 3 mm. Es necesario incrementar la energía de los iones a la salida de la fuente y esto se hace por medio de un electrodo de extracción el cual se le aplica un voltaje de aceleración máximo de 30 kV. Después del electrodo de extracción se encuentra una lente de enfoque del tipo Einzel, con la cual se puede enfocar en un orificio de un diámetro de 4 mm y que se encuentra en un disco metálico a 50 cm del canal de salida. Este orificio está en la dirección del eje del tubo acelerador. Este enfoque se hace aplicando al electrodo central de la lente Einzel un voltaje positivo con una fuente de voltaje cd que se puede variar entre 0 y 15 kV. Los iones de la fuente de iones son seleccionados según la masa y carga de estos con un espectrómetro magnético, cuyo campo se selecciona desde la consola de control. El eje de la fuente de iones y de la lente Einzel forman un ángulo de 15° con respecto al eje del tubo acelerador. Sólo los iones de masa y carga seleccionados son los que se enfocan en el orificio mencionado, mientras que los otros iones con diferentes masas y carga eléctrica tienen otras trayectorias y son eliminados en el disco. El electroimán del selector magnético es alimentado por una fuente de corriente directa y se puede variar entre 0 y 600 mA.

Después del electroimán existen dos pares de placas deflectoras del haz (placas principales y auxiliares) y se usa para pulsar el haz. A las placas principales, se les aplica un voltaje de corriente directa que sirve para centrar el haz en el orificio del disco. Este voltaje se puede variar entre ± 150 V. de corriente directa. El último electrodo de la fuente de iones está muy cerca del primer electrodo del tubo acelerador y se usa para enfocar el haz en el tubo. Entre estos dos electrodos se conecta una fuente de cd cuyo voltaje se puede variar en forma continua desde - 40 kV a 0 volts.

c) ACCELERACION DE IONES.

En el tubo acelerador, es en donde se lleva a cabo la aceleración de los iones producidos en la fuente de iones. Sin embargo, el voltaje total V generado en la terminal de alto voltaje no se aplica en forma total a los iones, sino que, se hace en forma gradual entre cada uno de los dos electrodos contiguos del tubo acelerador por un gradiente de potencial que se construye a través del divisor de voltaje de las resistencias de la columna. El circuito eléctrico equivalente de este sistema divisor se ilustra en la fig. II-14.



Fig. II-14 Diagrama esquemático donde se ilustra el circuito equivalente del número total de resistencias divisoras del acelerador. La caída del voltaje máximo en cada una de estas resistencias es de 41.3 k, cuando el acelerador trabaja a un voltaje de 5.5 MV.

El número de resistencias divisoras del acelerador es de 132 y es igual al número de platos equipotenciales. La caída de voltaje máximo en cada una de estas resistencias es de 41.3 kV. Cada resistencia conecta dos platos contiguos dentro de la columna. A través de estas resistencias se drena una corriente eléctrica, entre la terminal de alto voltaje y tierra. A esta corriente se le llama corriente de columna. Los valores de estas resistencias se escoge de un valor alto, típicamente del orden de 1000 M Ω con el objeto que esta corriente tenga valores relativamente bajos del orden de algunos microamperes. La razón de establecer el gradiente de voltaje es para que el haz de iones viaje a lo largo del eje del tubo acelerador, por lo que el tubo acelerador es considerado como un elemento de enfoque dentro de la óptica de iones del acelerador. Al tubo acelerador se le considera como una lente delgada y el enfoque se hace debido al campo eléctrico disperso entre dos electrodos contiguos cuyas líneas de fuerza actúan en los iones como un embudo que hace el efecto de que éstos viajen en la dirección del eje del tubo. Por esta razón las primeras 5 resistencias cercanas a la terminal de alto voltaje se ponen de un valor menor en un 20% con respecto a las restantes para que el gradiente de potencial sea menor y el campo eléctrico tenga el efecto de embudo y así los iones que no son inyectados al tubo acelerador correctamente en la dirección del eje corrijan su trayectoria.

II.2.3 LINEAS DE CONDUCCION DEL HAZ Y SISTEMAS DE VACIO.

Los iones emergentes del acelerador para ser usados en un experimento, deben llegar a la cámara de blancos o cámara de experimentación. Normalmente se requiere que el haz de partículas sea enfocado en una área muy pequeña (del orden de 1 mm²) en el blanco por bombardear, con una energía muy bien definida y con fluctuaciones mínimas. Para lograr este objetivo se requiere de un diseño especial en el que intervienen varios elementos, los que constituyen las líneas de conducción del haz que conecta la salida del acelerador con la cámara de experimentación. Todas estas partes están interconectadas por medio de tuberías de acero ó aluminio de diferentes diámetros. La figura II-15 en la que se ilustra algunos de los elementos que forman parte de la línea de conducción del haz del acelerador de 5.5 MV. Las componentes principales de esta línea son señaladas en la figura y estas son a) Sistemas de vacío, b) Base giratoria, c) Electroimán selector de energía de 90°, d) Línea transportadora del haz, e) Cuádruplos eléctricos, f) Cámara de experimentación, g) Octupolos eléctricos, h) Fuente de alimentación del imán selector de energías.



La figura II-15 es una fotografía en la que se ilustra de las componentes que forman parte para la transportación el haz a las cámaras de experimentación. Estas componentes son: a) Sistemas de vacío, b) Base giratoria, c) Electroimán selector de energía de 90°, d) Línea transportadora del haz, e) Cuádruplos eléctricos, f) Cámara de experimentación, g) Octupolos eléctricos, h) Fuente de alimentación del imán selector de energías.

Los tres sistemas de vacío, se encuentran equidistantemente entre la salida del acelerador y la cámara de blancos. Los vacíos que se requieren para el funcionamiento normal del acelerador es del orden de 10^{-6} torr. El primer sistema de vacío está cerca de la base del acelerador y evacua el tubo acelerador y la fuente de iones; el segundo sistema está situado a la salida del deflector magnético y el último está cerca de la cámara de blancos. Cada uno de estos sistemas tiene los siguientes elementos: bomba mecánica, bomba de difusión de aceite, trampa fría para los vapores de aceite, válvulas y medidores de vacío (termopares y de ionización) y sistemas electrónicos de protección de los sistemas por fallas eléctricas, por falta de flujo de agua, falla del sistema de refrigeración o de cualquier causa que empuere el vacío.

Las válvulas de vacío son electroneumáticas y se cierran automáticamente cuando empuera el vacío. El enfriamiento de las trampas de vapor de aceite se hace por medio de un sistema de refrigeración similar al de los refrigeradores domésticos, por lo que no es necesario usar nitrógeno líquido.

Las rejillas colimadoras, medidores de corriente y cristales de cuarzo son elementos situados estratégicamente en la trayectoria del haz y son usados para observar la posición del haz respecto al eje de la línea transportadora del haz, así como su sección transversal.

Antes de la cámara de blancos se encuentra un cuadrupolo eléctrico, que sirve para enfocar el haz sobre el blanco. El enfoque se hace usando una fuente de voltaje de cd cuyo voltaje se puede variar desde 0 a ± 15 KV. El voltaje se aplica a los elementos de la lente electrostática, los cuales son 8 electrodos perpendiculares entre sí. Estos electrodos tienen una sección transversal en forma de un medio cilindro de radio de 2 cm y una longitud de 40 cm.

11.2.4 EL ELECTROIMÁN DE 90° SELECTOR DE ENERGÍAS.

Un electroimán en la línea de conducción del haz es un elemento típico en la mayoría de los aceleradores. La función del electroimán es la de ser un sistema analizador de energías de las partículas del haz, que permite determinar éstas con alta precisión.

El requerimiento de un analizador de energía de haz, es debido a que los aceleradores electrostáticos no tienen una forma absoluta de medir el alto voltaje V' y por consiguiente la energía E de los iones. Como ya se mencionó la relación entre E , V' y la carga q de los iones es: $E = V'q$. Una forma precisa de medir la energía E del haz, es desviándolo con un campo magnético B producido por el electroimán y usando la relación de Barver que relaciona B con E , por medio de la ecuación siguiente:

$$BR = \frac{1}{qv} \sqrt{E + mc^2} \quad 11-2$$

donde, R es el radio de curvatura de la trayectoria del haz dentro del imán, mc^2 es la energía en reposo de las partículas del haz y $q = ze$ con $z=1, 2, \dots$ que es la carga eléctrica de las partículas del haz. Si $\frac{E}{mc^2} \ll 1$ (que es el caso no relativista), la ecuación anterior se reduce a:

$$BR = 144 \sqrt{\frac{mE}{z^2}} \quad (\text{KGauss} \cdot \text{cm}) \quad 11-3$$

donde ahora las unidades son: m en u.a.m.; $z=1,2,3$ y la E se expresa en MeV. El valor de R se puede estimar de parámetros geométricos del imán, pero esta determinación no es muy precisa debido a efectos de

borde en las fronteras de los polos del electroimán, que hace que el campo magnético no sea homogéneo. Normalmente se requiere de una buena precisión en el valor de R y para esto se usan los llamados métodos de calibración de los aceleradores. Una vez determinado R, la relación entre E y B se puede escribir como:

$$E = k \cdot B^2 \quad [\text{MeV}] \quad \text{II-4}$$

donde $k = \frac{z^2 R^2}{(144)^2 m}$. (R= 60.45 centímetros), que es una constante que incluye su dependencia con R,

m y z. De la calibración del acelerador se ha obtenido el valor de k ($k = 48.097$) para iones de ${}^4\text{He}^+$.

Por ejemplo, si desea un haz de energía de 2 MeV para ${}^4\text{He}^+$, el campo magnético debe de establecer que $B = 6540.6$ Gauss, mientras que para protones de la misma energía $B = 3270.7$ Gauss.

La alta precisión de la determinación de E, se debe a que B se puede determinar usando un fluxmetro de Efecto Hall con cuatro cifras de precisión. El campo magnético B es producido por corrientes de CD que son muy estables y se pueden variar entre 0 a 200 amperes.

El electroimán del acelerador Van de Graaff de 5.5 MV está montado sobre una base giratoria, lo que permite dirigir el haz en forma continua a diferentes ángulos en el plano perpendicular a la vertical, lo cual es conveniente si se requieren diferentes líneas de experimentación. Actualmente, sólo se cuenta con una sola línea y tres cámaras de experimentación en la misma línea.

II.2.5 SISTEMA DE ESTABILIZACIÓN DE ALTO VOLTAJE.

Una de las ventajas de los aceleradores tipo Van de Graaff es que pueden operar con haces de partículas monoenergéticas y pequeñas fluctuaciones en la energía, debido a que el voltaje en la terminal permanece casi constante. El Sistema de Estabilización de Voltaje (SEV) del acelerador, lo constituyen circuitos electrónicos que usan diversos sensores para disminuir las fluctuaciones de V. Los sensores asociados al SEV son: 1) puntas de corona, 2) voltmetro generador, 3) rejillas reguladoras. Los dos primeras componentes se localizan en la parte superior del tanque que cubre el acelerador, mientras que, la última se localiza en la línea de transporte del haz a la salida del imán de 90°.

Una breve descripción de como funciona el sistema estabilizador de voltaje se hace a continuación: Las puntas de corona son un conjunto de agujas muy afiladas que se pueden acercar o alejar del domo metálico y debido al efecto corona se genera un campo eléctrico intenso entre éstas y el domo, creándose una corriente llamada corriente de corona I_{cor} ; para un voltaje V de operación, la distancia se ajusta para $I_{cor} \sim 20 \mu\text{A}$. Las puntas de corona están montadas sobre una barra que puede acercarse o retirarse de la terminal de alto voltaje, usando un motor que se controla desde la consola del acelerador. Las puntas de corona están aisladas eléctricamente del tanque y se conectan a la placa de un bulbo al vacío (tetrodo), a través de este elemento se cierra el circuito de corriente a tierra. Con éste tetrodo, la corriente I_{cor} puede también cambiarse en forma muy rápida y con muy pequeñas variaciones cambiando el voltaje de polarización de una de las rejillas del tetrodo. Las señales eléctricas de error provenientes de las rejillas reguladoras el haz, son conectadas a través de un amplificador, lo cual hace variar el voltaje de polarización de la rejilla, produciendo pequeñas variaciones de I_{cor} . Estas variaciones son de tal manera que las variaciones de voltaje se minimizan. La corriente de corona es la corriente de placa del bulbo eléctrico tipo tetrodo. El lapso de tiempo en el que se efectúa la corrección al voltaje V es del orden de algunos milisegundos.

En la figura II-16 describe un par de rejillas que son las reguladoras de alto voltaje, las cuales se localizan a la salida del electroimán selector de 90°, con éstas rejillas el acelerador funciona con un voltaje V constante.

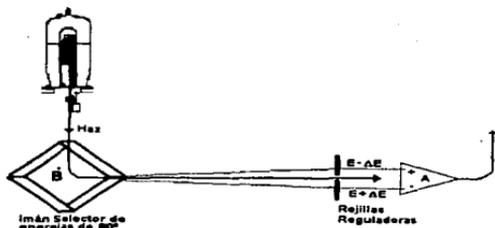


Figura II-16 es un diagrama de las rejillas reguladoras de alto voltaje para mantener el voltaje V constante.

En condiciones estables, para una energía $E = I \cdot q$ constante se pone el valor del campo magnético B para que el haz pase en medio del par de rejillas reguladoras, de tal forma que la diferencia de corriente entre estas sea cero. Si por alguna razón el voltaje en la terminal V aumenta, el haz se desvía hacia la rejilla inferior (llamada rejilla de alta energía) y la diferencia de corrientes se desbalancea teniendo una mayor corriente en la rejilla de alta energía. Esta señal es procesada por el amplificador operacional y hace que la reja del tetrodo opere con un voltaje de polarización más positivo, cuyo efecto es aumentar la corriente de corona hasta que el haz vuelve a centrarse, de modo que la diferencia de corriente de las rejillas sea cero. Inversamente, cuando el voltaje de la terminal disminuye, el haz se desvía hacia la rejilla superior (llamada rejilla de baja energía) y se tiene mayor corriente en la otra rejilla de baja energía y se envía una señal a la reja para que su polarización sea más negativa y disminuya la corriente de corona.

II.2.6 SISTEMAS PERIFERICOS ASOCIADOS AL ACELERADOR.

a) GAS DIELECTRICO.

Un gran avance para lograr aumentar la energía de los aceleradores electrostáticos, sin aumentar su tamaño, se logró encerrándolos en un gas dieléctrico a alta presión. Por ejemplo, un acelerador de 1 MeV con aire como dieléctrico tiene una longitud de 7 m, mientras que si se usa dentro de un tanque con dieléctrico de SiF_6 a una presión de 8 Kg/cm la longitud se reduce a 1 m. El acelerador Van de Graaff de 5.5 MeV usa como gas dieléctrico una mezcla de nitrógeno (80%) y de bióxido de carbono (20%) a una presión de 20 Kg/cm. Para garantizar las propiedades dieléctricas de la mezcla del gas, el acelerador tiene como equipo periférico todo un sistema que tiene las siguientes componentes: 1) tanques de almacenamiento, 2) tanque del acelerador, 3) bomba de vacío, 4) recirculador de gas, 5) secadores del gas, 6) compresor, 7) sistema de válvulas, 8) medidor de humedad, 9) tablero de distribución eléctrica. La Fig.II-17 es parte de éste equipo periférico del acelerador, tiene un peso total de más de 40 toneladas y fue parte del equipo donado.



Fig. II-17. La fotografía a) muestra el cuarto de máquinas para el manejo del gas dieléctrico en el que se pueden observar algunos componentes como son: recirculador y secadores del gas dieléctrico, tablero de distribución eléctrica y la compresora que se usa para la entrada y salida del gas dieléctrico del acelerador hacia los tanques de almacenamiento y viceversa. La fotografía b) muestra los dos tanques exteriores de almacenamiento del gas dieléctrico.

b) CONSOLA DE CONTROL.

La operación del acelerador se hace a control remoto desde una consola localizada en el cuarto de control. Entre la consola de control y la base del acelerador hay una distancia aproximada de unos 15 metros y están separados por la pared que divide el área de experimentación con el cuarto de control. Con esta distancia y con el grueso de la pared de concreto, el nivel de radiación en el cuarto de control con la máquina operando es semejante a los niveles de la radiación de fondo. La consola está conectada al acelerador y a los sistemas periféricos por medio de cables (eléctricos) los cuales, son conducidos por una guía de 23 cm de ancho y sujeta al techo a 90 cm.

En la consola existe un conjunto de controles y otro de indicadores y medidores. La mayoría de los controles corresponden a la terminal de alto voltaje, el control se hace por pares de motores conocidos como selsyns con un total de 12 de los cuales la mitad están en la consola y la otra dentro del tanque del acelerador. La Fig. II-18a es una fotografía que muestra la consola del control del acelerador Van de Graaff en la cual se pueden observar 16 manivelas que mueven los motores selsyns que se encuentran en la parte posterior de la consola y en la fotografía II-18b se observan 4 de los 12 motores selsyns que se encuentran en la base del acelerador.

La variación de un parámetro en la terminal de alto voltaje, se hace por medio de los motores selsyns y un variac que está en la TAV. Cada uno de los variacs de la terminal consisten de un sistema eléctrico que permite variar el voltaje de salida de 0 a 120 volt, lo cual puede hacerse por el giro completo de una vuelta de una polea acoplada a esta unidad. Cada uno de los motores en la consola tienen una polea (o manivela) con graduaciones en vueltas. Un giro de una vuelta en esta manivela produce exactamente el mismo giro en el motor pareja que se encuentra sobre la base, dentro del tanque del acelerador, y la flecha del motor en la base está acoplado a un engrane diseñado para que 45 vueltas del motor en la consola el engrane gire una vuelta completa y a su vez un giro de algunos grados en la polea del variac, la cual está comunicada con el selsyn de la base por medio de un hilo de catáno. Todo este sofisticado mecanismo de comunicación entre la consola y la TAV se debe a que la terminal puede operarse hasta 5.5 millones de volt y el uso de estos hilos tienen muy buenas propiedades dieléctricas y no hay descarga de la terminal a través de éstos.



a)



b)

Fig. II-18 a) Fotografía que muestra la consola de control del acelerador Van de Graaff en la cual se pueden observar manivelas que mueven los motores selyns tanto en la parte posterior de la consola como en la base del acelerador. En la fotografía b) se observan cuatro de los 12 motores selyns que se encuentran en la base del acelerador.

e) GRUAS DE 20 Y 5 TONELADAS.

La fig. II-19 son dos fotografías que muestran la grúa de 20 toneladas que se usa para levantar el tanque del acelerador y la grúa de 5 toneladas que se usa para el mantenimiento del acelerador. La grúa de 20 toneladas (ver fotografía II-19a) es un equipo periférico indispensable del acelerador y se usa para izar el tanque y llevarlo a una repisa (que se encuentra a una altura de 4.5 m con respecto al mezanine), mientras se le da servicio al acelerador u otras componentes. La grúa está sobre vigas de acero y su máxima capacidad puede levantar 25 toneladas de peso.



a)



b)

Fig. II-19 a) Fotografía de la grúa de 20 toneladas que se usa para levantar el tanque del acelerador, se encuentra en la parte superior de la torre. b) grúa de 5 toneladas se encuentra aproximadamente a una altura de 15 metros y es indispensable para el mantenimiento del acelerador.

Otros equipos auxiliares son la grúa de 5 toneladas y la plataforma móvil. Este equipo es indispensable para darle servicio al acelerador o hacer algunas maniobras de izase. El uso de la plataforma móvil que se desplaza a lo largo de la columna del acelerador es muy útil cuando hay necesidad de darle servicio a la TAV.

II.3 CAMARAS DE EXPERIMENTACION PARA DETECCION DE PARTICULAS CON CARGA ELECTRICA.

La fig. II-21 es una fotografia de la cámara de experimentación para realizar experimentos de detección de partículas con carga eléctrica (RBS y RN) que se producen por el bombardeo de muestras. La cámara de RBS tiene forma circular con 6 ventanas que están distribuidas simétricamente a lo largo de la pared lateral. Se tienen dos tipos de portamuestras, uno para una sola muestra y otro más recientemente construido, el cual permite poner 8 muestras a la vez y mediante un mecanismo se intercambian las muestras para ser expuestas al haz.



Fig.II-21 Fotografia que muestra la cámara de experimentación en donde se realiza la detección de partículas con carga eléctrica retrodispersadas y de RN. Se observa el detector de barrera superficial. También se observa un cilindro metálico que constituye una jaula de Faraday para integrar la carga total que llega a la muestra.

El portamuestras se deposita sobre una pieza circular plana que con 4 salientes en ángulos opuestos retienen al mismo, éste tiene rebajes en su base que le hacen embonar en dichos salientes y queda atornillado a un engrane mayor que se hace girar desde afuera a través de una barra para evitar que se rompa el vacío para cambiar de muestra. Debido a que hay que integrar corriente, el portamuestras debe quedar aislado eléctricamente, para poder medir la corriente eléctrica del haz e integrar la carga eléctrica para conocer el número de partículas con que se bombardea la muestra. El aislamiento eléctrico se logra por medio de una rondana y tubo de teflón. Debido al bombardeo de la muestra se producen electrones secundarios, éstos deben recolectarse lo cual se logra encerrando el blanco con un cilindro metálico y eléctricamente al mismo potencial. Este sistema constituye una jaula de Faraday que se usa para medir la corriente del haz.

La cámara tiene ranuras cada 30° con lo que se pueden colocar varios detectores a la vez para acumular espectros a distintos ángulos. El detector se puede acercar o alejar de la muestra lo suficiente. El tipo de detector es de barrera superficial, que en éste trabajo de tesis se colocó a 165° con respecto a la incidencia del haz.

II-4 CAMARA DE EXPERIMENTACION PARA DETECCION DE RAYOS X.

Después de la cámara de RBS se encuentra la cámara de experimentación de PIXE. La fig. II-22 es una fotografía que muestra el portamuestras que se encuentra en la cámara de experimentación. Este portamuestras es de aluminio rectangular con cabida para colocar siete muestras y que está a 45° respecto a la normal al haz. La muestra se coloca en un marco de transparencia de fotografía. Este sistema tiene la ventaja de colocar las siete muestras y bombardearlas secuencialmente sin perder el vacío. Este vacío es del orden de 10^{-4} torr. La cámara esta aislada eléctricamente permitiendo que toda esta sea una caja de Faraday, cuando las muestras son gruesas, o bien, para muestras delgadas que atraviesan el blanco se coloca un tubo metálico aislado que sirve como jaula de Faraday.



Fig.II-22 Fotografía que muestra la cámara de experimentación en donde se realiza la tecnica PIXE. Se observa que los portamuestras son marcos de transparencias colocados en una base rectangular de aluminio. Las muestras se van deslizando en la cámara que se encuentra a un vacío de 10^{-4} torr.

El detector se encuentra a un ángulo de 90° con respecto al haz. Los rayos X producidos en el blanco, atraviesan la ventana de Mylar y una capa de aire, las cuales funcionan como atenuadores de los rayos X. El detector usado es un detector criogénico de $\text{Si}(\text{Li})$ y la ventana del mismo es $25\mu\text{m}$ de Berilio. El criostato del detector de enfria con nitrógeno líquido que tiene una temperatura de -190°C . Los rayos X al llegar al cristal de Si con Li difundido, interactúan con él produciendo pares electrón-hueco y forman un pulso al ser conducidos a contactos opuestos del cristal debido a la acción de un campo eléctrico. Este pulso puede relacionarse con la energía de los rayos X emitidos por la muestra que se procesará por medio de un preamplificador, un amplificador, emitiendo una señal que se envía al analizador multicanal para formar el espectro PIXE.

II.5 ELECTRONICA ASOCIADA AL EXPERIMENTO.

En un experimento, se pueden medir algunos aspectos de las partículas que salieron dispersadas por la muestra que se va a caracterizar. Los aspectos considerados más frecuentemente son: la energía de la partícula, la dirección (los ángulos con respecto al haz), la carga de la partícula y el número de partículas para la determinación de la estequiometría que tiene la muestra. Entre más eventos se registren más precisa es la caracterización. Generalmente es necesario obtener datos relacionados, y a veces en grandes cantidades simultánea y rápidamente. Se han desarrollado sistemas electrónicos conectados a computadoras para la obtención de los datos. El sistema más conocido son los módulos electrónicos estandarizados (en Inglés NIM que significa Nuclear Instrument and Modules). Los módulos electrónicos del NIM toman los pulsos de voltaje directamente de los detectores y de su tamaño se pueden deducir la energía de las partículas. La figura II-23 representa en forma esquemática la electrónica que se utilizó en la adquisición de datos para las técnicas RBS y PIXE.

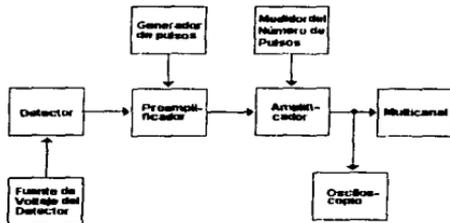


Figura II-23. representa en forma esquemática la electrónica de pulsos de voltaje que se utiliza en la adquisición de datos en experimentos con aceleradores.

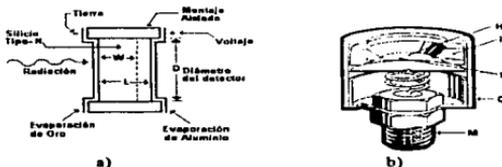
II.5.1 DETECTORES DE BARRERA SUPERFICIAL PARA PARTICULAS CON CARGA ELECTRICA.

Cuando una partícula cargada incide en un detector semiconductor de silicio y entra en la región de sensibilidad, colisiona con los electrones creando pares electrón-agujero, los cuales son recolectados por electrodos. En promedio se requiere de 3.5 eV de la energía de la partícula incidente para producir un par electrón-agujero. Un semiconductor tiene un voltaje de polarización aplicado a través de los electrodos para establecer un campo eléctrico para la colección de carga. Los huecos tienen carga eléctrica positiva y son atraídos por el electrodo negativo y los electrones por el electrodo positivo. Los niveles y bandas de energía en un detector de estado sólido están determinados por la estructura del cristal y por los electrones en la banda de valencia, que están enlazados a dicho cristal.

Los electrones pueden ser excitados térmicamente o bien por el paso de una partícula cargada incidentemente a la banda de conducción, la cual deja un agujero en la banda de valencia. En un semiconductor puro, la densidad de los electrones n es igual a la densidad de los agujeros p . Entonces el número de pares electrón-agujero producidos es directamente proporcional a la energía de la partícula incidente; la carga recogida sobre un electrodo puede ser usada para medir la energía de la partícula incidente

Los detectores de barrera superficial producen un pulso electrónico en respuesta a la partícula incidente. El tamaño del pulso depende de la energía depositada en el detector. Normalmente, el tamaño del pulso es tan pequeño (\sim mV) y es necesario amplificarlo. Antes de los amplificadores se usan preamplificadores que se conectan al detector y su función es acoplar impedancias entre el detector y el amplificador.

El detector de la cámara de RBS, es un detector de barrera superficial. Las señales producidas por el detector son amplificadas en el sistema electrónico del detector (preamplificador y amplificador), y después se envían a un analizador multicanal vinculado a una microcomputadora, donde se obtiene el espectro de partículas con carga eléctrica. En la figura II.24a se muestra el diagrama esquemático de un detector de barrera superficial. Un voltaje de polarización V_b se aplica a un electrodo y esto produce la región sensible del detector W (W en la figura). Esta región de sensibilidad casi no contiene cargas libres y todo el voltaje en esta región es V_b . En la fig.II.24b se muestra un corte transversal del detector usado en este trabajo. El espesor del detector de Si fue de 300 μ m. Para el experimento de los vidrios el detector se colocó a un ángulo de 165°.



La fig. II-24a muestra el diseño típico de un detector para partículas cargadas, de Si en donde se evapora Au de unas cuantas μ m y en la fig II-24b se muestra un corte transversal de este tipo de detectores.

11.5.2 DETECTOR DE ESTADO SOLIDO PARA RAYOS X.

El detector usado para la técnica de PIXE fue de Si(Li) marca Ortec modelo 7000. Este detector es un instrumento para usarse en la detección de rayos X y medir su energía. Este detector es óptimo para usarse en el rango de energía de fotones de 1 a 30 keV aunque también, se puede usar fuera de este rango cuando la eficiencia del detector no importa mucho. El detector consiste en un diodo de litio, el cual forma parte del volumen sensible del detector, un preamplificador criogénico, un criostato y un recipiente para nitrógeno líquido. El diodo de Si(Li) y el FET (Field Electric Transistor)

que es la primera etapa del preamplificador están montados en el criostato y operan a temperaturas del Nitrógeno Líquido para un óptimo funcionamiento. La parte sensitiva del diodo de Si(Li) es de una forma de cilindro circular, centrada en una ventana de Berilio. Los rayos X pasan a través de la ventana de Berilio en el criostato al final de la tapa para ser detectados en el área sensible del diodo. La fig.11-25 muestra un esquema de un detector de Si(Li).

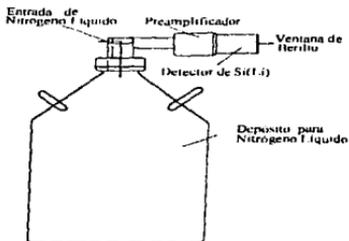


Fig.11-25 Detector de Si(Li) en donde se pueden observar parte de sus principales componentes como son: La ventana de Be, el detector de Si(Li), el criostato y el contenedor del Nitrógeno líquido.

11.5.3 PREAMPLIFICADOR LINEAL.

El preamplificador usado fue del tipo 142B de la marca Ortec que es diseñado para usarse con detectores de barrera superficial. El diseño del preamplificador es para operar con detectores que tienen una capacitancia entre el rango de 100 a 400 pF.

La tarea principal de este dispositivo consiste en recoger el pulso de voltaje del detector y acoplar la impedancia entre el detector y el amplificador. La señal de voltaje en el preamplificador mantiene la proporcionalidad de la energía depositada en el detector.

Otra función del preamplificador es que tiene entradas para conectar al detector los voltajes de polarización inversa necesarios para su funcionamiento. En general esta función se lleva a cabo a través de una resistencia y un condensador conectados al circuito principal del preamplificador.

11.3.4 AMPLIFICADOR LINEAL.

El amplificador que se usó en esta tesis fue el modelo 672 de Ortec que es un amplificador ideal para detectores de barrera superficial de Si(Li). Este modelo acepta pulsos de entrada con polaridad de entrada positiva o negativa provenientes de un preamplificador y provee una señal de salida positiva de 0 a 10 volt, con forma de pulsos convenientes para ser medidos con un Analizador Multicanal de altura de pulsos (MCA). La ganancia del amplificador se puede variar de 2.5 a 1500.

El amplificador toma la señal del preamplificador y aumenta la amplitud de los pulsos, manteniendo la proporcionalidad entre amplitud de entrada y salida. Además el amplificador forma los pulsos con tiempos de subida y caída, los cuales son compatibles con el sistema multicanal de análisis de altura de pulsos.

II.5.5 EL CONVERTIDOR ANALOGICO DIGITAL (ADC) PARA EL ANALISIS DE ESPECTROS DE ENERGIA.

Quando se ha escogido el detector y la electrónica apropiada para un experimento específico, la altura de pulsos representa la energía, la distribución y número de éstos en el espectro de energías que se originan en el experimento.

Para la obtención de los espectros de ésta tesis se utilizó un módulo de adquisición de datos conocido como Analizador multicanal (MCA). Esta tarjeta está conectada a una computadora personal. El eje horizontal es en número de canal y se relaciona con la amplitud de los pulsos y consecuentemente con la energía de las partículas incidentes. El eje vertical está relacionado con el número de pulsos en el canal. La fig. II-26 es un ejemplo de un espectro de energía obtenido con la tarjeta del MCA, se observa en la figura distintas funciones con las que cuenta el MCA. Estas funciones están relacionadas con la adquisición de datos

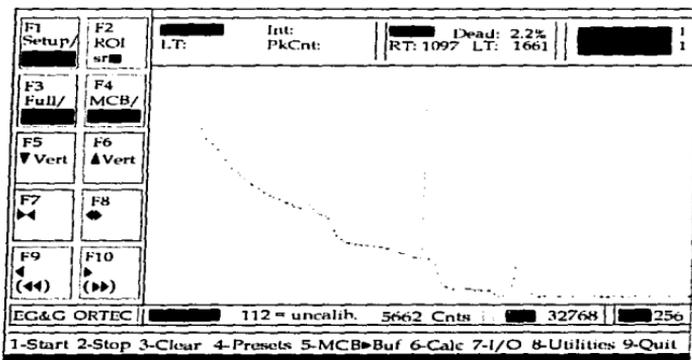


Fig. II-26 es un espectro de energías obtenido para un sustrato de vidrio con la tarjeta del Multicanal. En ésta figura se puede observar las varias funciones con las que cuenta la tarjeta.

II.6 GENERALIDADES SOBRE EL SISTEMA INDUSTRIAL DE PRODUCCION DE VIDRIOS POR EL METODO DE FLOTACION.

Aunque el interés de éste trabajo es el análisis de las películas reflejantes sobre los vidrios que son producidos industrialmente, se mencionará brevemente algunos aspectos sobre la producción del vidrio, el cual es el sustrato donde se depositarán las películas reflejantes.

Los vidrios son producidos por la empresa Vitro Vidrio Plano de México mediante un método llamado proceso de flotación con el cual se producen vidrios planos de diferentes colores con una producción de aproximadamente 15000 toneladas por semana.

Históricamente los vidrios se producen desde hace varios miles de años [Salmang,1890]. Sin embargo, una gran innovación en las técnicas de producción se le considera a la técnica de flotación de vidrios en estaño líquido, técnica que se estableció desde el año de 1959 [Larouse,1990]. Los vidrios se obtienen como resultado de la fusión de una mezcla compleja que contiene elementos vitrificantes (sílice, anhídrido bórico), fundentes (álcalis) y estabilizantes (cal). Una composición vitrificable típica está formada por un 75% de sílice SiO_2 (arena); 15% de óxido de sodio y 10% de cal CaO procedente de los elementos calizos, [Doremas,1973; Tooley,1961]. Los vidrios industriales derivan de esta fórmula y tiene como base el sílice, pero también existen bóricos, fosfóricos, etc. y también vidrios mixtos como borosilicatos apreciados por su resistencia a choques térmicos, entre los cuales se encuentra el Pyrex. La fig. II-27 es un esquema simplificado del proceso de producción del vidrio.

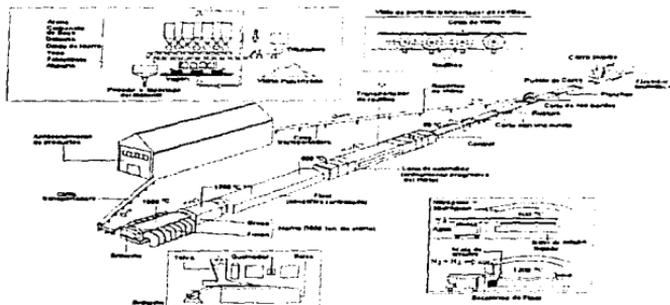


Fig. II-27. Se muestra un esquema general de la planta industrial del proceso de producción del vidrio flotado sobre tinajas de estaño.

La mezcla de materias vitrificables se realiza vaciando los silos, especializados por materia, sobre balanzas automáticas, realizándose una mezcla previa sobre una cinta transportadora, que recibe los materiales una vez pesados. La mezcla se conduce mediante cintas hasta la entrada del horno.

El método de flotación [Cabrera; Larouse, 1990; McGrall, 1992] consiste en que la masa del vidrio que fluye de la cámara de fusión cae sobre una larga tina rectangular que contiene estaño líquido con el que pueden fabricarse láminas de vidrio de cualquier largo y espesor, comprendido entre 3 mm a 18 mm. Un horno de 50 m de largo con 1700 ton de vidrio en estado de fusión y máquinas de estirado que permiten fabricar 2000 ton. de vidrio por día que corresponden aproximadamente a 9000 m² de cristal sencillo de ventana.

Para la fusión y la conformación, la propiedad dominante de los vidrios es la viscosidad. La fusión es una sucesión de reacciones complejas. A partir de 600°C, se forma desde la base sólida un carbonado doble de sodio y a 78 °C calcio (CO)₂Na₂Ca, el carbonado sódico-carbonado doble se funde y reacciona con la sílice, mientras que a 1060 °C empieza la acción directa sobre la sílice de la cal procedente de la disociación del exceso de carbonado. La fusión se considera terminada a los 1250°C. Se eleva enseguida la temperatura hasta mas allá de 1500 °C que hace que el vidrio en estas condiciones no se preste a ningún tipo de conformación. A la fusión le sigue el afinado, destinado a eliminar las burbujas, y el temple por el que el vidrio alcanza la temperatura de trabajo, que se efectúa en estado plástico. El laminado o estirado se realiza a temperaturas comprendidas según el procedimiento entre 1250 y 1000 °C que da al fluido una gran fluidez a través de horno de recocido, a la salida del horno es cortado el vidrio en longitudes adecuadas. El recocido suprime las tensiones que hayan podido originarse durante el enfriamiento y que harían los vidrios excesivamente frágiles.

Una parte de la producción del vidrio plano se somete al tratamiento de temple, que aumenta su resistencia a la flexión y al choque. En caso de rotura, el vidrio templado presenta la ventaja de fragmentarse en pequeños pedazos de aristas y poco cortantes.

II.7 PRODUCCION DE PELICULAS REFLEJANTES SOBRE VIDRIO POR EL METODO DE EMISION COTODICA.

La industria de la construcción ha hecho uso de vidrios planos con recubrimientos reflejantes en los edificios modernos de las grandes urbes. La razón del uso de estos materiales se debe a motivos estéticos y también por motivos de ahorro de energía eléctrica que se usa para operar sistemas de enfriamiento de aires acondicionados, ya que estas películas reflejan los rayos infrarrojos de un 62% a un 82 % sin mucha pérdida de visibilidad hacia los exteriores. Existen muchos procesos para producir películas reflejantes sobre vidrio tales como: pirólisis, depósito de vapores, emisión catódica, etc. Sin embargo en esta tesis solo describiremos brevemente el método de erosión catódica, debido a que las películas reflejantes producidas por este proceso fueron las que mas se analizaron usando las TAON.

El depósito de películas por erosión catódica [Zapicón, 1994] se observó por primera vez en 1852 por W.R. Grove. Esta técnica se uso en la década de los 20's para preparar recubrimientos reflejantes, pero fue abandonada en favor de la evaporación térmica al mejorar la eficiencia de las bombas de vacío. La figuras II-28 y II-29 son esquemas simplificados para describir el método de depósito de películas a escala de laboratorio y a nivel de industria simplemente las dimensiones del sistema son mayores.

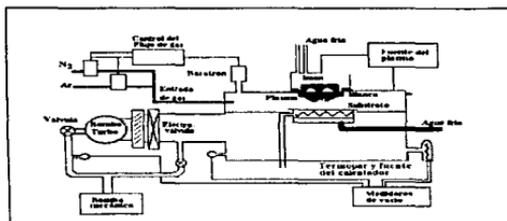


Figura II-28 esquemática del proceso del magnetron para el depósito películas delgadas en materiales

El término de erosión catódica se aplica al proceso por el cual los átomos de un material son removidos, debido al momento que les es transferido por partículas energéticas cargadas, las cuales son proporcionadas por un plasma que se encuentra cercano al material. La fig. II-28 muestra un sistema un sistema de erosión catódica de una manera muy simplificada. Un blanco que comúnmente es la placa del material en el cual se depositará la película está conectado negativamente a un a fuente de voltaje de DC. La base en donde se colocan los sustratos está de frente al blanco, que puede tener un sistema de calentamiento o enfriamiento. Al sistema se le mete un gas para mantener el plasma. Este gas comúnmente es el argón, debido a que es un gas inerte que no interacciona con los materiales involucrados en la emisión catódica, tiene un momentum suficientemente grande para causar la erosión catódica es disponible a alta pureza y económico. El efecto de aumentar la presión del gas de Ar es la de incrementar la corriente de descarga y así aumentar la retrodispersión con lo que se el depósito es mayor.

Cuando se inicia el plasma, los iones positivos golpean el blanco y remueven átomos naturales de éste, por lo que los átomos desprendidos se condensan hacia el sustrato formando así la película. En algunos casos se le aplica una polarización (usualmente negativa) a los sustratos, así que la película está sujeta al bombardeo de iones positivos.

Para depositar películas por el proceso de emisión catódica se usa un sistema magnetrón. En un sistema con magnetrón, los imanes se colocan de tal manera que existe una región sobre la superficie del cátodo donde el campo magnético es paralelo a la superficie del blanco y por lo tanto, perpendicular al campo eléctrico. La geometría que han sido empleadas en la construcción de estos sistemas son múltiples, existen magnetrones cilíndricos, planos, de cátodo hueco, etcétera. La característica común a todos ellos es que la región de campo magnético paralelo al blanco siempre forma un camino cerrado para que los iones sean depositados en los sustratos. En la figura II-29 se muestra esquemáticamente el proceso de magnetrón.

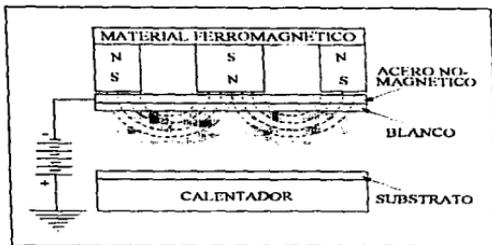


Fig. 11-29 Esquema simplificado de un sistema magnetron para el depósito de películas delgadas.

Debido al efecto combinado de los campos magnético y eléctrico, los electrones del plasma siguen trayectorias cerradas lo que produce un aumento en la densidad de electrones en la región cercana al blanco. El sistema magnetron se caracteriza por la adaptación se un imán al cátodo, con lo que los electrones son obligados a seguir trayectorias helicoidales lo cual produce mayor número de colisiones, ionizando mas el Ar.

Las principales ventajas son: a) El sistema con magnetron opera a presión menor, esto facilita el transporte de los átomos de la erosión catódica hacia el sustrato. b) Se pueden obtener mayores tasas de depósito, ya que disponer de mayores corrientes se traduce en un aumento del número de iones que colisionan con el cátodo y por lo tanto del número de átomos de la erosión catódica.

Algunos de los vidrios tienen películas reflejantes que hace que los vidrios tengan aspectos de colores: plata, bronce, gris y azul cielo. Las películas reflejantes son depósitos de TiN y también de aceros sobre la superficie del vidrio. En caso de que se requiere formar una película que contenga titanio, el cátodo del sistema se usa una placa metálica de este material. El sustrato que en este caso es el vidrio, es el ánodo en este sistema. Dado que además del titanio es de interés que las películas sean de TiN debido a las propiedades de dureza de este material, también se introduce gas de nitrógeno al sistema. En la producción de los vidrios reflejantes algunos de estos se depositan películas de acero inoxidable, por lo que el cátodo es de este material.

CAPITULO III

RESULTADOS EXPERIMENTALES Y CONCLUSIONES

III.1 DETALLES EXPERIMENTALES EN EL ANALISIS DE LAS PELICULAS REFLEJANTES.

La gerencia de investigación de la industria Vitro Vidrio Plano (VVP) de México proporcionó al Laboratorio del Acelerador Van de Graaff de 5.5 MV del Instituto de Física de la UNAM vidrios con películas reflejantes. Las muestras proporcionadas por VVP fueron placas de vidrio con películas reflejantes sobre sólo una de sus caras. Las películas se depositan del lado opuesto del vidrio que estuvo en contacto con el estaño líquido en la tina de flotación en su producción. Los vidrios tenían la apariencia de un tipo dado de color (azul, bronce, plata, etc.) lo cual depende de los materiales y espesores de las películas. Las muestras proporcionadas fueron en forma de rectángulos de 5×10 cm y un espesor de 5.68 mm. De éstos materiales se cortaron piezas de 1×1 cm para ser bombardeadas y caracterizarlas por dos técnicas analíticas de origen nuclear (TAON): RBS y PIXE. Estas técnicas fueron descritas en el primer capítulo.

Algunos de los detalles sobre la espectroscopia RBS son los siguientes: se usó un haz de partículas alfa de 2 MeV de energía. Las energías de las partículas alfa retrodispersadas por las muestras fueron medidas con detector de barrera superficial (de 100 mm^2 de área y $300 \mu\text{m}$ de espesor) colocado a un ángulo de detección de 165° , con un ángulo sólido de 3.2 msr. La incidencia del haz sobre las muestras fue en la dirección perpendicular. El diámetro del haz en la muestra bombardeada se restringió a 2 mm. La electrónica asociada al detector (pre-amplificador, amplificador, analizador de altura de pulsos) fue descrita en el Capítulo II. La ganancia del amplificador lineal asociado a éste detector se calibró usando una fuente triple emisora de partículas alfa, la cual tiene tres elementos radiactivos: ^{239}Pu (5150 KeV), ^{241}Am (5480 KeV) y ^{244}Cm (5800 KeV). las cantidades entre paréntesis indican las energías de emisión de cada elemento. Con esta calibración se establecieron los valores de los parámetros $b=7.82 \text{ KeV/canal}$ y $A=100 \text{ KeV}$, en la ecuación $E=b \cdot C + A$, que relaciona la energía E de las partículas que llegan al detector con el número de canal C del espectro obtenido con el sistema analizador de altura de pulsos. Esta calibración se usa en forma rutinaria en la espectroscopia de RBS para el análisis de cualquier tipo de muestra sólida.

La energía E de las partículas retrodispersadas está relacionada por la relación $E = K \cdot E_0$ donde K es el factor cinemático descrito por la ecuación 1-15. Para hacer simple la asociación de C versus E , se han calculado los valores de K para los elementos de la tabla periódica y diferentes ángulos θ de retrodispersion. La Tabla I y la Tabla II son valores del factor cinemático para un haz protones y para partículas alfa respectivamente.

En la Tabla III se han calculado el número de canal correspondiente para algunos elementos a un ángulo de dispersión de 165° y factor cinemático para partículas alfa. Con el número de canal calculado se puede identificar el elemento correspondiente en el espectro experimental.

Un parámetro importante en éstos experimentos de bombardeo, es la determinación del número total de partículas que inciden en el blanco. A este parámetro se le llama la dosis de bombardeo. El procedimiento estándar para medir la dosis se hace integrando la corriente de haz en una jaula de Faraday, en la cual en su interior se encuentra la muestra por analizar.

TABLA I

Factor Cinemático para elementos de la tabla periódica, usando protones como partículas incidentes. La tabla es calculada con la ecuación 1-15, para distintos ángulos de retrodispersión.

Elem	No At	Masa	180°	175°	170°	165°	160°	140°	120°	Elem	No At	Masa	180°	175°	170°	165°	160°	140°	120°
He	2	4.00	0.3572	0.3579	0.3600	0.3634	0.3683	0.4022	0.4611	Se	38	87.62	0.9550	0.9551	0.9554	0.9558	0.9563	0.9602	0.9661
Hf	2	4.00	0.3572	0.3579	0.3600	0.3634	0.3683	0.4022	0.4611	Y	39	88.91	0.9557	0.9557	0.9560	0.9564	0.9570	0.9607	0.9666
Li	3	6.94	0.5570	0.5576	0.5595	0.5625	0.5668	0.5963	0.6445	Zr	40	91.22	0.9548	0.9548	0.9551	0.9555	0.9560	0.9617	0.9674
Be	4	9.01	0.6181	0.6186	0.6203	0.6230	0.6268	0.6724	0.7138	Nb	41	92.91	0.9575	0.9576	0.9578	0.9582	0.9588	0.9624	0.9680
Li	5	10.81	0.6800	0.6805	0.6820	0.6824	0.6858	0.7187	0.7554	Mb	42	93.89	0.9588	0.9589	0.9591	0.9595	0.9600	0.9635	0.9690
C	6	12.01	0.7143	0.7147	0.7161	0.7184	0.7215	0.7429	0.7769	Te	43	99.00	0.9601	0.9602	0.9604	0.9608	0.9613	0.9647	0.9699
N	7	14.00	0.7494	0.7498	0.7510	0.7531	0.7559	0.7751	0.8054	Ru	44	101.05	0.9629	0.9630	0.9632	0.9635	0.9620	0.9654	0.9705
O	8	16.00	0.7730	0.7733	0.7745	0.7803	0.7829	0.8002	0.8275	Rh	45	102.96	0.9630	0.9637	0.9639	0.9644	0.9627	0.9660	0.9711
F	9	19.00	0.8086	0.8089	0.8099	0.8115	0.8138	0.8289	0.8527	Ir	46	106.44	0.9628	0.9629	0.9631	0.9632	0.9624	0.9659	0.9719
Ne	10	20.17	0.8187	0.8190	0.8199	0.8215	0.8236	0.8381	0.8607	Ag	47	107.87	0.9633	0.9634	0.9636	0.9639	0.9644	0.9675	0.9724
Na	11	22.99	0.8700	0.8703	0.8702	0.8716	0.8735	0.8864	0.9076	Cd	48	112.43	0.9648	0.9648	0.9650	0.9654	0.9658	0.9688	0.9735
Mg	12	24.31	0.8471	0.8474	0.8482	0.8495	0.8513	0.8637	0.8830	In	49	114.82	0.9655	0.9656	0.9657	0.9661	0.9665	0.9695	0.9740
Al	13	26.98	0.8611	0.8614	0.8621	0.8633	0.8650	0.8763	0.8939	Sr	50	118.73	0.9666	0.9667	0.9669	0.9670	0.9676	0.9705	0.9749
Si	14	28.09	0.8662	0.8665	0.8672	0.8683	0.8700	0.8809	0.8979	Sb	51	121.76	0.9674	0.9675	0.9677	0.9680	0.9684	0.9712	0.9755
P	15	30.97	0.8779	0.8781	0.8788	0.8799	0.8814	0.8914	0.9069	Te	52	127.63	0.9689	0.9690	0.9691	0.9694	0.9698	0.9725	0.9766
S	16	32.06	0.8818	0.8820	0.8826	0.8837	0.8851	0.8949	0.9100	I	53	126.90	0.9687	0.9688	0.9690	0.9693	0.9697	0.9723	0.9765
Cl	17	35.45	0.8925	0.8927	0.8932	0.8942	0.8955	0.9044	0.9182	Xe	54	131.31	0.9698	0.9698	0.9700	0.9703	0.9707	0.9732	0.9772
Ar	18	39.95	0.9040	0.9041	0.9047	0.9055	0.9067	0.9147	0.9271	Cs	55	132.91	0.9701	0.9702	0.9703	0.9706	0.9710	0.9736	0.9775
K	19	39.10	0.9020	0.9022	0.9027	0.9036	0.9048	0.9129	0.9256	Ba	56	137.33	0.9711	0.9711	0.9713	0.9716	0.9719	0.9744	0.9784
Ca	20	40.08	0.9043	0.9045	0.9050	0.9058	0.9070	0.9150	0.9273	La	57	138.91	0.9714	0.9714	0.9716	0.9719	0.9722	0.9747	0.9785
Sc	21	44.96	0.9142	0.9144	0.9148	0.9156	0.9167	0.9238	0.9349	Ce	58	140.10	0.9716	0.9717	0.9718	0.9721	0.9723	0.9749	0.9786
Ti	22	47.88	0.9192	0.9194	0.9198	0.9205	0.9216	0.9283	0.9388	Pr	59	140.91	0.9718	0.9718	0.9720	0.9723	0.9726	0.9750	0.9788
V	23	50.94	0.9239	0.9240	0.9244	0.9251	0.9261	0.9325	0.9424	Nd	60	144.24	0.9724	0.9725	0.9726	0.9729	0.9731	0.9755	0.9793
Cr	24	52.00	0.9254	0.9255	0.9259	0.9266	0.9275	0.9338	0.9435	Pm	61	147.00	0.9729	0.9730	0.9731	0.9734	0.9737	0.9761	0.9796
Mn	25	54.94	0.9292	0.9294	0.9297	0.9304	0.9313	0.9372	0.9464	Sm	62	150.36	0.9735	0.9736	0.9737	0.9740	0.9743	0.9766	0.9801
Fe	26	55.85	0.9303	0.9305	0.9309	0.9315	0.9324	0.9382	0.9473	Gd	63	151.96	0.9738	0.9739	0.9740	0.9743	0.9746	0.9768	0.9803
Co	27	58.93	0.9330	0.9330	0.9334	0.9350	0.9358	0.9414	0.9500	Ga	64	157.26	0.9747	0.9747	0.9749	0.9751	0.9754	0.9776	0.9810
Ni	28	58.91	0.9336	0.9336	0.9344	0.9350	0.9358	0.9414	0.9500	Tb	65	158.93	0.9749	0.9750	0.9751	0.9754	0.9757	0.9778	0.9812
Cu	29	63.55	0.9385	0.9386	0.9390	0.9395	0.9403	0.9455	0.9535	Hg	66	162.48	0.9755	0.9755	0.9757	0.9759	0.9762	0.9783	0.9816
Zn	30	65.39	0.9402	0.9403	0.9406	0.9412	0.9419	0.9470	0.9548	In	67	164.93	0.9758	0.9759	0.9760	0.9763	0.9766	0.9786	0.9818
Ga	31	69.72	0.9438	0.9439	0.9442	0.9447	0.9455	0.9501	0.9575	Er	68	167.26	0.9762	0.9762	0.9764	0.9766	0.9769	0.9791	0.9821
Ge	32	72.64	0.9460	0.9461	0.9464	0.9469	0.9476	0.9522	0.9592	Tm	69	168.93	0.9764	0.9765	0.9766	0.9768	0.9771	0.9791	0.9821
As	33	74.92	0.9476	0.9477	0.9480	0.9485	0.9491	0.9536	0.9604	Yb	70	173.04	0.9770	0.9770	0.9771	0.9774	0.9777	0.9796	0.9825
Se	34	78.97	0.9502	0.9503	0.9506	0.9511	0.9517	0.9559	0.9624	Ta	71	174.97	0.9772	0.9773	0.9774	0.9776	0.9779	0.9799	0.9829
Br	35	79.90	0.9508	0.9509	0.9512	0.9516	0.9522	0.9564	0.9629	Hf	72	178.51	0.9777	0.9777	0.9778	0.9780	0.9783	0.9803	0.9832
Kr	36	83.80	0.9530	0.9531	0.9534	0.9538	0.9544	0.9584	0.9646	W	73	183.85	0.9780	0.9780	0.9781	0.9783	0.9786	0.9805	0.9834
Rh	37	85.46	0.9539	0.9540	0.9543	0.9547	0.9553	0.9592	0.9652	Ta	74	183.84	0.9783	0.9783	0.9785	0.9787	0.9790	0.9808	0.9837

TABLA II

Factor Cinemático para elementos de la tabla periódica usando partículas alfa como iones incidentes. La tabla es calculada con la ecuación I-15 para distintos ángulos de retrodispersión.

Elem	No.A	100	175	170	165	160	150	120	90	100	175	170	165	160	150	120	
H	1	1.01															
He	2	4.00															
Li	3	6.94	0.0720	0.0723	0.0731	0.0749	0.0772	0.0953	0.1341	50	87.62	0.8129	0.8132	0.8140	0.8151	0.8175	
Be	4	9.01	0.1481	0.1486	0.1501	0.1527	0.1563	0.1832	0.2156	Y	39	87.62	0.8129	0.8132	0.8140	0.8151	0.8175
B	5	10.81	0.2111	0.2118	0.2137	0.2167	0.2210	0.2519	0.2894	Zn	40	87.62	0.8129	0.8132	0.8140	0.8151	0.8175
C	6	12.01	0.2501	0.2507	0.2526	0.2564	0.2624	0.2924	0.3318	Te	43	87.62	0.8129	0.8132	0.8140	0.8151	0.8175
N	7	14.00	0.3084	0.3091	0.3111	0.3143	0.3192	0.3529	0.4125	Ku	44	101.01	0.8154	0.8156	0.8164	0.8177	0.8175
O	8	16.00	0.3787	0.3801	0.3824	0.3859	0.3907	0.4267	0.4825	Rh	45	102.96	0.8159	0.8162	0.8169	0.8182	0.8179
F	9	18.00	0.4250	0.4257	0.4277	0.4312	0.4360	0.4691	0.5257	Pa	86	100.44	0.8603	0.8605	0.8613	0.8627	0.8642
Ne	10	20.17	0.4471	0.4482	0.4500	0.4534	0.4592	0.4930	0.5604	Ag	47	107.87	0.8620	0.8622	0.8630	0.8642	0.8659
Na	11	22.99	0.4948	0.4954	0.4974	0.5007	0.5051	0.5394	0.5995	Li	48	112.43	0.8672	0.8674	0.8681	0.8695	0.8709
Mg	12	24.31	0.5144	0.5151	0.5170	0.5202	0.5247	0.5594	0.6071	Is	49	114.82	0.8693	0.8695	0.8702	0.8719	0.8734
Al	13	26.98	0.5380	0.5386	0.5405	0.5436	0.5489	0.5836	0.6344	Sm	50	118.71	0.8718	0.8720	0.8727	0.8738	0.8754
Si	14	28.09	0.5613	0.5619	0.5637	0.5671	0.5729	0.6072	0.6609	Sr	51	121.76	0.8747	0.8749	0.8756	0.8767	0.8782
P	15	30.97	0.5846	0.5852	0.5869	0.5900	0.6040	0.6317	0.6769	Er	52	127.61	0.8821	0.8823	0.8829	0.8839	0.8854
S	16	32.06	0.6051	0.6057	0.6076	0.6107	0.6157	0.6518	0.6991	I	53	126.90	0.8834	0.8836	0.8843	0.8853	0.8868
Cl	17	35.45	0.6154	0.6159	0.6175	0.6201	0.6251	0.6609	0.7115	Xe	54	131.31	0.8852	0.8854	0.8860	0.8870	0.8884
Ar	18	39.95	0.6489	0.6494	0.6509	0.6535	0.6592	0.7010	0.7535	La	55	132.91	0.8867	0.8869	0.8875	0.8885	0.8897
K	19	39.10	0.6600	0.6605	0.6621	0.6647	0.6712	0.6996	0.7546	Ba	56	137.33	0.8899	0.8901	0.8907	0.8917	0.8930
Ca	20	40.08	0.6800	0.6805	0.6821	0.6847	0.6919	0.7203	0.7763	Eu	57	138.91	0.8911	0.8913	0.8919	0.8928	0.8942
Sc	21	44.96	0.6997	0.7002	0.7018	0.7043	0.7117	0.7405	0.7976	Ce	58	140.19	0.8920	0.8922	0.8927	0.8937	0.8951
Ti	22	47.88	0.7152	0.7156	0.7170	0.7191	0.7263	0.7557	0.7776	Pr	59	140.91	0.8926	0.8927	0.8933	0.8943	0.8956
V	23	50.94	0.7294	0.7297	0.7310	0.7327	0.7396	0.7691	0.8011	Gd	60	144.24	0.8943	0.8945	0.8951	0.8959	0.8969
Cr	24	52.00	0.7417	0.7419	0.7432	0.7448	0.7515	0.7813	0.8154	Tm	61	147.00	0.8948	0.8949	0.8954	0.8964	0.8974
Mn	25	54.94	0.7604	0.7607	0.7619	0.7634	0.7701	0.8003	0.8354	Sm	62	150.36	0.8960	0.8961	0.8967	0.8976	0.8986
Fe	26	55.85	0.7684	0.7686	0.7697	0.7711	0.7777	0.8081	0.8434	Lu	63	151.96	0.8968	0.8969	0.8974	0.8983	0.8993
Ni	27	58.93	0.7818	0.7820	0.7831	0.7844	0.7909	0.8214	0.8566	Er	64	157.26	0.9032	0.9033	0.9039	0.9047	0.9056
Cu	28	63.55	0.7870	0.7872	0.7882	0.7893	0.7957	0.8262	0.8614	Ho	65	158.91	0.9041	0.9042	0.9048	0.9056	0.9064
Zn	29	65.38	0.7920	0.7922	0.7931	0.7941	0.7999	0.8304	0.8656	Er	66	162.48	0.9061	0.9062	0.9068	0.9077	0.9085
Ga	30	69.72	0.7820	0.7822	0.7830	0.7838	0.7893	0.8196	0.8547	Lu	67	164.93	0.9075	0.9076	0.9081	0.9089	0.9097
Ge	31	72.64	0.7600	0.7601	0.7608	0.7615	0.7668	0.7970	0.8320	Er	68	167.26	0.9087	0.9089	0.9094	0.9102	0.9110
As	32	74.92	0.6920	0.6921	0.6928	0.6934	0.6985	0.7285	0.7635	Tm	69	168.93	0.9096	0.9097	0.9102	0.9110	0.9118
Se	33	78.97	0.6704	0.6705	0.6711	0.6717	0.6766	0.7065	0.7414	Yb	70	173.04	0.9116	0.9118	0.9122	0.9130	0.9141
Br	34	79.90	0.6154	0.6155	0.6160	0.6165	0.6212	0.6510	0.6858	Lu	71	174.97	0.9125	0.9127	0.9132	0.9140	0.9151
Kr	35	83.90	0.6116	0.6116	0.6121	0.6125	0.6171	0.6469	0.6817	La	72	176.71	0.9142	0.9144	0.9148	0.9156	0.9167
Rb	36	85.47	0.6263	0.6263	0.6267	0.6270	0.6315	0.6612	0.6960	La	73	180.95	0.9151	0.9153	0.9158	0.9167	0.9177
Sr	37	85.46	0.6290	0.6291	0.6292	0.6293	0.6337	0.6634	0.6982	W	74	183.84	0.9166	0.9167	0.9172	0.9179	0.9189

TABLA III

De acuerdo al factor cinemático (K) y la energía de las partículas se puede identificar en el espectro de energías los elementos de superficie de una muestra.

Elem.	Núm Atóm.	Masa Atóm.	16S	E=KEo (keV)	Canal	Elem.	Núm Atóm.	Masa Atóm.	16S	E=KEo (keV)	Canal
H	1	1.01				Tc	43	99.00	0.8529	1620.58	194
He	2	4.00				Ru	44	101.05	0.8557	1625.81	195
Li	3	6.94	0.0749	142.31	5	Rb	45	101.96	0.8582	1630.54	196
Be	4	9.01	0.1527	290.11	24	Pd	46	106.44	0.8625	1638.73	197
B	5	10.81	0.2167	411.75	40	Ag	47	107.87	0.8642	1641.93	197
C	6	12.01	0.2558	486.05	49	Cd	48	112.43	0.8693	1651.70	198
N	7	14.00	0.3145	597.47	64	In	49	114.82	0.8719	1656.52	199
O	8	16.00	0.3659	695.17	76	Sn	50	118.73	0.8758	1664.03	200
F	9	19.00	0.4312	819.21	92	Sb	51	121.76	0.8787	1669.53	201
Ne	10	20.17	0.4534	861.48	97	Te	52	127.63	0.8819	1679.49	202
Na	11	22.99	0.5007	951.31	109	I	53	126.90	0.8833	1678.31	202
Mg	12	24.31	0.5202	988.44	114	Xe	54	131.31	0.8870	1685.31	203
Al	13	26.98	0.5536	1055.61	122	Cs	55	132.91	0.8883	1687.74	203
Si	14	28.09	0.5688	1'080.64	123	Ba	56	137.33	0.8917	1694.20	204
P	15	30.97	0.5999	1'139.75	133	La	57	138.91	0.8928	1696.41	204
S	16	32.06	0.6105	1'159.89	136	Ce	58	140.10	0.8937	1698.05	204
Cl	17	35.45	0.6403	1216.50	143	Pr	59	140.91	0.8943	1699.14	204
Ar	18	39.95	0.6735	1279.56	151	Nd	60	144.24	0.8966	1703.54	205
K	19	39.10	0.6676	1268.52	149	Pm	61	147.00	0.8984	1707.03	205
Ca	20	40.08	0.6743	1281.25	151	Sm	62	150.36	0.9006	1711.11	206
Sc	21	44.96	0.7040	1337.51	158	Eu	63	151.96	0.9016	1713.02	206
Ti	22	47.88	0.7193	1366.62	162	Gd	64	157.26	0.9047	1719.00	207
V	23	50.94	0.7337	1394.09	165	Tb	65	158.93	0.9057	1720.91	207
Cr	24	52.00	0.7384	1402.90	167	Dy	66	162.48	0.9077	1724.55	208
Mn	25	54.94	0.7505	1425.96	170	Ho	67	164.93	0.9090	1727.03	208
Fe	26	55.85	0.7540	1432.66	170	Er	68	167.26	0.9102	1729.33	208
Co	27	58.93	0.7653	1454.05	173	Tm	69	168.93	0.9110	1730.95	209
Ni	28	58.93	0.7653	1454.07	173	Yb	70	173.04	0.9130	1734.76	209
Cu	29	63.55	0.7803	1482.66	177	Lu	71	174.97	0.9140	1736.52	209
Zn	30	65.39	0.7858	1493.08	178	Hf	72	178.51	0.9156	1739.62	210
Ga	31	69.72	0.7977	1515.65	181	Ta	73	180.95	0.9167	1741.60	210
Ge	32	72.64	0.8050	1529.51	183	W	74	183.84	0.9179	1744.00	210
Au	33	74.92	0.8104	1539.68	184	Re	75	186.21	0.9189	1745.98	210
Se	34	78.91	0.8192	1556.48	186	Os	76	190.33	0.9206	1749.10	211
Hg	35	79.90	0.8211	1560.04	187	Ir	77	192.22	0.9214	1750.60	211
Kr	36	83.80	0.8286	1574.43	189	Pt	78	195.08	0.9225	1752.71	211
Rb	37	85.46	0.8317	1580.21	189	Au	79	196.97	0.9232	1754.00	212
N	38	87.62	0.8355	1587.39	190	Hg	80	200.62	0.9245	1756.62	212
Y	39	88.91	0.8377	1593.54	191	Tl	81	204.38	0.9259	1759.16	212
Zr	40	91.22	0.8414	1608.73	192	Pb	82	207.18	0.9268	1760.99	212
Nb	41	92.91	0.8441	1613.74	192	Bi	83	208.98	0.9274	1762.14	212
Mo	42	95.90	0.8485	1621.23	193						

Con el objeto de que los espectros de RBS tuvieran una buena estadística de conteo, la dosis de bombardeo se escogió de 50 μC ($1\mu\text{C} = 6.242 \times 10^{12}$ partículas) para algunas de las muestras. Esta dosis equivale a 3.12×10^{14} partículas.

Los espectros experimentales de RBS obtenidos de las películas depositadas en los vidrios, se analizaron con el programa RUMP. El procedimiento de análisis con el programa RUMP consistió en proponer una o varias capas (películas) consecutivas desde la superficie hacia el interior de la muestra. El espesor de cada una de estas capas se da en las unidades naturales de las TAON las cuales son: átomos/ cm^2 o mg/cm^2 . Para pasar de unidades de espesores en unidades lineales: cm , mm , μm ó Å , es necesario conocer la densidad ρ [gr/cm^3] de cada una de las capas. El proceso anterior se conoce en ciencia de materiales como generar un perfil de concentraciones de los elementos. Es importante volver a destacar que la técnica de RBS tiene la característica de dar información de perfiles de los elementos. La composición elemental de cada una de estas capas puede variarse de una capa a otra. Si se tiene un haz de partículas alfa de 2 MeV, se puede obtener el perfil de la concentración de los elementos desde la superficie hasta una profundidad dentro de la muestra del orden de 2 μm . El programa RUMP calcula y despliega en forma gráfica el espectro que se genera. Este espectro teórico o simulación se compara con el espectro experimental obtenido y en caso que no se logre una buena coincidencia en esta comparación, se cambia la simulación. Este proceso se hace hasta que el espectro simulado coincida con el espectro medido. La composición y perfil de la muestra se da de acuerdo con la simulación que coincide con el espectro medido. Existe la posibilidad de que haya más de una simulación para explicar un espectro de RBS. Sin embargo, usando información de como las películas fueron producidas o también información de que compuestos químicos son posibles, se pueden eliminar algunas simulaciones las cuales no tendrían significado físico.

El uso del programa RUMP requiere que se especifiquen los parámetros de experimentación con los cuales las muestras fueron analizadas y la calibración en energía del detector de barrera superficial. Los parámetros que se usaron son: tipo de haz ^4He , energía 2 MeV; geometría IBM, que es cuando el detector y el área de la muestra bombardeada se encuentra en el mismo plano, theta = 0° significa que la muestra es perpendicular al haz, Phi = 15° es el ángulo suplementario de θ . El ángulo sólido del detector $\Omega = 3.2$ msr, la relación entre canal y energía $b = 7.82$ (KeV/canal) y offset 100 KeV, que se obtuvo en la calibración del detector de barrera superficial. La resolución total del sistema de detección se determinó como el parámetro FWHM = 30 KeV. La fig. 3-0 muestra la

Para la espectroscopia PIXE se utilizó un haz de protones con energía de 2 MeV. Los rayos X característicos de las muestras fueron medidos en un detector criogénico de $\text{Si}(\text{Li})$ con energía de resolución de 200 eV para la línea K_{α} del Mn. El área sensible del detector fue de 100 mm^2 y un espesor de 5 mm. El espesor de la ventana del detector fue 25 μm de berilio. El detector y la cámara de experimentación de PIXE se describieron brevemente en el Capítulo II. Las muestras se colocaron a 45° y el detector y 90° con respecto a dirección del haz incidente. Las muestras se bombardearon al vacío, los rayos X en su trayectoria hacia el detector, cuya ventana de entrada se encuentra a la atmósfera, atraviesan una película delgada de maylar de 7 μm de espesor. La composición química del maylar es la de un polímero y tiene la propiedad de tener poca absorción de rayos X. Como ya se mencionó con anterioridad, la técnica PIXE tiene la característica de ser una técnica multielemental ya que pueden ser detectados con este sistema los rayos X de todos los elementos con número atómico mayor que el Na.

Dos parámetros de importancia para poder cuantificar la concentración de los elementos en la muestra son: la atenuación de los rayos X debido a los materiales (ventanas de maylar, berilio y aire) entre la muestra y el detector, y de la eficiencia de detección del detector. Ambos parámetros se pueden determinar midiendo la curva de sensibilidad del detector [Azipazu, 1996] para lo cual se usa un conjunto de películas delgadas

que se obtienen comercialmente. Con la curva de sensibilidad del detector de Si(Li) se puede medir el espesor ($\mu\text{g}/\text{cm}^2$) de las películas delgadas depositadas en los vidrios. La fig. III-1 es la curva de sensibilidad medida en función del número atómico Z. La determinación de la sensibilidad Ψ es la razón del número de cuentas para un pico dado por μC y $\mu\text{g}/\text{cm}^2$.

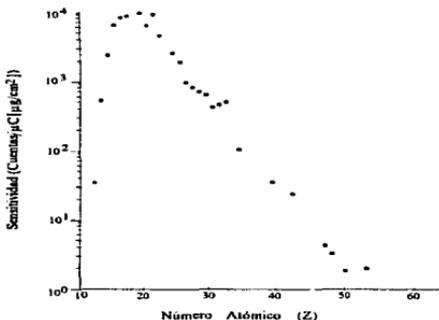


Fig. III-1 Curva de sensibilidad obtenida para el sistema de detección de PIXE utilizando un conjunto de películas comerciales.

Cuando se usa el detector de Si(Li) es necesario también hacer una calibración en energía, en forma similar a como se calibra el espectrómetro de RBS. La relación entre canal C y energía $E = h\nu$ de los fotones también es una relación lineal del tipo $E = d \cdot C + G$. Los parámetros d y G se determinan con la ganancia del amplificador lineal asociado al sistema. Para realizar esta calibración se bombardearon muestras de elementos conocidos tales como: Fe, Cu, Pb, etc.

Existen dos tipos de análisis de los espectros de PIXE: cualitativo y cuantitativo. El análisis cualitativo es muy simple y consiste en identificar los elementos presentes en la muestra bombardeada. Esto se hace determinando la energía del máximo de un pico a través del canal y usando la ecuación de calibración para calcular la energía de los rayos X correspondientes. Se estableció una calibración cuyos parámetros tienen los valores: $d = 41 \text{ eV/canal}$ y $G = 325 \text{ eV}$. En el espectro de energía de rayos X es conveniente desplegar el eje vertical en escala logarítmica y el eje de energía en escala lineal, con el propósito de tener una visión general de las alturas de los picos. Usando los valores de energías de rayos X en tablas y la calibración del detector se generó la tabla IV en la cual se calculó el canal del pico para algunos de los elementos de la tabla periódica.

TABLA IV

Usando tablas de rayos X característicos y la calibración del detector de Si(Li) se generó esta tabla, con la cual, se puede identificar en el espectro de energías los elementos de la muestra de acuerdo al número de canal.

No.	Símbolo	K _α (kV)	Canal	K _β (kV)	Canal	No.	Símbolo	K _α (kV)	Canal	K _β (kV)	Canal
9	F	0.677	8	0.677	8	40	Zr	15.774	369	17.666	414
10	Ne	0.851	13	0.851	13	41	Nb	16.614	389	18.621	436
11	Na	1.041	17	1.067	18	42	Mo	17.478	409	19.607	460
12	Mg	1.254	22	1.297	23	43	Tc	18.41	431	20.585	483
13	Al	1.487	28	1.553	29	44	Ru	19.278	452	21.655	509
14	Si	1.74	34	1.832	36	45	Rh	20.214	474	22.721	534
15	P	2.015	40	2.136	43	46	Pd	21.175	497	23.816	560
16	S	2.308	47	2.464	51	47	Ag	22.162	521	24.942	587
17	Cl	2.622	55	2.815	59	48	Cd	23.172	545	26.093	615
18	Ar	2.957	63	3.192	68	49	In	24.207	570	27.274	643
19	K	3.313	71	3.589	78	50	Sn	25.27	595	28.483	672
20	Ca	3.691	80	4.012	88	51	Sb	26.357	621	29.723	701
21	Sc	4.09	90	4.46	99	52	Te	27.471	648	30.993	732
22	Ti	4.51	100	4.931	110	53	I	28.61	675	32.292	763
23	V	4.952	110	5.427	122	54	Xe	29.802	703	33.644	795
24	Cr	5.414	121	5.946	134	55	Cs	30.97	731	34.984	827
25	Mn	5.898	133	6.49	147	56	Ba	32.191	760	36.376	860
26	Fe	6.403	145	7.057	161	57	La	33.44	790	37.799	894
27	Co	6.93	158	7.649	175	58	Ce	34.717	820	39.255	929
28	Ni	7.477	171	8.264	189	59	Pr	36.023	852	40.746	964
29	Cu	8.047	184	8.904	205	60	Nd	37.359	883	42.269	1001
30	Zn	8.638	198	9.571	221	61	Pm	38.649	914	43.945	1041
31	Ga	9.251	213	10.263	237	62	Sm	40.124	949	45.4	1075
32	Ge	9.885	228	10.981	254	63	Eu	41.529	983	47.027	1114
33	As	10.543	244	11.725	272	64	Gd	42.983	1018	48.718	1154
34	Se	11.221	260	12.495	290	65	Tb	44.47	1053	50.391	1194
35	Br	11.923	277	13.29	309	66	Dy	45.985	1089	52.178	1237
36	Kr	12.648	294	14.112	329	67	Ho	47.528	1126	53.934	1279
37	Rb	13.394	312	14.96	349	68	Er	49.099	1164	53.934	1279
38	Sr	14.164	330	15.834	370	66	Dy	45.985	1089	52.178	1237
39	Y	14.957	349	16.736	391	67	Ho	47.528	1126	53.934	1279

El análisis cuantitativo se hace determinado el área neta de un pico del espectro, lo cual es la suma del número de cuentas en el pico. La forma de los picos de energía puede ser descrito analíticamente por una función Gaussiana. Es inherente al proceso la espectrometría PIXE, la generación en el espectro de cuentas de fondo o ruido y éste fenómeno es lo que limita la sensibilidad del método. Para realizar el análisis cuantitativo hay que descontar las cuentas correspondientes del fondo o ruido para obtener el área neta de los picos. Esta tarea se puede realizar en forma manual pero es muy tediosa. Existen varios programas de computo que se pueden usar en computadoras personales y uno de éstos programas es el llamado AXIL [Van,1990] que fue proporcionado gratuitamente por el Organismo Internacional de Energía Atómica. Este programa se uso para calcular el fondo y el área neta de cada uno de los picos, ésta se relaciona con la concentración del elemento en la muestra [Johansson,1988].

Para la determinación de las concentraciones, se puede considerar a las muestras en tres tipos de acuerdo a su espesor en: delgadas, gruesas e intermedias. El análisis más simple de muestras por esta técnica es cuando las muestras son películas delgadas, y las películas reflejantes sobre vidrio se pueden considerar como películas delgadas puesto que sus espesores son de unos cuantos Å.

III.2 RESULTADOS DE MUESTRAS ANALIZADAS.

Se analizaron alrededor de 30 muestras que fueron enviadas por VVP. Sin embargo, en ésta tesis no se presentan los resultados de todos éstos análisis, sino que sólo se seleccionaron los resultados de algunas de éstas muestras las cuales se consideraron ser las más interesantes y representativas.

Los espectros de energía tanto de PIXE y RBS de las muestras seleccionadas se observan en las fig. III-3 a la fig.III-12. En la parte superior de las figuras se escribió el nombre con el cual VVP identifico la muestra enviada, en algunos casos son los nombres de catalogo o los nombres comerciales de éstos productos. Algunas de las muestras se les denomina como: Plata, Bronce, SO758, etc. Cabe mencionar que los nombres no tiene relación con los elementos químicos en las películas, mas bien, es el aspecto del color de éstos.

III.2.1 PELICULAS PRODUCIDAS POR EROSION IONICA.

En la Fig. III-2 se muestra las características del comportamiento térmico del vidrio identificado como Plata AP/8. El objetivo de usar recubrimientos en los vidrios, es dar un aspecto estético y agradable en su uso en edificios. La función básica de éstos vidrios es tambien controlar los excesos térmicos y lumínicos del exterior por medio de reflexión y absorción, ésta reducción en el paso de calor se convierte en considerables ahorros al disminuir, desde el momento de proyectarse el costo del equipo de clima artificial, así como los gastos en consumo de energía eléctrica.

Las siguientes figuras son los espectros de PIXE y RBS (denotadas por a y b respectivamente) de películas producidas por la técnica de erosión catódica. Estas muestras se identificaron con los nombres de comercialización y son: Gris, Azul Celeste, Plata y Bronce. Los espectros de energía de RBS fueron analizados usando el programa RUMP. En las figuras se muestran éstas simulaciones (línea continua), mientras que los espectros medidos experimentales son representados por los puntos.

TG-CLARO

ESPESOR: 5.68 mm

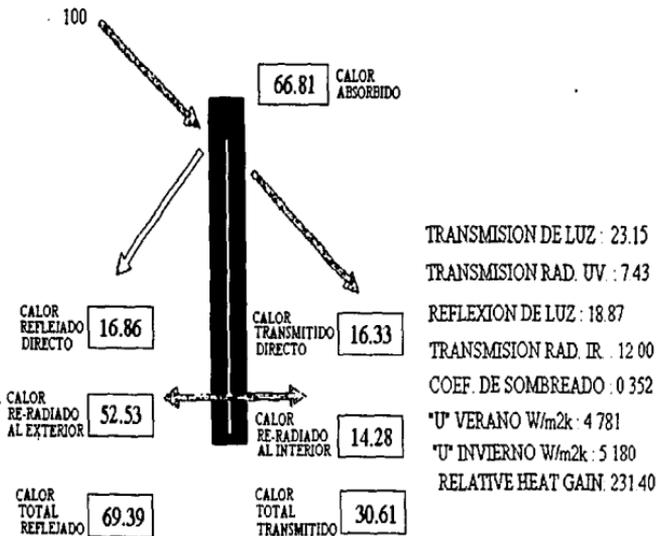


Fig. III-2 se muestra las características del comportamiento térmico del vidrio identificado como Plata AP8.

La simulación de los espectros de RBS hecha con el programa RUMP, indica que las muestras están formadas por una o dos películas y éstas son muy delgadas debido a que los picos tienen un espesor de unos cuantos \AA y en los espectros experimentales se observan picos delgados. La mayor contribución en los espectros de RBS se debe a partículas retrodispersadas por los átomos del sustrato.

La simulación hecha para los picos de las muestras gris (fig.III-3a) y azul celeste (fig.III-4a) corresponden a una delgada película que tiene composición estequiométrica Ti_xN_y . De la simulación se deducen los valores: $y = 1$ y $x = 1$, es decir, la película tiene una composición de Nitruro de Titanio (TiN). Como complemento al análisis de estas películas se usó la espectrometría PIXE que indica que además de Ti existen Fe y Cr.

Dado que el análisis de RBS es sensible al perfil de elementos, la simulación del programa RUMP para las muestras bronce (fig.III-5a) y plata (fig.III-6a) fue más compleja, comparada respecto a las muestras gris y azul celeste. La simulación de éstas indica que hay doble película, siendo la película superficial de composición estequiométrica de TiN y debajo de ésta existe una película cuya composición se simuló suponiendo que esta constituida sólo por Fe. En la Tabla V se resumen los resultados del análisis de las películas reflejantes de las cuatro muestras analizadas y en donde se dan los espesores de las películas y la concentración relativa atómica de los elementos constituyentes. El espesor de las películas se da en \AA y en \AA^2 . Las unidades lineales expresadas en \AA mostradas en esta tabla se calcularon de los resultados de los espesores obtenidos de las simulaciones del RUMP y para ello se usaron los valores teóricos de las densidades $\rho = 7.87 \text{ gr/cm}^3$ para el Fe y $\rho = 5.22 \text{ gr/cm}^3$ para el TiN.

La interpretación de que el pico en el espectro de RBS contiene sólo Fe, no es totalmente correcta. El hecho de haber realizado el análisis por la espectrometría PIXE indica que además del Fe, existe Cr y Ni. Estos tres elementos son constituyentes de la mayoría de los aceros inoxidable, por lo que éstos resultados indican que en el proceso de fabricación de estas películas se usó como cátodo algún tipo de acero inoxidable. El hecho de que Cr y Ni no puedan observarse en el espectro de RBS como picos separados del Fe, se debe a que los factores cinemáticos K para cada uno de éstos elementos tiene valores muy parecidos. Lo anterior se puede observar en la Tabla II. Por esta razón la energía de retrodispersión para Fe, Cr, Ni en el espectro RBS no puede ser resuelta, ya que la resolución en energía de nuestro sistema fue de 30 KeV. Por lo anterior, la separación en energía debida al Cr, Fe y Ni es menor a esta cantidad.

En la región de alta energía del espectro de RBS para las muestras de plata y bronce cuando esta región se amplifica, es decir, se usa una escala menor para el número de cuentas, se pueden observar pequeños picos cuyas energías corresponden a los siguientes elementos: Pb, Ru, Mo y Cu. El hecho de que estas señales aparezcan como picos y no como escalones indica que estos elementos se encuentran en la película fabricada con el acero inoxidable. Estos picos no aparecen en las películas de los vidrios: gris y azul celeste. Usando el programa RUMP para simular estos picos pudo cuantificarse su contenido, el cual se obtuvo en unidades de monocapas ($1 \text{ MC} = 10^{15} \text{ átomos/cm}^2$). Por ejemplo para la muestra plata se obtuvieron las siguientes concentraciones en unidades de MC: Pb = 0.05, Ru = 0.7, Mo = 7.0 y Cu = 0.5. Los números anteriores reflejan la gran sensibilidad de la técnica de RBS para detectar en ciertos casos como es el presente, trazas de elementos en una muestra, como por ejemplo el Pb, en el cual se midió su concentración de $5 \times 10^{13} \text{ átomos/cm}^2$.

TABLA V.

Espesores de las películas reflectoras producidas industrialmente por la técnica de erosión catódica. El error para la determinación de los espesores se estimó de 3% aproximadamente.

Tipo de Muestra	TiN (Espesor 10^{13} átom/cm ²)	TiN (Espesor Å)	Fe (Espesor 10^{13} átom/cm ²)	Fe (Espesor Å)
BRONCE AB/10	320	630	75	393
PLATA AP/8	270	532	65	330
CELESTE TC/30	260	512.1	0	0
GRIS TG/20	180	354.5	0	0

El área de cada uno de los picos S_i es el área neta que se obtuvo con el programa AXIL. Como se mencionó S es la suma del número de cuentas en el pico, a la cual se le resta la contribución del fondo. El S es proporcional a la concentración atómica de cada uno de los elementos. Usando la curva de sensibilidad de la fig. III-1, S se puede convertir a espesores en unidades de $\mu\text{g}/\text{cm}^2$. Sin embargo, en este trabajo solo se tuvo interés en encontrar las razones de las concentraciones: Cr/Fe y Ni/Fe y Cr/Ni y se obtuvieron los siguientes valores: Cr/Fe = 0.231 Ni/Fe = 0.139 Cr/Ni = 1.66. Estas razones de concentraciones son cantidades típicas que se encuentran en los aceros inoxidables, con lo que se determinó que esta película fue producida por erosión catódica de un acero inoxidable.

Al analizar la muestra por el lado opuesto a la película (sustrato) se encontró también un pico de Fe, con lo cual, este pico tiene una contribución a la señal del Fe en la película, entonces cuando se analiza la contribución del Fe de la película se debe descontar el Fe del sustrato. En el sustrato además del Fe aparecen otros picos que corresponden a los elementos Ti, Ca, y Si. Las concentraciones de Ti y Fe que se encontraron en los sustratos fueron cantidades de partes por millón (ppm).

La simulación de los espectros de RBS correspondiente al sustrato de las películas es el caso típico de un blanco grueso, dado que se tiene una estructura bien definida. La simulación se pudo hacer suponiendo las siguientes concentraciones: Si 0.90, Ca 0.90, Na 0.30 y Sn 0.01.

Al analizar el vidrio del lado que estuvo en contacto con el estaño líquido en la fabricación, se encontró que existe mayor cantidad de estaño, y su concentración disminuye con la profundidad que en el sustrato de las películas. La Fig. III-7 muestra el espectro del sustrato y en el pie de figura se indican los espesores y composiciones de tres capas que fueron necesarias para simular el espectro con el programa RUMP. Esta composición es típica para vidrios.

VIDRIO REFLEJANTE TIPO: GRIS TG-20

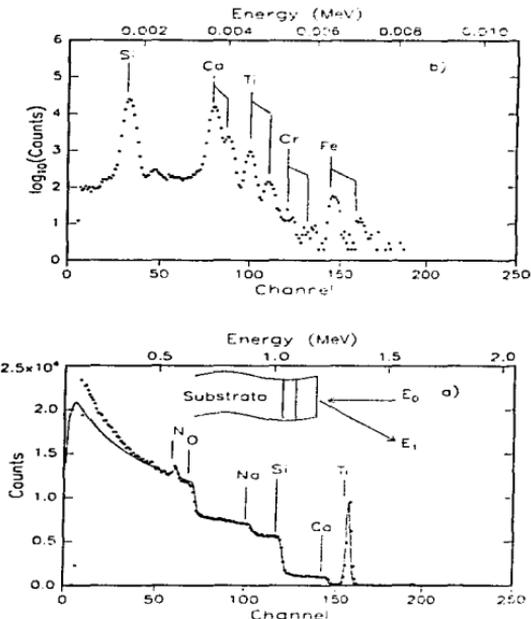


Fig. III-3 a) Espectro de energía de partículas alfa retrodispersadas a un ángulo de 165° por el vidrio tipo GRIS TG-20. La energía de bombardeo fue de 1.85 MeV. La línea sólida en el espectro es la simulación teórica obtenida con el programa RUMP y la línea punteada indica el espectro experimental. b) Espectro experimental para la misma muestra obtenido mediante la técnica de PINE con un haz de protones de 2 MeV y un detector de Si(Li).

VIDRIO REFLEJANTE TIPO: AZUL CELESTE TC-30

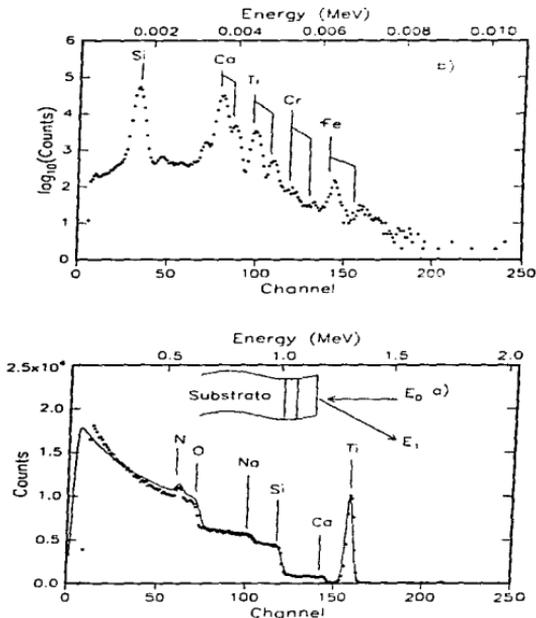


Fig. III-4 a) Espectro de energía de partículas alfa retrodispersadas a un ángulo de 165° por el vidrio tipo AZUL CELESTE TC-30. La energía de bombardeo fue de 1.85 MeV. La línea sólida en el espectro es la simulación teórica obtenida con el programa RUMP y la línea punteada indica el espectro experimental. b) Espectro experimental para la misma muestra obtenido mediante la técnica de PIXE con un haz de protones de 2 MeV y un detector de Si(Li)

VIDRIO REFLEJANTE TIPO: BRONCE AB-10

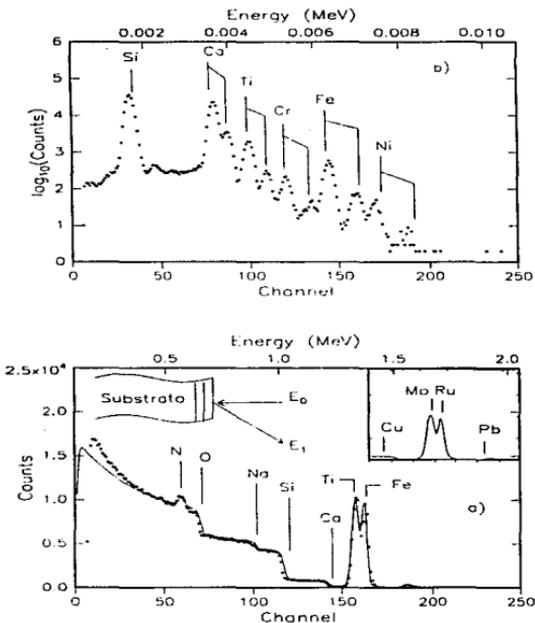


Fig. III-5 a) Espectro de energía de partículas alfa retrodispersadas a un ángulo de 165° por el vidrio tipo BRONCE AB-10. La energía de bombardeo fue de 1.85 MeV. La línea sólida en el espectro es la simulación teórica obtenida con el programa RUMP y la línea punteada indica el espectro experimental. **b)** Espectro experimental para la misma muestra obtenido mediante la técnica de PIXE con un haz de protones de 2 MeV y un detector de Si(Li).

VIDRIO REFLEJANTE TIPO: PLATA AP-8

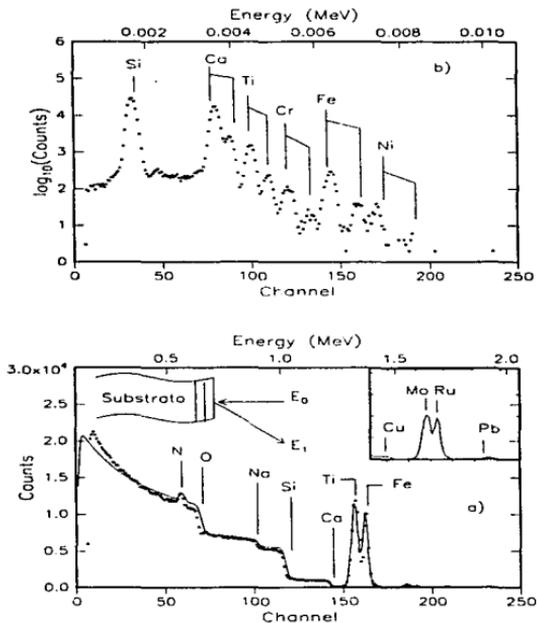


Fig. 111-6 a) Espectro de energía de partículas alfa retrodispersadas a un ángulo de 165° por el vidrio tipo PLATA AP-8. La energía de bombardeo fue de 1.85 MeV. La línea sólida en el espectro es la simulación teórica obtenida con el programa RUMP y la línea punteada indica el espectro experimental. b) Espectro experimental para la misma muestra obtenido mediante la técnica de PIXE con un haz de protones de 2 MeV y un detector de Si(Li).

SUSTRATO DEL VIDRIO

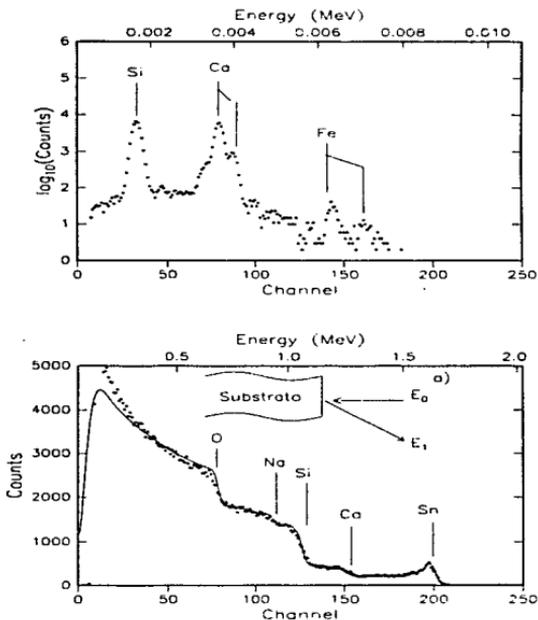


Fig. III-7 a) Espectro de energía de partículas alfa de 1.85 MeV retrodispersadas por el sustrato del vidrio. La línea sólida en el espectro es la simulación teórica obtenida con el RUMP y la línea punteada indica el espectro experimental. b) Espectro experimental para la misma muestra obtenido mediante la técnica de PIXE con un haz de protones de 2 MeV y un detector de Si(Li). La simulación con el programa RUMP fue superponiendo tres capas: (1) 1100 Å: O₂₀ Si₄ Na₁₀ Ca₁₀₀ Sn₄₀₀₀; (2) 1500 Å: O₂₀ Si₁₀ Na₁₀ Ca₁₀₀ Sn₄₀₀₀; (3) 1100 Å: O₂₀ Si₁₀ Na₁₀ Ca₁₀₀ Sn₄₀₀₀.

III.2.2 MUESTRAS PRODUCIDAS POR PIROLISIS.

La industria automotriz usa en gran escala vidrios con películas reflejantes a base de Co, debido a las excelentes propiedades ópticas de este elemento. Sin embargo, si se deposita sólo Co sobre los vidrios las propiedades mecánicas de las películas no son buenas, ya que no se forman películas duras y fácilmente se rayan, alterándose su buena apariencia. Además, estas películas también son afectadas por la contaminación ambiental a la que son expuestas.

Un desarrollo tecnológico ha demostrado que éstos problemas pueden superarse, si al Co se le agregan pequeñas concentraciones de Cr y Fe, con lo que se pueden mejorar las propiedades mecánicas de estas películas. Sin embargo, las cantidades de Cr y Fe si no son las adecuadas tienden a deteriorar las propiedades ópticas y los espesores de las películas, además las concentraciones relativas de Co y Cr.

Las técnicas PIXE y RBS fueron usadas para caracterizar películas a base de Co con buenas características mecánicas, que fueron producidas en el extranjero. Usando estas técnicas se determinaron las proporciones de Co/Fe y Cr/Fe y además los espesores de dichas películas. Diferentes películas producidas a nivel de laboratorio fueron analizadas usando las TAON descritas anteriormente. La muestra denominada SO758 fue una de las muestras analizadas y las Fig. III-8a y III-8b muestran los espectros de PIXE y RBS.

La simulación éstos espectros fue muy similar a la encontrada en los espectros que corresponden a las muestras denominadas como bronce y plata descritas en la sección anterior. Con la técnica de RBS no se pudo diferenciar el contenido en forma individual de los elementos de Co, Fe, y Cr, debido a que las masas de éstos elementos son similares. Sin embargo, con esta técnica el espesor de la película se pudo determinar suponiendo que la muestra contenía cualquiera de éstos tres elementos.

Del espectro PIXE se pudieron obtener las concentraciones relativas de Co/Fe y Cr/Fe, se usaron las áreas netas de éstos elementos obtenidas usando el programa AXIL. Usando también la curva de sensibilidad se obtuvieron por la razón de estas concentraciones los siguientes valores: Co/Fe = 2.21 y Cr/Fe = 0.23. De éstos resultados se deduce que el contenido de cada uno de éstos elementos en la película fueron: Co = 64%, Fe = 29% y Cr = 7%.

Para realizar la simulación del espectro de RBS, tal como se indica esquemáticamente en la Fig. 8a se requirió de cuatro capas, siendo la última el sustrato. La Tabla VI resume las concentraciones relativas de los átomos de cada capa y además los espesores correspondientes expresados en Å. Es importante hacer notar que el espesor de la película reflejante para este vidrio fue mucho mayor, comparado con las películas producidas por el método de erosión catódica.

PELICULA REFLEJANTE TIPO: SO758

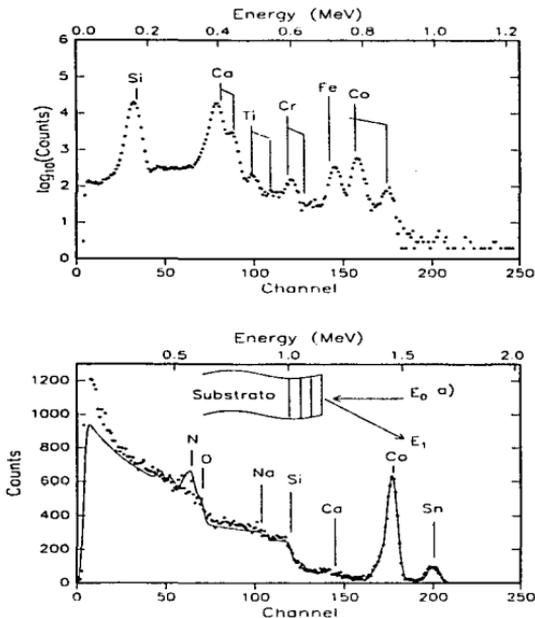


Fig. III-8 a) Espectro de energía de partículas alfa de 1.85 MeV retrodispersadas por el vidrio SO758. La línea sólida en el espectro es la simulación teórica obtenida con el RUMP y la línea punteada indica el espectro experimental. b) Espectro experimental para la misma muestra obtenido mediante la técnica de PIXE con un haz de protones de 2 MeV y un detector de Si(Li)

TABLA VI

Espesores y composición atómica de cada una de las capas que se requirió para obtener la simulación del espectro de RBS usando el programa RUMP en la película de la muestra denominada SO758, producida por pirólisis.

Capa	Espesor (Å)						
1	500	Cr 1.0	Fe 0.70	Co 1.0	C 1.0	H 0.40	
2	800	Sn 0.013	Si 0.10	Ca 0.03	N 1.0		
3	800	C 1.0	Sn 0.019	Si 0.10	Ca 0.30	Na 0.10	N 1.0
4	50000	Sn 0.007	Si 1.0	O 2.7	Ca 0.12	Na 0.40	

La presencia de un pico en alta energía observado en el espectro de RBS fue muy desconcertante, ya que usando el programa RUMP podría simularse como si la película reflejante tuviera una contaminación de Sn. También este pico se pudo simular suponiendo que el Sn se encuentra difundido en el vidrio y es el caso de la simulación resumida en la Tabla VI. Estos hechos fueron comentados con la gerencia de producción de VVP e informaron que la película fue depositada por el lado del vidrio que estuvo en contacto con el estaño líquido.

III.2.3 PELÍCULAS REFLEJANTES USANDO SILANO.

Un método alternativo de producir películas reflejantes con color aparente plateado es usar Silano, el cual es un gas cuya composición química es SiH₄. Este gas es altamente explosivo por lo que su manejo es de alto riesgo. Sin embargo, su uso para producir películas reflejantes es muy atractivo debido a que el costo de usar esta tecnología es mucho más barata respecto a otros métodos.

La producción de películas sobre vidrio usando el gas Silano, se hace durante la última parte de fabricación del vidrio, y este aun se encuentra a una temperatura de 600 °C. Una atmósfera de N a una presión ligeramente superior a la atmosférica se usa en el proceso de fabricación de los vidrios, por lo que los átomos de N pueden formar parte de la composición de las películas. El gas Silano se aplica en forma de rocío sobre la superficie de los vidrios, y debido a la alta temperatura de la superficie del vidrio, los átomos de Si e H reaccionan químicamente, produciendo película cuya composición química contienen a éstos átomos. El color aparente plateado de éstos materiales esta relacionado con los espesores de las películas.

Las figuras III-9a y III-9b son los espectros de RBS y PIXE para una de éstas muestras, denominada reflex plateado. La simulación de RBS (línea continua) al espectro de energía de iones de helio retrodispersados (RBS) se requirió de tres capas y en la Tabla VII se muestran los espesores y la composición atómica de éstas. Como es conocido, usando RBS no se puede determinar explícitamente átomos de H y para determinar la concentración de éste elemento, fue necesario usar otra de las TAON llamada ERDA [Turos,1984]. Sin embargo, para poder realizar la simulación del espectro fue necesario suponer el contenido de H en la segunda capa. Butler [Butler, 1990] discute como la concentración de un elemento con masa relativamente pesada puede ser determinada por la sustitución de elementos con masa mucho menor. En esta referencia se ilustra el método en el caso de determinación de óxidos de hierro, en el cual el oxígeno no es determinado directamente, sino por que éste elemento sustituye a átomos de Fe. Puede

VIDRIO REFLEJANTE TIPO: REFLEX PLATEADO

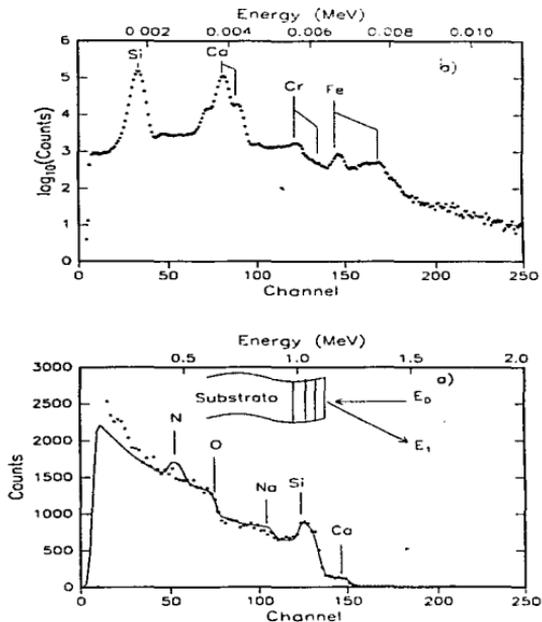


Fig. 9-9 a) Espectro de energía de partículas alfa de 1.85 MeV retrodispersadas por el vidrio REFLEX PLATEADO. La línea sólida en el espectro es la simulación teórica obtenida con el RUMP y la línea punteada indica el espectro experimental. b) Espectro experimental para la misma muestra obtenido mediante la técnica de PIXE con un haz de protones de 2 MeV y un detector de Si(Li).

observarse de esta tabla, que se requirió de una subcapa (la número 3) de un espesor relativamente grande para lograr la simulación.

TABLA VII

Se muestra los espesores y composición atómica de cada una de estas capas que se requirió para obtener la simulación del espectro de RBS usando el programa RUMP, de la película del vidrio denominado REFLEX PLATEADO que fue producida por el rociado con Silano.

Capa	Espesor (Å)								
1	60	Si 1.0	O 2.0						
2	200	Si 1.0	C 2.0	H 1.0					
3	1000	Si 1.0	O 0.5	C 1.0					
4	50000	Si 1.0	O 2.2	Ca 0.10	Na 0.40	Sn 0.001	Pb 0.0001		

En el análisis de esta muestra, el espectro PIXE, no aportó información complementaria para la determinación de la estructura de la película reflejante y los Rayos X característicos de los átomos constituyentes en la película como en el sustrato, indican la presencia de elementos tales como Si, Ca, Na, Fe y Sn son los elementos que se encuentran normalmente en los vidrios.

III.2.4 NUEVA TECNOLOGIA EN LA PRODUCCION DE ESPEJOS.

La producción de espejos por lo general se hace depositando sobre una de las superficies del vidrio películas de Ag o Al. Puede observarse que con el transcurso del tiempo, estas películas se desprenden parcialmente y fácilmente se pueden rajar, deteriorándose la calidad de los espejos.

Una nueva tecnología se ha desarrollado para producir espejos de alta calidad y durabilidad, aprovechando que los vidrios son fabricados por el método de flotación, garantiza que los espesores son uniformes. Una muestra de uno de estas tecnologías fue un espejo producidos en los E.U.A., donde la película reflejante no estaba del lado superficial, sino que esta depositada por la superficie posterior del vidrio y sobre la película reflejante se depositó una capa negra, este vidrio se conoce como Reflex Negro. El objetivo de análisis de este vidrio fue analizar tanto la película reflejante, como la película negra. Para ello fue necesario desprender la capa negra, para que así quedara al descubierto la película reflejante y esta se analizara por las dos técnicas.

La figura III-10a muestra la simulación (línea continua) del espectro de energía de iones de ${}^4\text{He}^+$ retrodispersados (RBS) de la superficie reflejante. Esta simulación necesitó de tres capas, en la Tabla VIII se muestran los espesores y la composición atómica de cada una de las capas. La estructura del material reflejante, es el mismo que las películas hechas a base de Silano. El espectro de PIXE (fig. III-10b) muestra que los elementos presentes en la muestra básicamente son los mismos de un vidrio normal producido por VVP y no se encontró otro tipo de metales.

VIDRIO REFLEJANTE TIPO: REFLEX NEGRO

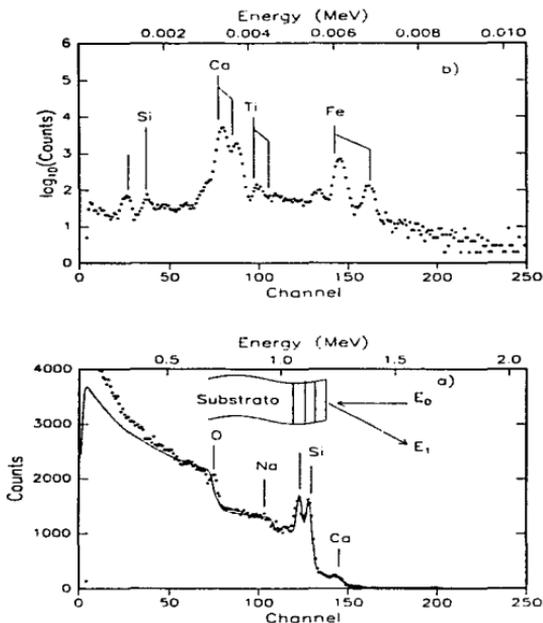


Fig. III-7 a) Espectro de energía de partículas alfa de 1.85 MeV retrodispersadas por el vidrio REFLEX NEGRO. La línea sólida en el espectro es la simulación teórica obtenida con el RUMP y la línea punteada indica el espectro experimental. b) Espectro experimental para la misma muestra obtenido mediante la técnica de PIXE con un haz de protones de 2 MeV y un detector de Si(Li).

ESTA TESIS NO DEBE
SALIR DE LA BIBLIOTECA

TABLA VIII

En esta tabla se muestran los espesores y las concentraciones atómicas de las capas usadas en la simulación usando el programa RUMP para la muestra denominada Reflex-Negro, sin la capa negra.

Capa	Espesor (Å)							
1	150	Si 1.0	C 0.10					
2	1500	Si 1.0	O 0.20	H 0.50	N 0.50			
3	200	Si 1.0	H 0.10					
4	50000	Si 1.0	O 2.0	Na 0.40	Ca 0.10	Sn 0.001	Pb 0.0001	

III.2.5 CARACTERIZACIÓN DEL RECUBRIMIENTO COLOR NEGRO DE LOS ESPEJOS.

Quando se hizo el desprendimiento del recubrimiento negro del espejo, el espesor de éste fue mucho mayor que el de la película reflectora y se pudo determinar con un perfilómetro digital encontrándose un espesor de 55.3 μm .

Las mismas dos TAON fueron usadas para determinar la composición atómica de éste recubrimiento. Las Fig. III-11a y III-11b muestran los espectros de PIXE y RBS. En éste caso el espectro de PIXE fue fundamental para la caracterización de los átomos presentes en la muestra bombardeada y ésta información se usó parcialmente para realizar la simulación del espectro de RBS. En tabla IX se muestran los elementos y la concentraciones atómicas usadas en el programa RUMP para hacer la simulación del espectro de RBS. Sólo una capa homogénea de un espesor de 3600 Å fue necesaria para ésta simulación. La composición atómica de éste material es la de un polímero dado su gran contenido atómico de O, C y N además de tener varios metales. La composición del recubrimiento es similar a la del material que usa como pintura negra comercialmente.

TABLA IX

En esta tabla se muestran los espesores y las concentraciones atómicas de las capas encontradas en la simulación usando el programa RUMP, para la capa negra de muestra Reflex-Negro

Capa	Espesor (Å)						
1	35000	C 8.0	O 4.0	N 8.0	Zn 0.60	Pb 0.008	Fe 0.150
		Ti 0.150	Ba 0.070	Si 1.50	Ca 1.20	Zr 0.250	

PELÍCULA NEGRA DEL VIDRIO TIPO: REFLEX NEGRO

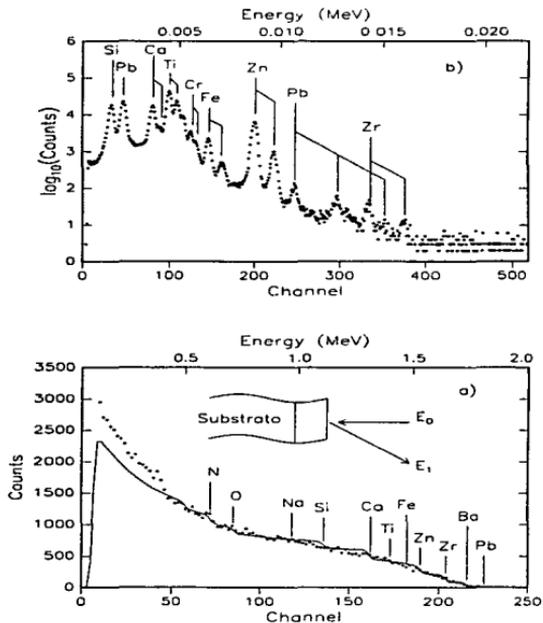


Fig. 11-12 a) Espectro de energia de particulas alfa de 1.85 MeV retrodispersadas por la pelicula negra del vidrio REFLEX NEGRO. La linea solida en el espectro es la simulación teorica obtenida con el RUMP y la linea punteada indica el espectro experimental. b) Espectro experimental para la misma muestra obtenido mediante la técnica de PIXE con un haz de protones de 2 MeV y un detector de Si(Li).

III.2.6 CARACTERIZACIÓN DE LA PELÍCULA DORADA SOBRE EL VIDRIO MIRAGE.

Un vidrio de un aspecto muy agradable fue el que aparentaba un color oro, identificado como vidrio mirage y fue analizado con RBS y PIXE para determinar la composición atómica y la estructura de la película.

Las Fig. III-12a y III-12b muestran los espectros de RBS y PIXE producidos al bombardear el lado de la película. La simulación de RBS muestra que la estructura de ese material es relativamente complejo y se requirieron de muchas capas para obtener la simulación (líneas continuas). En la Tabla X se muestran los espesores y las concentraciones atómicas de los elementos en cada una de las capas.

La composición química predominante en estas películas son compuestos metálicos a base de Sn. Sin embargo, compuestos de Sn (SnO_2) dan películas sumamente blandas y fácilmente en contacto con objetos duros producirían rayones sobre estas películas. La capa uno es una película superficial de sílica (SiO_2), la cual es un recubrimiento duro que protege las capas a base de Sn. También se necesitó de la capa 4, que también tiene una estructura similar a la capa uno. Lo anterior se interpretó como: el proceso de producir estas películas, lo primero que se hizo fue depositar sobre el vidrio una película de sílica, con el objeto de que algunos de los materiales del vidrio (tales como Na, Ca) no interaccionarán químicamente con el Sn.

Tabla X

En esta tabla se muestran los espesores y las concentraciones atómicas de las capas usadas en la simulación de RBS usando el programa RUMP, de la muestra denominada MIRAGE.

Capa	Espesor (Å)							
1	60	Si 1.0	O 2.0					
2	1650	Sn 1.0	C 1.0	N 1.0	H 0.400			
3	600	Si 1.0	O 2.0	C 0.60	N 1.0			
4	1000	Si 0.1	O 2.0	Sn 0.001	Na 0.6			
5	1500	Si 2.3	O 2.3	Sn 0.001	Na 0.6	Ca 0.08		
6	50000	Si 1.0	O 2.3	Sn 0.001	Na 0.6	Ca 0.14		

En el análisis de esta muestra, en el espectro de PIXE se observan los elementos característicos que componen otros vidrios que se han analizado con una producción de Rayos X mayor, debido a la presencia del Sn en la película.

VIDRIO REFLEJANTE TIPO: MIRAGE

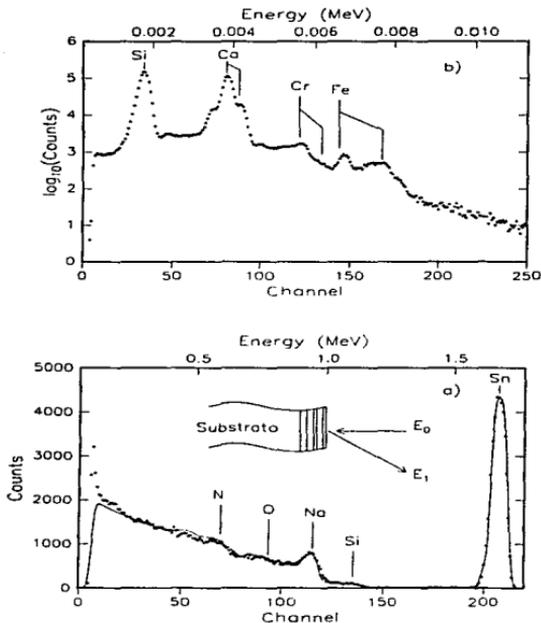


Fig. III-12 a) Espectro de energía de partículas alfa de 1.85 MeV retrodispersadas por el vidrio MIRAGE. La línea sólida en el espectro es la simulación teórica obtenida con el RUMP y la línea punteada indica el espectro experimental. b) Espectro experimental para la misma muestra obtenido mediante la técnica de PIXE con un haz de protones de 2 MeV y un detector de SiLi.

III.3 CONCLUSIONES.

El objetivo principal de este trabajo de tesis fue el de estudiar las Técnicas Analíticas de Origen Nuclear en la caracterización de películas reflectoras depositadas sobre vidrio. El énfasis fue hecho en las técnicas RBS (Rutherford Backscattering) y PIXE (Particle Induced X-Ray Energy Analysis).

De los resultados se puede concluir que una combinación de las espectroscopías RBS y PIXE es muy útil para hacer un análisis más completo de una muestra multielemental y complicada. La espectrometría RBS puede dar en general cuantitativamente valores de la composición y espesor de los diferentes elementos que existen en las muestras, siempre y cuando no exista una superposición de señales de dos elementos diferentes. En el caso de que exista dicha superposición debido a lo grueso de las películas, o bien, que la masa de los elementos sea muy cercana, la espectroscopia PIXE puede dar información adicional para el análisis de la muestra en estas regiones.

El uso de RBS y PIXE permite hacer caracterización estequiométrica confiable de los materiales presentes en la muestra. Algunas de las ventajas que se obtienen al usar la espectroscopia RBS son: i) se pueden obtener números absolutos de la abundancia de los elementos de la muestra, sin la necesidad de usar estándares de calibración, ii) conocer los espesores de las películas iii) se puede percibir la distribución de profundidad (perfil) de especies atómicas abajo de la superficie de la muestra iv) la rapidez de la obtención de los datos, v) determinación de trazas (Mo, Cu, Ru y Pb en los vidrios Bronce y Plata) vi) RBS es no destructiva, es decir, la muestra se puede usar para otro tipo de análisis posteriormente. Además se pudo determinar la composición del sustrato y la difusión de Sn en el vidrio. La espectroscopia PIXE fue de gran ayuda al proporcionar información valiosa para el análisis de las películas reflectoras, sus principales ventajas son: a) es un técnica multielemental, es decir, se pueden detectar a la vez mas de 20 elementos b) se detectan elementos mayores que el Mg c) pequeñas cantidades de material pueden ser analizadas d) es no destructiva y e) en poco tiempo de bombardeo proporcionan gran información.

El poner en funcionamiento el acelerador Van de Graaff de 5.5 MV en el IFUNAM se hizo con el objetivo de establecer técnicas de análisis nuclear para caracterizar materiales en proyectos interdisciplinarios. Otro de los objetivos del uso de esta infraestructura de investigación es la de dar apoyo a la industria nacional que requiriera de la caracterización de sus productos. El trabajo realizado en el análisis de los materiales pertenecientes a VVP es un paso para lograr la vinculación entre laboratorios con una infraestructura como el del acelerador Van de Graaff de 5.5 MeV y la industria privada, ya que, al igual que VVP muchas industrias en México no cuentan con una buena infraestructura de laboratorios, ni tampoco de personal técnico calificado para hacer caracterizaciones de sus materiales.

REFERENCIAS

- Adem, E., Uribe, R.M: and Bourges, H. *Radiat. Phys. Chem.* 18(1981)567.
- Andrade, E., Foregrino, M., Zavala, E.P., Pineda, J.C., *Nucl. Phys. and Meth.* A287(1990)135-138.
- Apátiga, L.M., Andrade, E. and Rickards, E. Belmont and F.Alba *J. Nucl. Instr. and Meth.* B57(1991)799.
- Arya, P.A. *Fundamentals of nuclear Physics*, edit. Allyn and Barcoo, Inc. 1966.
- Asmel, G., Nadel, J.P., David, D., Girald, E. and Maulin, J. *Nucl. Inst. and Meth.* 92(1971)481.
- Azpiazua, J. Moreno, Eliud, Andrade, E. Miranda, J. *Rev. Int. Contam. Ambient.* 12(1996), 9-14.
- Becquerel, H. *Copmpt Red. Paris*, 122(1896) pp. 420.
- Bethe, H.A. *Ann. Physik*, 5(1930)325.
- Bethe, H.A. *Ann. Physik*, 76(1932)239.
- Borh, N., *Phil. Mag.* 30 1915)581.
- Bragg, W.H. and Kleeman, R., *Phil. Mag.* 10(1905)5815.
- Bygrave, W. Treado, P. and Lambert. *J. Accelerator Nuclear Physics. High Voltage Corporation*, Massachusetts, U.S.A.
- Cabrera, LL.R. *Comunicación Personal. Vitro Vidrio Plano*, Ap.Postal 14710 México D.F.
- Cameron, J.R. *Phys. Rev.* 90(1953)839.
- Castañeda M., *Tesis de Licenciatura, U.N.A.M., 1992, México D.F.*
- Chadwick, J. *Proc. Roy. Soc. (London)* A-136 (1932)692.
- Chu, W.K. *Backscattering Spectrometry*, Academic Pres. New York (1978).
- Cockroff, J. and Walton, *Proc. Roy. Soc.* 137 1932)229.
- Crowder, B.L. *Ion Implantation in Semiconductors and Other Materials*, Plen. Pres. New York (1973).
- Curie, P. and Curie, M. *Comp. Rend.* 127(1898)175.
- Döbely, M., Haubert, P.C., Livi, R.P. and Tombrello, T.A. *Nucl. Instr. and Meth.* B56/57(1991)764.
- Donning, K.L., Hubler, G.K., Conors, J. and Hugles, H.L. *Thin Solid Film* 19(1973)145.
- Doolittle, L.R., *Nucl. Inst. and Meth.* B15, 227(1986).
- Doolittle, L.R., *Nucl. Inst. and Meth.* B9, 344(1985).
- Doremas, R.H.. *Glass Science*. Wiley-Intercience Public. edit. Jonh Wiley & Sons (1973).
- Eisberg, R.M. *Fundamentos de Física Moderna* edit. Limusa, 1978.
- Geiger, H. and Marsden E. *Proc. Roy. Soc. (London)* A-8(1909)495.

- Giesel, P.D. *Ann. Phys. Chem.* 69(1898)834.
- Holloway, M.G. and Livingston, M.S., *Phys. Rev.* 54(1938)18.
- Johansson, Sven and Campbell, John C., *PDXE: A Novel Technique for Elemental Analysis*, John Wiley & Sons (1988).
- Kim, H.J., Milner, W., and Gowam, F.K. *Nuclear Data Tables A-3*, 222(1967). Data of Seif, R.F. *Nuc. Phys.* 647(1963).
- Laruse, *Gran Enciclopedia*, vol 24 edit. Planeta 1990.
- Lindhard, J. and Scharf, M., *Phys. Rev.* 124(1961)128.
- Livingston, B. *Particle Accelerators*, 1962. Mc Graw-Hill, New York.
- Mayer, J.W. and Rimini, E. *Ion Beam Handbook for Material Analysis*, Acad. Pres. New York (1977).
- McGraw-Hill *Encyclopedia of Science & Technology*, 7th edition, 1992.
- Mendenhall, M.H. and Weller, R.A. *Nucl. Instr. and Meth.* B40/41(1989)1239.
- Mendenhall, M.H. and Weller, R.A. *Nucl. Instr. and Meth.* B47(1990)193.
- Montenegro, E.C., Cruz, S.A. Vargas-Aburto, *Phys. Lett* 92A(1982)195.
- Morgan, D.V: *Channeling*, Wiley, New York (1974).
- Rickards, J., Comunicación Personal, Instituto de Física, UNAM. Ap. Postal 20-363, México, D.F:
- Rutherford, E. *Phil. Mag* 21(1911)669.
- Rutherford, E. *Phil. Mag.* 47(1899)109.
- Rutherford, E. *Phil. Mag.* 5 (1903)117.
- Salman, H. *Fundamentos Físicos-Químicos de la fabricación del vidrio*. Colec. Ciencia y Tecnología, edit. Aguilera (1890).
- Saxon, D.S., *Elementary Quantum Mechanic* Edit. Holden-Day, 1968.
- Strutt, R.J. *Proc. Roy.Soc. A-72* (1903)208.
- Superconducting Super Collider "To the Heart of Matter", Universities Research Association. Washington D.C: January (1987):
- Tooley, T.V. *Handbook of Glass Manufacture Vol.1*, New York, 1961.
- Van, E.P., Janssens, K and Swenters, I. *Axil X-Ray Software. User Manual*, University of Antwerp, Belgium, (1990).
- Villard P. *Compt. Rend.* 130(1900)1178.
- Woldah, Rolf, *X-ray Energy Spectrometry*. Kevex, Corporation, (1973).
- Zapfen, S. J.A. Tesis de Licenciatura, U.N.A.M., 1994, México D.F.