

00576
2ej. 1



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

Facultad de Química

LIBRO DE REGISTRO
ANÁLISIS DE TESIS

“ DISEÑO Y CONSTRUCCION DE UN SISTEMA PARA EL ANALISIS DE EMISORES ALFA EN MUESTRAS AMBIENTALES ”

T E S I S

Que para optar por el grado de:

MAESTRIA EN CIENCIAS NUCLEARES

P R E S E N T A:

RAYMUNDO GOMEZ MONTEERRUBIO

México, D. F.,

1 9 8 8



Universidad Nacional
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

Biblioteca Central



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

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

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

RESUMEN

Se describe la integración de un sistema para el análisis de emisores alfa en muestras ambientales, incluyendo el diseño y construcción de sus componentes principales, necesarios para la separación de los radionúclidos del grueso de las muestras y la detección de sus emisiones.

Se presenta el método de construcción del detector de silicio de barrera superficial y la descripción de la electrónica necesaria para la espectrometría de partículas alfa, así como el diseño del equipo de electrodepositación y el tratamiento previo de las muestras ambientales a analizar.

El desarrollo del detector se inicia desde el tratamiento de una pastilla de silicio de alta pureza, continúa con el diseño y construcción de sus partes auxiliares y termina con las pruebas de espectrometría realizadas con el mismo y que demuestran su funcionamiento satisfactorio.

El equipo de electrodepositación presentado está constituido esencialmente por una celda de electrodepositación y una fuente regulada de voltaje, sobre las cuales se dan diagramas de construcción y especificaciones.

En los primeros capítulos se resumen las características del proceso de interacción partículas alfa-materia y se hace una revisión de la física de los detectores semiconductores en general, como base teórica al trabajo práctico descrito en los capítulos finales.

ABSTRACT

The integration of an analysis system for alpha-emitters in environmental samples is described, this is developed from the design and construction of its principal items, which are necessary to separate the radionuclides from the total sample and detect their emissions.

The fabrication method for silicon surface barrier detector and the description of the electronic necessary for alpha spectroscopy are presented, besides the electrodepositation equipment design and the previous treatment for the environmental samples are given.

Detector development begins with the treatment of a high purity silicon slice, continuing with mechanical design and construction of the detector auxiliary parts and concludes with spectroscopy tests of the device, performed to show its acceptable operation.

Essential components of the electrodepositation equipment such as the electrodepositation cell and the regulated voltage source are presented. Construction drawings and specifications are provided.

In the early chapters process features of alpha-matter interaction are summarized, besides semiconductor detector physics is reviewed in order to have a theoretical basis for the practical work described in the following chapters.

R E C O N O C I M I E N T O S

El presente trabajo se realizó bajo la dirección y asesoría del Dr. Rafael Martínez Lugo, eminente catedrático e investigador dentro del campo de la Física Nuclear. Queda patente mi reconocimiento y profundo agradecimiento por su invaluable colaboración.

Agradezco asimismo a los Maestros en Ciencias -- Manuel Navarrete, Humberto Arriola, Héctor Jiménez y Luis Cabrera por sus valiosos comentarios y observaciones, así como al Departamento de Ciencias Nucleares de la Facultad de Química, al Instituto de Física de la U.N.A.M. y a la Comisión Nacional de Seguridad Nuclear y Salvaguardias por las facilidades dadas para la realización de la parte experimental de este trabajo.

R.G.M.

DISEÑO Y CONSTRUCCION DE UN SISTEMA PARA EL
ANALISIS DE EMISORES ALFA EN MUESTRAS AMBIENTALES

C O N T E N I D O

INTRODUCCION

- I INTERACCION DE PARTICULAS ALFA CON MATERIA.
- II CARACTERISTICAS GENERALES DE LOS DEFECTORES DE SEMICONDUCCION.
- III EL DETECTOR DE SILICIO DE BARRERA SUPERFICIAL Y SUS CARACTERIS
TICAS FUNCIONALES.
- IV FABRICACION DEL DETECTOR DE BARRERA SUPERFICIAL.
- V DISEÑO DE UN SISTEMA DE ELECTRODEPOSITACION.
- VI ELECTRONICA ASOCIADA Y PRUEBAS EXPERIMENTALES DEL DETECTOR.

CONCLUSIONES.

REFERENCIAS.

INDICE.

INTRODUCCION

Resulta de gran importancia disponer de técnicas que permitan cuantificar emisores alfa en muestras ambientales. Tales técnicas diferirán radicalmente de las empleadas para cuantificar emisores gamma y beta, debido al corto alcance de las partículas alfa y a los efectos severos de absorción que se presentan en las muestras mismas.

El objetivo principal del presente trabajo es desarrollar un sistema para la identificación y cuantificación de emisores alfa en muestras ambientales a partir de un detector de barrera superficial, la electrónica asociada al mismo y la preparación de muestras por medio de una técnica de electrodeposición.

Se aborda el tema desde sus aspectos teóricos, revisando conceptos fundamentales dentro de la física de las partículas cargadas, su interacción con la materia y la definición de parámetros relevantes, tales como alcance, ionización específica y poder de frenamiento. Se trata en particular el caso del silicio, ya que, dadas sus ventajas como material detector, es el utilizado en este trabajo.

En el segundo capítulo se describen las características de los detectores de semiconducción, así como los procesos físicos que ocurren en los mismos.

El caso particular del detector de silicio de barrera superficial es tratado en el tercer capítulo, donde se hace una descripción funcional del dispositivo y se resumen las características prácticas de éste, tales como área, espesor sensible, voltaje de rompimiento y espesor de la capa muerta, entre otras.

La fabricación del detector del tipo mencionado, comienza

do desde el tratamiento químico de la pastilla de silicio, formación del diodo, recubrimiento metálico por evaporación, montaje en un material cerámico y encapsulado final se trata en el cuarto capítulo.

A fin de complementar el sistema de análisis de emisores alfa en muestras ambientales, en el capítulo quinto se presenta una técnica de electrodeposición de dichos emisores, mediante una celda de electrodeposición y una fuente de voltaje, incluyendo un procedimiento químico para la preparación previa de las muestras.

La descripción de la electrónica del preamplificador asociado al detector se presenta de una manera general en el sexto capítulo, incluyendo las principales características del sistema sin llegar a profundizar dada la amplitud y especialización del tema, el cual queda abierto al estudio. En este mismo capítulo se resumen las pruebas de operación realizadas con el detector una vez terminado, así como los resultados obtenidos, a partir de los cuales es posible evaluarlo.

CAPITULO I

INTERACCION DE PARTICULAS ALFA CON MATERIA

1.1 Introducción.

En este capítulo se revisan los procesos de interacción de las partículas alfa con la materia en general y con silicio en particular, definiendo los conceptos de los parámetros fundamentales para el estudio de tales procesos, así como las ecuaciones correspondientes.

1.2 Interacción de partículas alfa con materia.

Las partículas alfa, formadas por dos neutrones y dos protones, son núcleos de helio. Mantienen una carga eléctrica positiva de 2 (carga eléctrica elemental) y su masa es de 4 unidades de masa atómica. Pueden ser emitidas por radiactividad natural de elementos pesados. Si se les compara con los otros tipos de radiación, resultan ser las partículas más pesadas, por lo que producen mayor ionización y recorren una trayectoria más corta al interactuar con la materia.

Al incidir una partícula alfa en un material absorbedor, irá perdiendo su energía cinética en cantidades discretas a medida que interactúa electromagnéticamente con los electrones de los átomos del material absorbedor.

En la colisión de una partícula alfa con un electrón, este puede ser expulsado completamente del átomo si es que gana la energía suficiente, de no ser así puede permanecer atado al átomo pero en un estado excitado. Ambos casos están comprendidos en el término "Ionización"

En el caso de la expulsión de un electrón del átomo, se da lugar a la formación de un par iónico, ya que el electrón expulsado representa un ión negativo, mientras que el átomo que pierde al electrón permanece como un ión positivo.

1.3 Alcance.

Se define como alcance de una partícula a la distancia que ésta recorre desde su origen hasta el punto en que su energía cinética se vuelve nula, el alcance de una partícula está en función de su energía inicial y del material absorbente.

El valor del alcance tendrá ligeras variaciones dependiendo del método utilizado para su determinación. Se definen entonces tres tipos de alcance: alcance medio, alcance extrapolado (ambos obtenidos de la curva No. de cuentas Vs. distancia) y alcance determinado a partir de la ionización que producen las partículas al interactuar con la materia.

La figura 1.1 muestra las curvas de ionización relativa en aire contra distancia para partículas alfa de Po^{210} (1) de acuerdo con los resultados obtenidos experimentalmente por los autores Holloway & Livingston.

La curva A corresponde a la relación distancia-número, es decir, la cantidad de partículas alfa que alcanzan el detector contra la distancia entre el detector y la fuente. Puede observarse que después de 3.7 cms. la razón del conteo cae rápidamente hasta unos 3.65 cms. y después llega suavemente a cero.

La distancia que hay desde el origen hasta el punto donde cae la tangente a la curva A en su punto de inflexión, se define como alcance extrapolado.

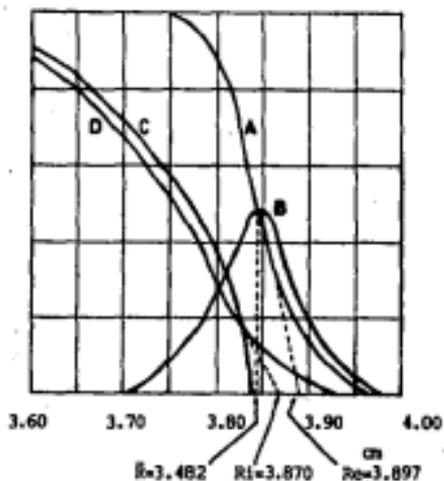


FIG. 1.1 CURVAS DE IONIZACION RELATIVA CONTRA
 DISTANCIA PARA PARTICULAS ALFA
 DE Po ²¹⁰

- A. Curva de número de cuentas vs. distancia
- B. Curva de alcance diferencial
- C. Curva de ionización diferencial de una partícula
- D. Curva de ionización promedio. (curva de Bragg)

Para el caso de la figura 1.1 (Partículas Alfa de Po^{210})
 $R_e = 3.897$ cm.

Derivando la curva A respecto a la distancia se obtiene la curva de alcance diferencial, curva B en la figura. Esta curva tiene su máximo en el punto de inflexión de A, la distancia desde el origen hasta este punto se define como Alcance Medio, \bar{R} .

Para este caso $\bar{R} = 3.842$ cm. La mitad del total de partículas alfa tendrá un alcance mayor que \bar{R} y la otra mitad un alcance menor que \bar{R} .

1.4 Variación en el alcance. S (Straggling)

Debido a que las partículas alfa al interactuar con la materia pierden su energía en cantidades discretas, esta pérdida de energía tendrá fluctuaciones estadísticas alrededor de un valor promedio o más probable del alcance. Se conoce a esta función como Variación en el Alcance.

La distribución de la curva B (Fig. 1.1) puede aproximarse por medio de la siguiente función Gaussiana:

$$f(x) dx = \left(\frac{1}{\sqrt{\pi}\alpha} \right) e^{-\frac{(\bar{R}-x)^2}{\alpha^2}} dx \quad \dots(1.1)$$

Donde: $f(x)dx$ es la fracción del número total de partículas que tiene un alcance entre x y $x+dx$.

\bar{R} es el alcance medio.

α es el parámetro alcance-variación en el alcance

(definido como la mitad del ancho de la curva de distribución a $1/e$ del máximo)

$f = \alpha/\bar{R}$ es el coeficiente adimensional de alcance - va
riación en el alcance.

El parámetro S está definido como la diferencia entre el alcance medio y el alcance extrapolado, y de acuerdo con la ecuación 1.1:

$$S = \bar{R} - R_e = \frac{1}{2} \sqrt{\pi \alpha} \quad \dots (1.2)$$

1.5 Alcance determinado a partir de la Ionización.

Se define como Ionización Específica a la cantidad de ionización producida en el medio por unidad de longitud de la trayectoria de la partícula.

La Ionización Específica puede determinarse empleando un detector de partículas al cual se ha asociado un amplificador cuya altura de pulso de salida sea proporcional al número de pares iónicos formados en el detector.

La energía inicial de una partícula alfa puede entonces calcularse usando la medida de su alcance y su ionización a lo largo de su trayectoria.

Se conoce como Curva de Bragg a la gráfica de Ionización Específica contra distancia al final del alcance. En la figura 1.2 se presentan las curvas de Bragg para partículas alfa de Po^{210} y Po^{214} , puede observarse aquí que la Ionización Específica permanece constante hasta una cierta distancia, después de la cual se eleva rápidamente para caer finalmente de manera pronunciada.

Esto es debido a que al final de su trayectoria, la partícula es más lenta y permanece mayor tiempo junto a los átomos,

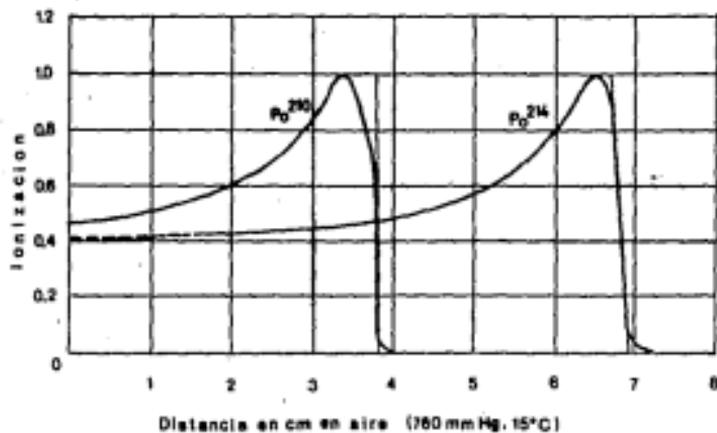


FIG 12 CURVAS BRAGG PARA PARTICULAS ALFA
DE Po^{210} Y Po^{214}

incrementando la ionización.

El Alcance Extrapolido a partir de la Ionización, R_i , (Fig. 1.1) se define como la distancia desde el origen hasta el punto donde la tangente a la curva de ionización, en el punto de inflexión, interseca el eje horizontal. La curva D de la figura 1.1 es también una curva de Bragg, y para este caso se puede observar que R_i tiene un valor de 3.87 cm.

1.6 Poder de Frenamiento.

Se define como poder de frenamiento a la cantidad de energía perdida por unidad de longitud por una partícula incidente en un material determinado. Es un parámetro de suma importancia en el proceso de absorción de partículas cargadas y, por lo tanto, en el diseño de detectores nucleares. El poder de frenamiento se puede expresar de la siguiente forma:

$$S(E) = -dE/dx = wI \quad \dots(1.3)$$

Donde: $S(E)$ es una función de la energía cinética, E , de la partícula y es diferente para cada material.

I es la ionización-específica promedio en términos del número de pares iónicos formados por unidad de longitud.

w es la energía requerida para producir un par iónico.

Mediante el valor del poder de frenamiento es posible calcular el alcance medio.

$$\bar{R} = \int_0^{\bar{R}} dx = \int_0^E \left(-\frac{dE}{dx} \right)^{-1} dE = \int_0^E \frac{dE}{S(E)} \quad \dots(1.4)$$

Si se conoce el alcance medio \bar{R} de una partícula alfa en un medio de poder de frenamiento $S(E)$ puede calcularse su energía.

$$E = \int_0^{\bar{R}} wI \, dR = \int_0^{\bar{R}} \left(- \frac{dE}{dx} \right) dx \quad \dots(1.5)$$

Asimismo es posible calcular el poder de frenamiento para un material determinado si se conoce el alcance como función de la energía en el material.

$$dR/dE = 1 / S(E) \quad \dots(1.6)$$

El poder de frenamiento no es necesariamente determinado en forma experimental, ya que puede ser calculado teóricamente a partir de la mecánica clásica o la mecánica cuántica.

La siguiente ecuación da la pérdida de energía para una partícula no - relativista por unidad de longitud de su trayectoria ⁽²⁾:

$$S(E) = - \frac{dE}{dx} = \left(\frac{4 \pi Z^2 e^4}{mv^2} \right) N_Z \ln \left(\frac{2mv^2}{\bar{I}} \right) \quad \dots(1.7)$$

Donde: v: Velocidad de la partícula

Z_e: Carga de la partícula

m: Masa del electrón

n: Número de átomos por unidad de volumen

Z: Número atómico

\bar{I} : Energía de ionización promedio del absorbedor.

Puede observarse en esta ecuación que el poder de frenamiento está en función de la velocidad de la partícula y de las características del medio.

En tanto que el Poder de Frenamiento Relativo es independiente de la velocidad y está definido como la relación entre el poder de frenamiento de un determinado absorbedor y el de un absorbedor estándar:

Poder de Frenamiento Relativo

$$(RSP) = \frac{S(E)}{S_0(E)} = \left(\frac{Z}{Z_0} \right) \frac{\ln(2mv^2) - \ln \bar{I}}{\ln(2mv_0^2) - \ln \bar{I}_0} \quad \dots(1.5)$$

ó también

$$RSP = \frac{S(E)}{S_0(E)} = \frac{\text{Alcance de partículas } \alpha \text{ en aire}}{\text{Alcance de partículas } \alpha \text{ en el absorbedor}} \quad \dots(1.6)$$

Un parámetro de primera importancia en trabajos experimentales para la detección de partículas alfa es el Espesor Equivalente, el cual no es otra cosa que el espesor que debe tener un material para absorber dichas partículas.

Comúnmente se expresa en unidades de mg/cm^2 .

$$\text{Espesor Equivalente en } mg/cm^2 = \text{Alcance} \times \text{densidad} \times 1000 \quad \dots(1.10)$$

En el caso del desarrollo de un detector de partículas alfa, es fundamental tener la certeza de que el espesor del detector es tal, que todas las partículas quedarán en él, depositando toda su energía y no pasarán de largo.

Si se conoce el poder de frenamiento relativo de un material, y de ahí el alcance de las partículas en aire (ecuación 1.9) puede calcularse el espesor equivalente (ecuación 1.10).

1.7 Relación Alcance - Energía.

Como ya se ha apuntado, la energía y el alcance de una partícula están relacionados de acuerdo con las ecuaciones (1.4 y 1.5).

$$\bar{R} = \int_0^{\bar{R}} dx = \int_0^E (-dE/dx)^{-1} dE$$

y

$$E = \int_0^{\bar{R}} wI dR = \int_0^{\bar{R}} (-dE/dx) dR$$

Resulta sencillo medir el alcance de una partícula alfa y calcular entonces su energía a partir de las curvas de alcance vs. energía.

Estas curvas pueden ser construidas ya sea a partir de datos experimentales o mediante cálculos teóricos. Para partículas alfa con alcances entre 3 y 7 cms. en aire, la energía puede ser calculada aproximadamente por la siguiente relación empírica:

$$\bar{R} = 0.318 E^{3/2}, \quad E = \bar{R}^{2/3} / 0.4659 \quad \dots (1.11)$$

Donde:

E : Energía en Mev.

\bar{R} : alcance medio en cm en aire a 15° C y 760 mmHg.

1.6 Curva de Alcance Vs. Energía para partículas alfa en Silicio.

Debido a sus características de colección de carga y resistividad, así como su disponibilidad en alta pureza y buen arreglo cristalino, resultado de largos tratamientos, el Germanio y el Silicio resultan ser los materiales sólidos idóneos en la detección de radiación gamma y partículas cargadas respectivamente.

El Silicio es el material más satisfactoriamente disponible en la actualidad, por lo que será el empleado en el presente trabajo.

La figura 1.3 muestra la curva de alcance contra energía para partículas alfa en Silicio ⁽⁴⁾.

De acuerdo con esta gráfica, es posible observar que las partículas alfa de 5 Mev de energía, es decir, la energía de las partículas alfa emitidas por radionúclidos naturales, objeto de este trabajo, tendrán un alcance en Silicio de 25 micras. A partir de este valor, podemos concluir que un espesor de 1 mm es conveniente para nuestro detector, ya que cubre holgadamente el valor del alcance de las partículas y no presenta los problemas de fragilidad que resultarían de una magnitud menor.

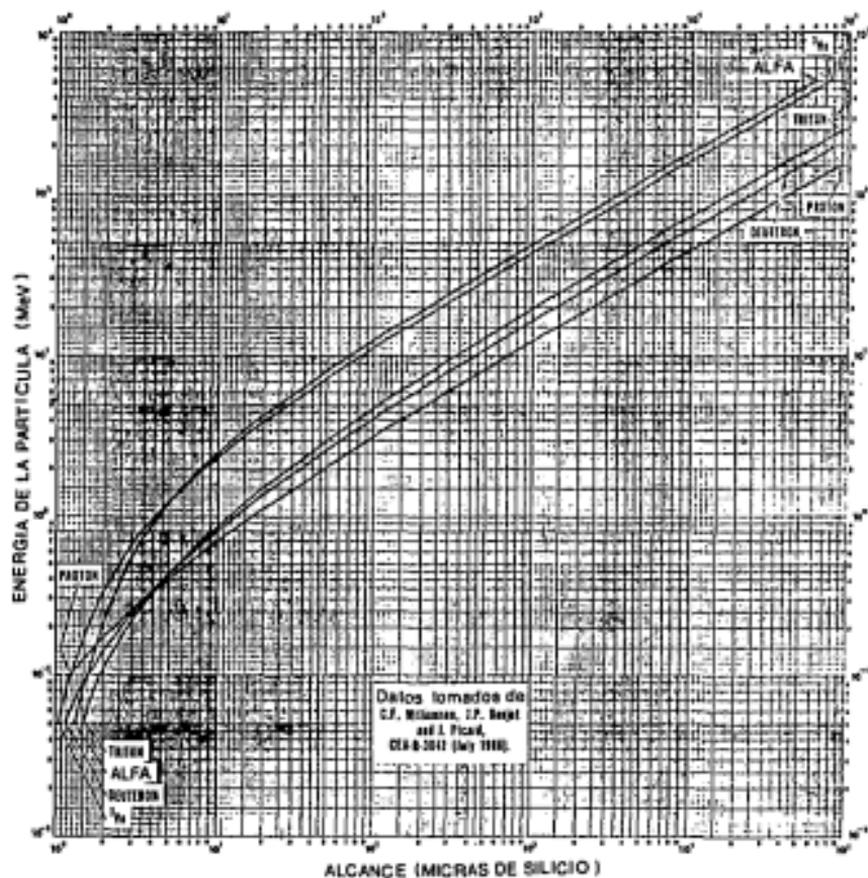


FIG 1.3 CURVAS DE ALCANCE VS ENERGIA PARA PARTICULAS CARGADAS EN SILICIO

CAPITULO I I

CARACTERISTICAS GENERALES DE LOS DETECTORES DE SEMICONDUCCION

2.1 Introducción.

Los materiales sólidos semiconductores presentan varias ventajas sobre otros materiales en la detección de partículas.

Dentro de estos materiales, y en el caso particular de las partículas alfa, el Silicio resulta en la actualidad ser el material más adecuado para tal fin.

En este capítulo se mencionan las características físicas que hacen apropiado el uso de semiconductores en detectores.

Se presenta de manera breve un enfoque teórico sobre la interacción de partículas cargadas en semiconductores, abordando para esto los fundamentos de la teoría de bandas y de transporte de carga.

Asimismo, se resumen las características generales del proceso electrónico que se lleva a cabo en estos dispositivos durante la colección de la carga generada por la radiación y de las características de la señal que se utilizarán en la espectroscopía alfa.

2.2 Propiedades físicas de los Detectores Semiconductores.

En un detector semiconductor las cargas liberadas duran-

ta la absorción de radiación conforman las señales mediante las cuales esta radiación se detecta.

Durante el proceso de absorción de una partícula la producción de pares iónicos termina cuando la energía de ésta es insuficiente para producir ionización por impactos.

El número total de pares iónicos producidos estará por lo tanto en función directa de la energía depositada por la partícula incidente, lo que da a estos materiales una relación lineal entre el tamaño de la señal y la energía depositada por la radiación.

Es importante en este tipo de conductores que la carga total producida por la partícula primaria sea colectada en los electrodos y contribuya completamente a la señal.

Debido a su mayor densidad y poder de frenamiento estos materiales pueden alcanzar la absorción completa incluso de partículas de largo alcance, pudiéndose fabricar con ellos detectores muy delgados.

La exactitud alcanzable con detectores semiconductores es mayor que la de otros tipos de detectores, debido a que la energía promedio necesaria para producir un par iónico (ϵ) es muy baja comparada con la necesaria en otros materiales. Para el Silicio, $\epsilon = 3.6$ eV, mientras que en gases $\epsilon \approx 30$ eV, la señal es entonces ocho veces mayor en el caso del Silicio.

Pueden mencionarse también ventajas en cuanto a rapidez de operación y resistencia en estos detectores.

Por otra parte, el funcionamiento óptimo de los detectores semiconductores estará en función de las propiedades de la

red cristalina a través de la cual tienen que moverse los pares iónicos producidos. Primeramente, para aminorar la corriente creada a través del dispositivo, al aplicarle un campo eléctrico (ya que puede interferir en su funcionamiento) es deseable tener relativamente pocos portadores de carga libres. En segundo lugar, las cargas libres se pueden acumular o perder en sitios localizados o colectores a lo largo del semiconductor, reduciéndose el tamaño de la señal registrada. Por lo tanto, el número de colectores es mayor en materiales con conductividad baja.

Es importante también en el buen funcionamiento del detector el que cuente con una uniformidad cristalina alta.

2.3 Teoría de Bandas y Teoría de Transporte de Carga.

Es necesario conocer los aspectos fundamentales de la teoría de bandas y la teoría de transporte de carga aplicadas a materiales semiconductores, para tener un entendimiento adecuado del funcionamiento de estos materiales como detectores de partículas.

Los niveles de energía permitidos de los electrones en los átomos individuales que forman un cristal, dan origen a las bandas de energía en un semiconductor. La estrechez de las líneas espectrales de absorción y emisión de los átomos aislados, demuestran que las energías permitidas de sus electrones están definidas con precisión.

Cuando una serie de átomos se acumula para formar un cristal, el principio de exclusión de Pauli establece que dos electrones en la misma celda del espacio de fase, no pueden tener exactamente los mismos números cuánticos.

Por lo tanto, los niveles de energía atómica cambian, a una extensión determinada por la cercanía de los átomos y por la periodicidad del campo eléctrico, debido a los núcleos atómicos, y así los niveles de energía definidos de los átomos separados son ampliados en niveles de bandas no localizadas, como una propiedad de todo el cristal. En el caso más simple cada banda contiene un nivel para cada átomo en el cristal. Las bandas adyacentes pueden o no traslaparse en energía.

En el cero absoluto de temperatura, los materiales semiconductores y no conductores tienen la propiedad de que cuando los electrones disponibles llenan los niveles más bajos de energía, una o más bandas de energía están completamente llenas, y entre una y otra banda se encuentra un hueco de energía E_g en el cual no hay niveles permitidos.

En la figura 2.1 se muestra el diagrama de bandas de energía tradicional, donde puede observarse la banda mayormente llena, o banda de valencia, separada de la banda mayormente vacía o banda de conducción por un intervalo de energía E_g en el cual no hay niveles permitidos.

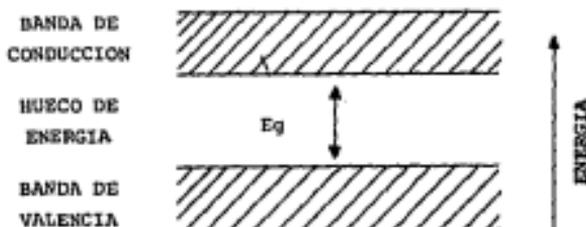


FIG. 2.1 DIAGRAMA DE BANDAS DE ENERGIA
PARA UN SEMICONDUCTOR

Un modo alternativo de representación de las bandas de valencia y de conducción se basa en la relación estrecha entre las energías permitidas con los valores permitidos de momentum (k).

En una banda completamente llena ningún electrón puede cambiar su momentum sin que haya un cambio igual y opuesto en el momentum de otro electrón, esto significa que en una banda completa el momentum total de los electrones es siempre cero. Esto sucede con la banda de valencia en el cero absoluto de temperatura, mientras que en la banda de conducción no hay electrones en ese punto, por lo que no puede haber conducción. A cualquier temperatura mayor habrá alguna excitación térmica de electrones desde la banda de valencia hasta la banda de conducción. En el equilibrio, las bandas de energía se encuentran balanceadas por electrones que caen de regreso dentro de los estados vacantes en la banda de valencia.

Cuando un campo eléctrico es aplicado a las bandas de conducción y de valencia, las cuales normalmente se encuentran parcialmente llenas, éste puede proporcionar energía y momentum a los electrones en cada banda. La banda de conducción, por lo general estará relativamente poco poblada por electrones moviéndose independientemente uno de otro, y por lo tanto la banda de valencia estará casi llena con sus electrones moviéndose de una manera más complicada, en función de los niveles de energía vacantes, dentro de los cuales los electrones pueden ser acelerados por el campo.

En esta situación, el electrón tiene más bien una masa efectiva de mecánica cuántica m^* en función de la energía (E) y momentum (k) cuantizados, de acuerdo con la relación ⁽⁵⁾.

$$\frac{1}{m^*} = \frac{\partial^2 E}{\partial k^2} \quad \dots(2.1)$$

Es convencional considerar los estados vacantes como si tuvieran masa y carga positiva, y su movimiento como entidades independientes y hoyos, para calcular la banda de valencia corriente.

La densidad de corriente total generada por un campo eléctrico E está dada por:

$$J = E e (n \mu_n + p \mu_p) \quad \dots(2.2)$$

Donde: μ_n : Movilidad de los electrones en la banda de conducción.

μ_p : Movilidad de los hoyos en la banda de conducción.

n y p : Número de electrones y de hoyos en las bandas respectivas.

e : Carga electrónica.

En un semiconductor puro n y p serán iguales

Se entiende como movilidad al promedio de velocidad en la dirección de una unidad de campo eléctrico ($\mu = v/E$), cuando en energía obtenida del campo eléctrico es perdida por mecanismos de dispersión a la red.

Los semiconductores con gráfica energía vs. momentum ($E-k$) de curva pronunciada tendrán bajas masas efectivas y por lo tanto mayores movilidades para un conjunto de condiciones de dispersión determinado. Para campos altos, la movilidad no es constante pero está en función del campo, ya que hay un límite para la energía que un evento de dispersión pueda absorber de un acarreador de carga en movimiento.

2.4 Producción Electrón-Hoyo en Semiconductores.

Al pasar a través de un medio semiconductor, una partícula cargada produce pares electrón-hoyo, y con ello la capacidad de transferencia de carga dentro del mismo medio. El electrón del par existe dentro de la banda de conducción, por lo que está libre para moverse bajo la influencia de un campo eléctrico. En tanto que el hoyo puede transportar su carga eléctrica de vecino en vecino, desde un punto de la red, bajo la influencia de un campo eléctrico, como una propiedad del medio.

El número total de pares iónicos producidos en el material será E/ϵ , donde E es la energía total disipada y ϵ la energía promedio requerida para la producción de un par electrón-hoyo, $\epsilon = 3.6$ eV para el caso del Silicio como se mencionó anteriormente.

La estructura perfecta de la red de un semiconductor, en la cual el número de electrones y de hoyos es el mismo, puede ser rota al introducirle niveles localizados de energía que alteren esta igualdad. Estos centros localizados pueden ionizarse al donar o recibir electrones de las bandas de conducción y valencia respectivamente mediante una energía menor que E_g . El número de cargas libres a cualquier temperatura depende entonces del número de impurezas y su energía de activación. Los centros localizados no solo pueden incrementar el número de portadores de carga, sino también reducirlo al actuar como trampas temporales o sitios de aniquilación entre electrones y hoyos.

2.5 Colección de carga.

La partícula incidente en el material detector es lleva-

da al reposo casi instantáneamente, por lo general en un tiempo de entre 10^{-12} y 10^{-11} segundos, perdiendo casi toda su energía en la producción de electrones de baja energía por ionización de impacto; los electrones secundarios a su vez pierden rápidamente su energía por ionización de impactos subsiguientes, hasta que su energía cinética remanente es insuficiente para excitar un par electrón-hoyo.

La trayectoria de una partícula cargada es recta y produce un cilindro estrecho de ionización en el que los acarreadores de carga perderán rápidamente su exceso de energía cinética transfiriéndola a oscilaciones de la red. La siguiente ecuación da una estimación aproximada del tiempo requerido para este efecto en Silicio.

$$\frac{\tau_{EG}}{h \nu_0} = 10^{-12} \text{ Seg.} \quad \dots (2.3)$$

Donde:

τ : Tiempo de relajamiento para la dispersión de la red.

$h\nu_0$: Energía de un fonón óptico (oscilación de la red)

La señal mediante la cual es detectada la partícula y medida su energía se debe a la separación de los pares electrón-hoyo a lo largo de la trayectoria de la partícula y su colección en los electrodos del detector. Inicialmente el campo aplicado comenzará a separar las cargas positivas y negativas pero cuando la columna de ionización se ha polarizado se desarrolla un campo opuesto, el cual puede contrarrestar completamente el campo aplicado en el centro de la columna. La separación continúa entonces por difusión ambipolar normal cerca del centro de la columna y por el campo aplicado que opera so-

bre esas cargas cerca del límite.

Eventualmente la difusión ampliará el diámetro de la columna ionizada de tal forma que el campo aplicado pueda penetrarlo nuevamente, en este punto de separación, la difusión se considera completa y la colección de carga puede comenzar, con la atracción de cada acarreador hacia el electrodo correspondiente debido al campo aplicado. El tiempo requerido para la separación completa es llamado tiempo de plasma y se le puede calcular de forma aproximativa mediante:

$$f^2 / x^2 E^2 D \quad \dots (2.4)$$

Donde: f : Densidad lineal de carga.

x : Constante dieléctrica del medio.

D : Constante de difusión ambipolar.

y

$$D = \frac{D_n D_p}{D_n + D_p}$$

Donde:

D_p y D_n son las constantes de difusión de hoyo y electrón respectivamente.

Si el tiempo de vida del acarreador de carga es igual o menor que 10^{-6} Seg. parece que la cantidad de recombinación durante el proceso de separación será extremadamente pequeña y, para la mayoría de los propósitos, despreciable.

La eficiencia de colección de carga puede ser reducida por atrapanamiento y recombinación de cargas en los casos en que

las densidades de carga localizadas son mucho mayores que las densidades de acarreadores en equilibrio (6).

La eficiencia de colección de carga será menor para radiación altamente ionizante como partículas alfa y fragmentos de fisión, lo que puede ocasionar un deterioro en la resolución en energía debido a fluctuaciones en el número de centros de recombinación en la región de plasma, esto es más probable en uniones difundidas y en dispositivos que han tenido que ser calentados y que pueden tener impurezas indeseadas, a diferencia de los detectores de barrera superficial hechos con material de buena calidad.

La señal se acumula en un circuito externo cuando los electrones y hoyos son barridos hacia los electrodos. Para poder entender la forma en que esto se realiza, es necesario considerar las corrientes de desplazamiento debidas al movimiento de las cargas individuales. De la misma manera que para la derivación del ruido de corriente sobre impuesto a la señal por aquellos acarreadores presentes antes de la ionización. Cada electrón que se mueva con una velocidad \bar{v} en el detector contribuirá con una corriente $e\bar{v}/d$, donde d es la distancia entre electrodos, e inducirá una corriente idéntica en el circuito externo. Esta corriente finaliza súbitamente cuando el electrón es atrapado o cuando alcanza un electrodo.

La señal está formada por pulsos de corriente de electrones y hoyos. Cualquier electrón constituye una carga que fluye en el circuito externo $\int \frac{e\bar{v}}{d} dt$ integrado sobre la trayectoria total del acarreador. Si el acarreador atraviesa completamente el detector aún en varios pasos, los límites de integración son cero y d/\bar{v} respectivamente, y entonces la integral se reduce a e . Pero si la longitud de desviación del acarreador λ es menor que la dimensión del espécimen, la carga que fluye en el circuito externo se reducirá proporcionalmente

a $e\lambda/d$. En la figura 2.2 se muestra un circuito equivalente para el detector. El tiempo de tránsito para los acarreadores será: $\tau_c = d/\mu E$ (2.5)

Donde:

μ Es la movilidad apropiada para el acarreador considerado, y es mucho menor que el tiempo de integración CR del circuito.

Cada par electrón-hoyo colectado completamente depositará cargas $\pm e$ en las dos placas del capacitor C. en el caso de colección incompleta de carga, ésta se reducirá mediante la relación de trabajo hecho por el campo aplicado, a saber λ/d .

El hoyo que genera N pares iónicos en total a una distancia x del electrodo negativo proporcionará una carga total Ne que fluirá a través del circuito externo, si no hay atrapamiento o recombinación, los hoyos contribuirán con una carga

$$q_h = \frac{Nex}{d} \quad \dots (2.6a)$$

en un tiempo $\tau_c = \frac{x}{\mu p E} \quad \dots (2.6b)$

y los electrones $q_e = Ne \frac{d-x}{d} \quad \dots (2.7a)$

en un tiempo $\tau_c = \frac{d-x}{\mu n E} \quad \dots (2.7b)$

La eficiencia en la colección de carga y la forma del pulso observado en el circuito externo dependen principalmente de factores tales como la resistividad ρ y el tiempo de relajación

to dieléctrico τ , del material, así como de las constantes de tiempo del circuito, complicándose aún más su definición por no existir un equilibrio dinámico. Sin embargo no es necesaria la solución matemática del caso general para comprender los principios físicos involucrados.

Para cualquier tipo de acarreador se pueden tener cuatro tipos de comportamiento:

- (a) Colección completa. Todos los acarreadores de carga de un signo son rápida y completamente colectados sin recombinación o atrapamiento.
- (b) Atrapamiento de término corto. Los acarreadores tardan algo más en ser atrapados pero son finalmente colectados en un tiempo menor al tiempo de relajamiento dieléctrico.
- (c) Recombinación Parcial. Algunos pares de acarreadores se recombinan sin completar su viaje hasta los electrodos.
- (d) Atrapamiento de término largo. Cuando el tiempo de atrapamiento de algunos acarreadores excede al tiempo de relajamiento dieléctrico.

2.6 Pulso de Señal.

Mediante cuatro combinaciones de las categorías mencionadas anteriormente para un par de acarreadores, se puede describir la mayoría de los casos de interés físico. En todos

los casos, uno de los acarreadores se encuentra en la primera categoría, es decir, es colectado inmediata y totalmente, mientras que el otro acarreador se encuentra sucesivamente en las cuatro categorías citadas.

La categoría a la que un acarreador pertenece puede depender del campo eléctrico, y en cierta medida, de las dimensiones del detector, de modo que los detectores hechos de un determinado material pueden ser capaces de funcionar en más de uno de los modos descritos.

Considerando el arreglo mostrado en la figura 2.2 donde R_l y C_d son la resistencia y la capacitancia del detector respectivamente, R_s el resistor de carga y C_s la capacidad parásita. La constante de tiempo del circuito está dada por

$$\tau = CR$$

Donde:

$$\frac{1}{R} = \frac{1}{R_d} + \frac{1}{R_l} \quad \text{y} \quad C = C_d + C_s \quad \dots (2.8)$$

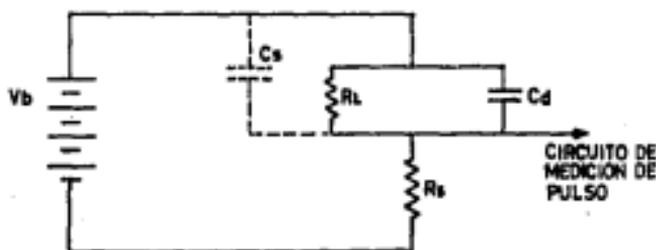


FIGURA 2.2 CIRCUITO EQUIVALENTE DE UN DETECTOR.

Se ha considerado que para la categoría (a) τ es mayor que τ_c , el tiempo de colección de carga para acarreadores y para las categorías (b) y (d) τ es menor que el tiempo de atrapamiento del acarreador.

1er. Caso. Ambos acarreadores en la categoría (a)

Este caso es el más favorable en cuanto a la operación del detector.

El tiempo de formación del pulso observado será corto, no excediendo nunca el tiempo de colección de carga τ_c para el acarreador de movilidad más baja y decayendo con la constante de tiempo del circuito.

Las ecuaciones 2.6 y 2.7 definen completamente el pulso de corriente, dando la amplitud y el tiempo de elevación de las dos componentes de la señal debidas a hoyos y electrones.

Estas son funciones de la posición de ionización x , sin embargo, la característica principal de este caso es el que la carga total integrada en el condensador C y por lo tanto, la altura del pulso observado son independientes de dicha posición.

En la figura 2.3 se muestra la señal característica para este caso, siendo la misma para los dos componentes.

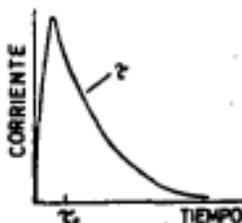


FIG. 2.3 PULSO DE CORRIENTE CON COLECCION COMPLETA DE CARGA.

2º caso. Un Acarreador en la categoría (a) y el otro en la categoría (b).

Debido al Acarreador en la categoría (a), uno de los componentes de la señal se encontrará en el 1er. caso, con formación rápida y tiempo de decaimiento τ , y con su altura de pulso en función de x .

El segundo acarreador es retardado por atrapamiento. Este puede incluso ser atrapado y liberado varias veces antes de alcanzar el electrodo. La movilidad aparente M es reducida y el tiempo de colección de carga τ_c se ve incrementado pero permanece como función de x .

La forma de la señal dependerá de x y podrá variar ampliamente, el valor de x puede ir de 0 a d , y a cualquier valor intermedio, electrones y hoyos contribuirán con cantidades de carga proporcionales a $(d-x)$ y x respectivamente.

En la práctica obviamente sería deseable alargar la constante de tiempo del circuito a un valor mayor que τ_c , de tal forma que todas las partículas de una determinada energía penetren una señal del mismo tamaño en el circuito externo, pero esto sólo se puede lograr a expensas del incremento del ruido que entra al sistema de medición. Un detector con atrapamiento, por lo tanto, no puede ser tan bueno como el equivalente sin trampas.

1er. caso. Un Acarreador en la categoría (a), el otro en la categoría (c).

El Acarreador en la categoría (a) nuevamente es colectado prontamente y contribuye a la señal con una cantidad de carga proporcional a la fracción del detector atravesado. Para el segundo acarreador el atrapamiento no es en el sentido del 2do

caso, si no que más bien, los acarreadores se pierden completamente. Eventualmente deben recombinarse con otros acarreadores de signo opuesto, pero esto no sucede necesariamente de inmediato.

4to. caso. Un acarreador en la categoría (a) y el otro en la categoría (d).

En los casos anteriores no ha sido necesario considerar la neutralidad eléctrica, ya que el único proceso de retorno a la situación normal de equilibrio ha tenido lugar en un tiempo mucho menor que el tiempo de relajamiento dieléctrico. Sin embargo, un acarreador en la categoría (d) permanece atrapado sin recombinación durante un tiempo mayor que el de relajamiento dieléctrico, por lo que el detector habrá alcanzado la neutralidad eléctrica en este lapso. Esto sucede por una interacción entre la carga atrapada y los acarreadores normalmente presentes en el detector, afectando por lo tanto la señal.

Los cuatro casos mencionados aquí, únicamente en forma cualitativa, son también la base de situaciones más complejas. Un análisis más detallado para estos cuatro casos se encuentra en las referencias citadas (5).

CAPITULO III

EL DETECTOR DE SILICIO DE BARRERA SUPERFICIAL Y SUS CARACTERISTICAS FUNCIONALES.

3.1 Introducción.

Dentro de los detectores semiconductores más frecuentemente utilizados se encuentran tres tipos, Detectores de Unión D_i fundida (n-p), Detectores "Arrastrados" y Detectores de Barrera Superficial. El dispositivo construido en el presente trabajo es de este último tipo.

Se presenta a continuación una descripción de este tipo de detectores, así como un resumen de sus características principales y el efecto de éstas en su funcionamiento.

3.2 Detector de Silicio de Barrera Superficial.

Un detector de Barrera Superficial de Silicio no es sino un diodo de área grande, constituido por una capa muy delgada tipo p sobre la superficie sensible de una pastilla de Silicio tipo n de alta pureza. Los contactos eléctricos de este diodo son, el primero, para la superficie tipo p, una película delgada de oro de aproximadamente 100 Mg/cm^2 de espesor y el segundo, para el Silicio tipo n de la superficie posterior, una película similar a la primera pero de aluminio.

La figura 3.1 esquematiza un detector de barrera superficial típico, aquí d es el diámetro efectivo y corresponde al área activa del dispositivo, L es el espesor total de la pastilla de Silicio y W la profundidad de la región sensible (de depleción), esta región ha quedado libre de cargas positivas

o negativas, originalmente distribuidas dentro de ella, como resultado del voltaje V_b aplicado y que provoca la acumulación de las cargas libres junto a los electrodos correspondientes.

La diferencia entre L y W es el espesor de la región no depletada.

La radiación ionizante crea acarreadores de carga libres en la región W , los cuales se separan bajo la influencia del campo eléctrico, dando lugar a una corriente neta, la cual representa la fuente básica de información sobre el número de pares creados por la radiación incidente.

El ancho de la región W está en función de la raíz cuadrada del producto entre el voltaje aplicado V_b (ignorando una pequeña polarización interna de aproximadamente 0.3 volts) y la densidad de impureza no compensada, representada por la resistividad del Silicio a la temperatura ambiente ρ_n , debido a la relación directa entre estas. Por lo tanto, para un diodo del tipo del detector ilustrado en la figura 3.1, la profundidad sensible estará dada por ⁽⁷⁾:

$$W \approx 0.5 \sqrt{\rho_n V_b} \quad \dots (3.1)$$

Donde:

ρ_n es la resistividad tipo n a la temperatura ambiente en Ω -cm

V_b es el voltaje aplicado en volts

W es la profundidad de depleción de Silicio en micras

(Esta relación y las tres siguientes, para las características del detector mencionadas, son demostrables experimentalmente)

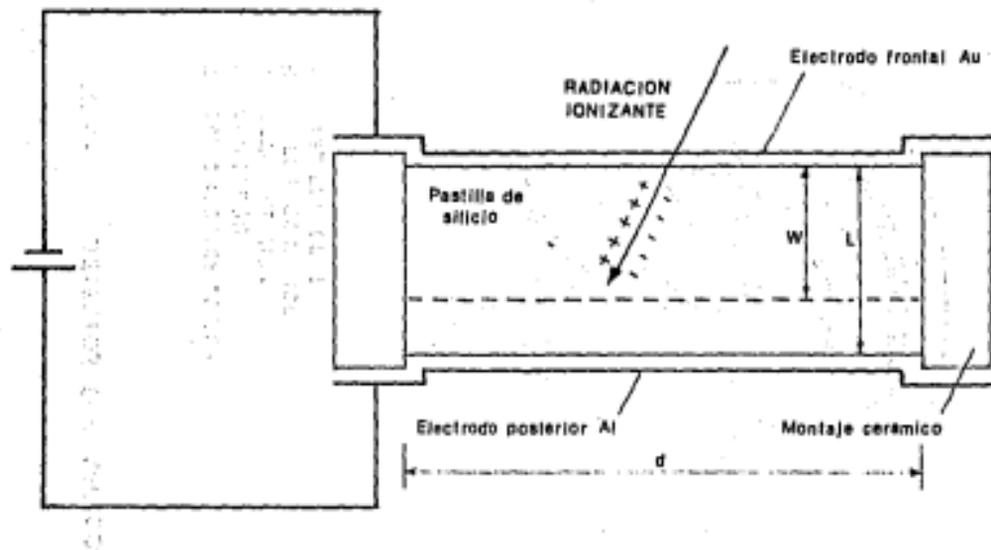


FIG. 3.1

ESQUEMATICO DE UN DETECTOR DE BARRERA SUPERFICIAL TIPO

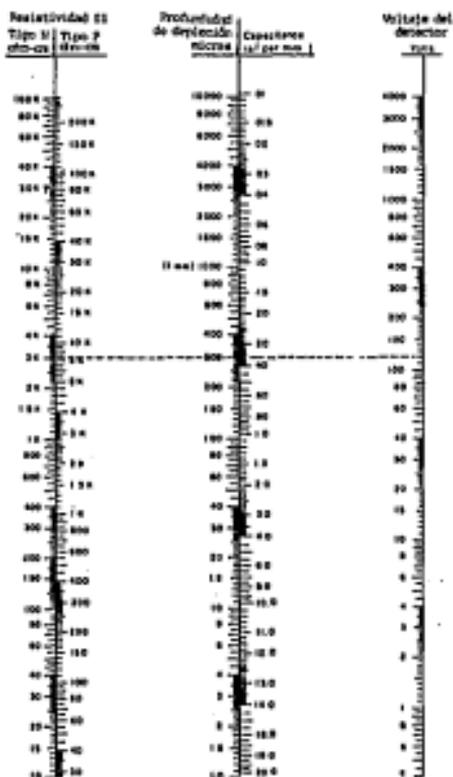
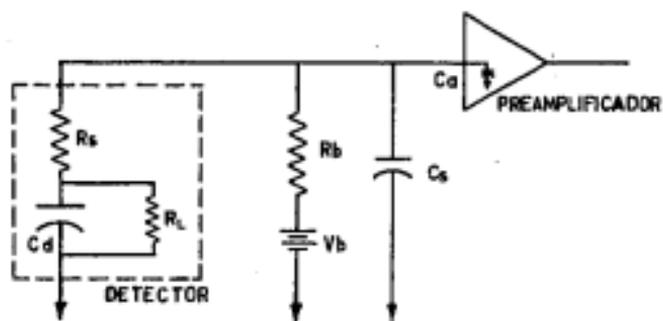


FIG. 3.2 RESISTIVIDAD VS VOLTAJE VS PROFUNDIDAD DE DEPLECIÓN EN SILICIO



- C_d CAPACITANCIA DEL DETECTOR
 R_L FUGA INVERTIDA EN EL DIODO
 R_s RESISTENCIA EN SERIE DEL DIODO
 R_b RESISTENCIA A TRAVES DE LA QUE SE APLICA EL VOLTAJE
 C_s REPRESENTA TODAS LAS CAPACITANCIAS PARÁSITAS
 EN CABLES, CONECTORES, ETC.
 C_a CAPACITANCIA EFECTIVA DE ENTRADA DEL PREAMPLIFICADOR

FIG. 3.3 CIRCUITO EQUIVALENTE DEL DETECTOR

El campo eléctrico es máximo en la interfase Au-Si y decrece linealmente hasta cero a una distancia w del electrodo de oro.

La máxima intensidad de campo en la superficie puede calcularse por la relación ⁽⁷⁾:

$$E_s = 4.2 \times 10^4 \sqrt{V_b} / \sqrt{\rho_n} \quad \dots(3.2)$$

Donde: E_s está dada en volts/cm

Por su parte, la capacitancia de señal pequeña del dispositivo estará dada por ⁽⁷⁾:

$$C_d \approx 21 \times 10^3 A / \sqrt{\rho_n V_b} \quad \dots(3.3)$$

Donde: C_d es la capacitancia en pF y A es el área del diodo en cm^2 .

El nomograma de la figura 3.2 resume las ecuaciones 3.1, 3.2 y 3.3

3.3 Características Principales del Dispositivo y su Efecto Sobre el Funcionamiento del mismo.

a) Área. Este es uno de los parámetros de mayor importancia experimental ya que está íntimamente relacionada con la razón de conteo y la eficiencia, así como con el ruido del detector y la capacitancia del diodo (C_d), esta última a su vez, determina el ruido del amplificador. De esta manera, al incrementarse el área se incrementa el ruido total del sistema, por lo que es necesario buscar un equilibrio entre resolución (ruido) y área. El área sensible para el detector construido es

de 1.13 cm^2 .

b) **Espesor Sensible.** El Espesor Sensible debe ser tal, que toda la energía de la partícula cargada sea depositada en él, obteniendo así una altura de pulso de salida proporcional a la energía de la partícula. Por lo tanto, el alcance máximo de las partículas a analizarse establece el espesor sensible mínimo utilizable. Por otra parte, la capacitancia del detector (Cd) será inversamente proporcional al Espesor Sensible, mientras que un descenso en la capacitancia a la entrada del amplificador disminuye el ruido en el mismo. De tal forma que al incrementarse el Espesor Sensible el ruido en el amplificador desciende, obteniéndose por lo tanto, el ruido total mínimo mediante la igualación entre las contribuciones de ruido del amplificador y del detector.

En aplicaciones donde el tiempo de formación del pulso de información debe ser muy corto, el Espesor Sensible puede ser restringido.

Esto mismo puede ser necesario para discriminar mosetas indeseables.

Como puede observarse en la ecuación 3.1, la profundidad sensible varía con la raíz cuadrada del voltaje y la resistividad del Silicio a la temperatura ambiente.

c) **Capacitancia de Señal Pequeña.** El ruido en el preamplificador recibe una contribución importante por efecto de la capacitancia del detector. Debido a esto, cuando se requiera un ruido total bajo, es necesario minimizar la capacitancia Cd, ya sea restringiendo el área activa u optimizando la profundidad sensible. Debe tomarse en cuenta, la capacitancia parásita (Cs, en la fig. 3.3) de cables, conectores, etc. Ésta debe agregarse a la capacitancia del detector para

establecer la carga capacitiva total con la que el preamplificador contribuye al ruido.

d) Intensidad del Campo Eléctrico. Para obtener una resolución y una linealidad de respuesta óptimas, es necesario asegurar la colección completa de carga, lo cual requiere una intensidad de campo eléctrico mínima dependiente de la masa de la partícula (densidad de ionización específica) analizada. Las partículas más pesadas, requieren mayores intensidades de campo.

Para partículas cargadas relativamente ligeras (como es el caso de partículas alfa) el intervalo de este campo mínimo está establecido por las especificaciones de resolución requeridas.

e) Voltaje de Rompimiento. El voltaje de rompimiento de un diodo, para un material de resistividad determinada, establece un límite superior en el espesor sensible y en la intensidad de campo eléctrico. No es necesario especificarlo cuando se han especificado ya las variables de funcionamiento más importantes, como son profundidad sensible, resolución o intensidad del campo.

f) Corriente de Fuga. El ruido en el detector se ve incrementado al existir una corriente de fuga grande del diodo y una caída excesiva de voltaje a través del resistor de suministro de polaridad (R_b). Puede establecerse una relación cuantitativa entre la corriente de fuga del detector y el ruido si se conocen con detalle los orígenes de todos los componentes de la corriente.

g) Ruido del Detector. El espectro de altura de pulso resultante para partículas de una energía determinada es amplificado debido a la dispersión que introducen las fluctua-

ciones de ruido en el detector y preamplificador. El ruido normalmente queda especificado en términos del FWHM (ancho completo a la mitad del máximo) de un pico monoenergético. El ruido total del sistema detector-preamplificador es igual a la raíz cuadrada de la suma de los cuadrados de las dos contribuciones independientes del ruido.

h) Espesor de la Capa Muerta. Es el espesor de cualquier capa insensible a través de la cual debe pasar la partícula incidente para alcanzar el volumen sensible. Este espesor puede tener una influencia significativa sobre la resolución y linealidad de la respuesta, debido a que la partícula pierde energía ahí.

El Espesor mínimo de la capa muerta para el detector objeto del presente trabajo tiene un valor aproximado de 100 Mg/cm^2 .

i) Tiempo de Formación de Pulso. En general, el tiempo de formación de pulso para un evento de ionización es una función compleja de las características de la partícula ionizante, como son masa, intervalo de energía y orientación; de parámetros del detector, tales como, espesor sensible, intensidad de campo eléctrico, resistencia en serie del diodo y área sensible; y finalmente de las características de la electrónica asociada. Este tiempo normalmente va de nanosegundos a decenas de nanosegundos.

j) Depleción Total y Uniformidad de Espesor. Un detector es totalmente depletado cuando la región sensible se extiende desde el electrodo frontal hasta el electrodo posterior, lo cual es necesario para casos en los que el alcance de las partículas a analizar excede el espesor del detector, existiendo aplicaciones en las que incluso es necesario utilizar una conexión de dos o más detectores.

Una geometría imperfecta (o forma defectuosa) en detectores totalmente depletados, ocasiona muchas inexactitudes en los experimentos realizados con éstos.

k) Orientación Cristalina. Las pastillas de Silicio para detectores totalmente depletados y para iones pesados deben ser cortadas desde el cristal de origen, en un ángulo seleccionado cuidadosamente para minimizar los efectos de canalización. Los detectores parcialmente depletados pueden ser cortados en un ángulo preespecificado.

La canalización de iones entre planos cristalinos puede producir diferencias significativas en la razón de pérdida de energía (y alcance total) entre iones canalizados y no canalizados. Este mismo efecto para iones muy pesados puede producir grandes diferencias en la altura de pulso, linealidad y resolución.

l) Daño por Radiación. Para aplicaciones con partículas cargadas ligeras, como en el presente caso, donde la información estadística significativa puede obtenerse con relativamente pocas cuentas, el problema de daño por radiación es de menor importancia. No así en la medición de espectros neutrónicos mediante el uso de productos de reacción, o en el caso de productos de fisión. El alto grado de perfección cristalina hace a los detectores semiconductores sensibles al daño por radiación, ya que se ve afectado el comportamiento eléctrico del dispositivo, tan efectivamente como por las impurezas.

m) Resolución. La resolución en energía del detector tiene un límite inferior, establecido por el efecto de amplificación del ruido mencionado anteriormente. Sin embargo, existen otros factores que pueden contribuir a la amplificación adicional del ruido, estos pueden ser la colección imperfecta

de carga, los efectos estadísticos y las variaciones en la pérdida de energía en la capa muerta. La contribución relativa de las fuentes secundarias de amplificación de resolución está en función directa de la masa de la partícula incidente, para partículas alfa de baja energía el ruido electrónico puede ser despreciable.

La mejor resolución, para partículas alfa, sin contribución significativa de ruido, se encuentra entre 1 y 2 % aproximadamente.

CAPITULO IV

FABRICACION DEL DETECTOR DE BARRERA SUPERFICIAL

4.1 Introducción.

Se presenta en este capítulo el método empleado para la fabricación del Detector de Barrera Superficial, cuya base teórica ha sido descrita en los capítulos precedentes.

Este método de fabricación incluye el tratamiento de la pastilla de Silicio n para formarle la región p y obtener con ella un diodo, así como el diseño del montaje y encapsulado final de la misma, sobre el cual se presentan diagramas generales y de detalle.

4.2 Método de Preparación de la Pastilla.

La pastilla de Silicio utilizada en la elaboración del Detector de Barrera Superficial se obtuvo comercialmente y sus dimensiones se muestran en la figura 4.1

Esta pastilla de Silicio tipo n fué tratada de acuerdo con el procedimiento descrito a continuación para la formación de la región tipo p.

El método empleado para el tratamiento de la pastilla, tiene su antecedente en los trabajos publicados por G. Andersson - Lindström y B. Zausig⁽⁸⁾ y fué utilizado a nivel experimental para la fabricación de prototipos en el país en 1971.⁽⁹⁾ ⁽¹⁰⁾ sin embargo no ha habido continuidad en estos trabajos y la producción en México de un detector de Barrera Superficial con características similares a las comerciales

no ha sido terminada.

En el presente trabajo se realizaron algunas innovaciones al método original, logrando mejorar los resultados. Estas innovaciones y su finalidad se describen en los pasos correspondientes del método.

1. Se renovó la suciedad y el polvo mediante un lavado con alcohol etílico.

2. Se eliminaron las contaminaciones metálicas por medio de un lavado con ácido nítrico concentrado en ebullición durante un lapso de diez minutos.

3. Se eliminaron las grasas lavando con alcohol etílico en ebullición durante diez minutos.

4. Con el fin de alcanzar la mayor pureza posible, se sometió a un ataque químico por medio de una solución de ácido fluorhídrico/ácido nítrico en relación 1:8 durante un lapso de diez minutos, obteniéndose al final un acabado de espejo en toda la superficie de la pastilla. Es importante la precisión en la composición de la solución y en el tiempo de ataque químico para evitar la formación de grietas o manchas en la pastilla.

Se han utilizado otras concentraciones para la solución y otros tiempos de lavado en este punto, incluso algunos autores han utilizado ácido acético glacial al 96% como tercer componente. El tiempo de lavado dependerá de las características de acidez de la solución.

En el caso particular de este trabajo la solución ácida se mantuvo en frío, a una temperatura de -18°C desde antes de iniciar el ataque químico, ya que de esta manera se evitó la

formación de burbujas sobre la superficie de la pastilla, las cuales provocan irregularidades en la misma, imposibilitando el acabado superficial tipo espejo.

Al terminar este ataque químico se lavó la pastilla con agua destilada y desmineralizada, decantando los ácidos, evitando en este punto el contacto con el aire ambiente hasta diez pués del último lavado para que no haya una oxidación fuerte en la superficie de la pastilla que pueda dañarla.

5.- En algunos trabajos se ha hecho un lavado final en una solución de dicromato de sodio al 1% en agua destilada y desmineralizada durante diez minutos a una temperatura de 70°C, con objeto de acelerar la oxidación de la superficie de la pastilla y lograr la formación de la región tipo p.

En este caso, dicha oxidación se logró simplemente dando le a la pastilla un tiempo de exposición al aire de 24 horas, principalmente para evitar el calentamiento a 70°C y posibles deterioros en su superficie.

6.- Colocación de la pastilla tratada en su montaje después de 24 horas de la terminación del último lavado.

4.3 Montaje para la Pastilla de Silicio. (Anillo Cerámico).

El montaje de la Pastilla de Silicio se construyó de acuerdo con las dimensiones y la forma mostradas en la figura 4.2 utilizando como material de construcción pirofilita endurecida

La forma dada del anillo cerámico de montaje, con una pendiente de 45° por cada lado (ver fig. 4.2) tiene el objeto de obtener posteriormente un recubrimiento metálico uniforme

en ambas caras de la pastilla ya montada, ya que estos recubrimientos se logran mediante evaporación en vacío, como se describe en el punto 4.4

Para lograr una dureza suficientemente alta, la pastilla fue calentada gradualmente en un horno, aumentando la temperatura 200°C cada hora hasta alcanzar aproximadamente 1000°C.

La Pastilla de Silicio fue colocada en su montaje y adherida al mismo con resina epoxica (Araldita, de Ciba-Geigy) como se muestra en la figura 4.4.

4.4 Formación de Electrodo.

Una vez colocado en su montaje se aplicó a la Pastilla un recubrimiento de oro por el lado exterior y de aluminio por el posterior.

Estos recubrimientos se lograron mediante la evaporación de los metales mencionados sobre la cara correspondiente de la Pastilla ya montada, la operación se realizó dentro de una cámara de vacío, a una presión menor a 10^{-4} mmHg. El Espesor máximo de las capas metálicas aplicadas es de aproximadamente 100 Mg/cm^2

4.5 Encapsulado.

El Encapsulado para el Detector se construyó en latón de acuerdo a las dimensiones y características mostradas en la figura 4.3

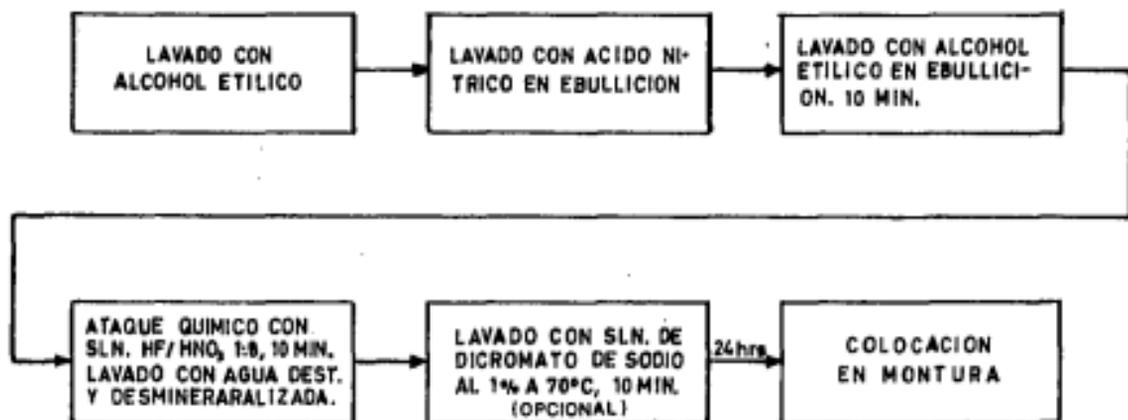
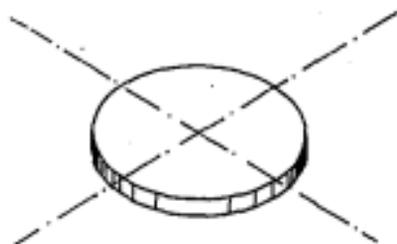
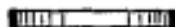
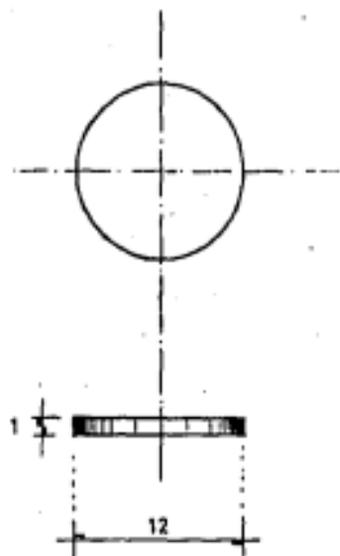
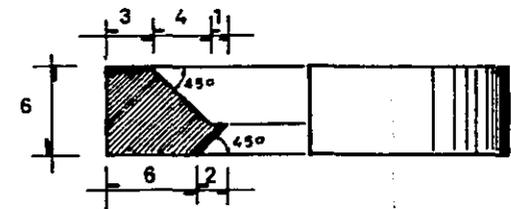
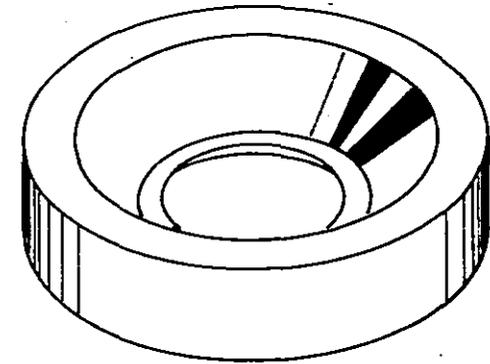
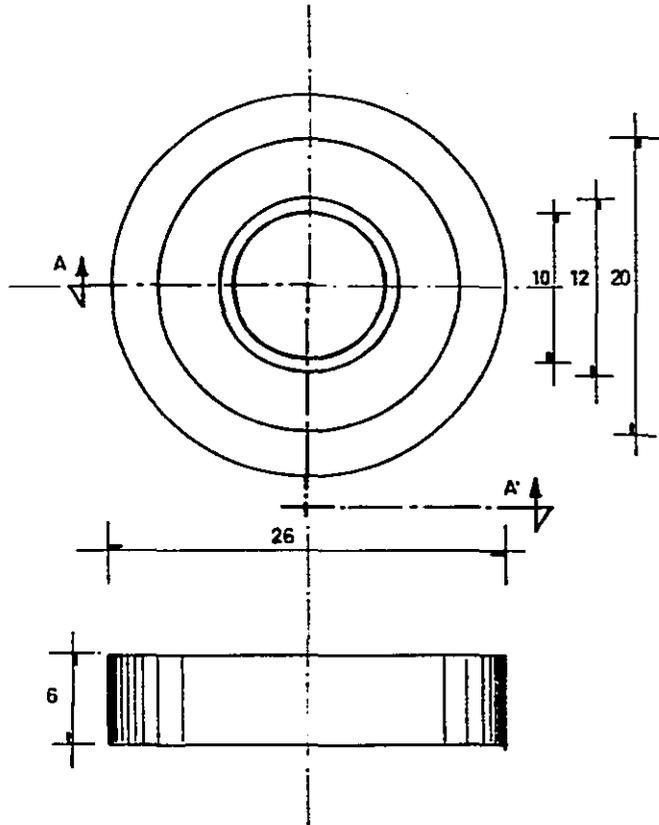


DIAGRAMA DE BLOQUES DEL PROCEDIMIENTO SEGUIDO EN EL TRATAMIENTO DE LA PASTILLA DE SILICIO



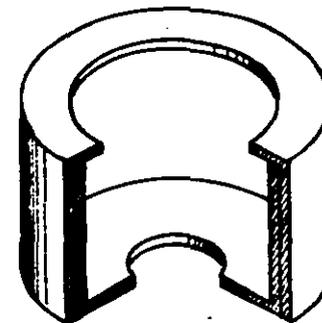
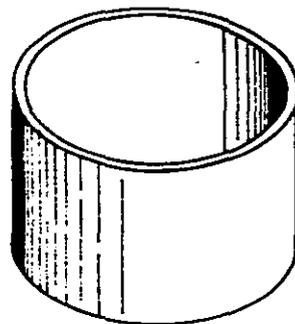
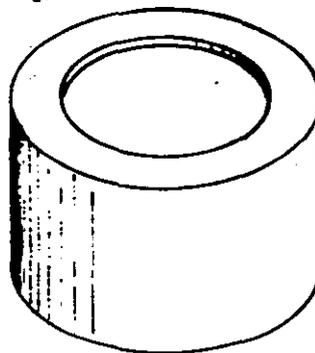
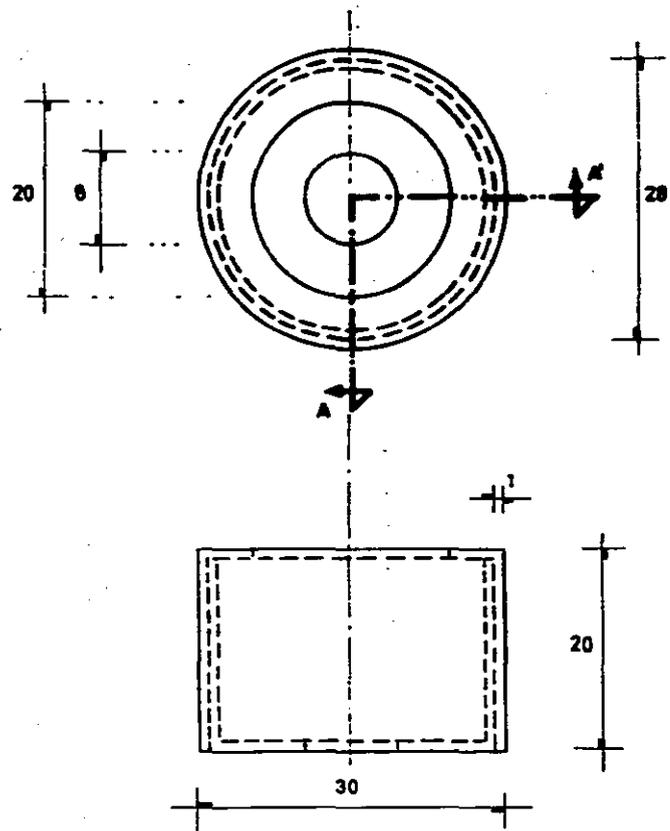
ESC. 3:1 A DOT. MM

FIG. 4.1 PASTILLA DE SILICIO



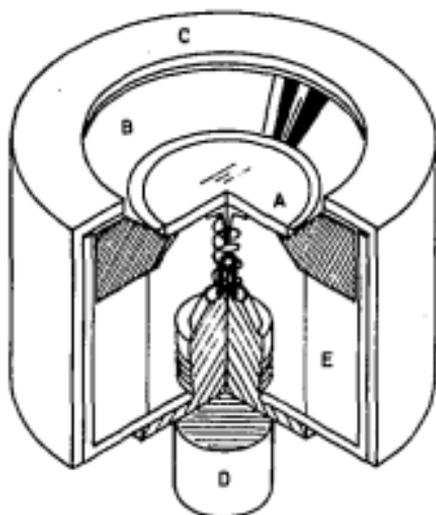
CORTE A-A'

| | | |
|---------------------------------|------------------------------|-------------|
| UNAM FACULTAD DE QUIMICA | | |
| DIV. DE ESTUDIOS DE POSGRADO | DEPTO. DE CIENCIAS NUCLEARES | |
| FIG. 4.2 ANILLO CERAMICO | | |
| ESC. 3:1 | ACOT. MM | DIB. R.G.M. |



CORTE A-A'

| | | |
|---------------------------------|------------------------------|-------------|
| UNAM FACULTAD DE QUIMICA | | |
| DIV. DE ESTUDIOS DE POSGRADO | DEPTO. DE CIENCIAS NUCLEARES | |
| FIG. 4.3 ENCAPSULADO | | |
| SIN ESC. | ACOT. MM | DIB. R.G.M. |



- A PASTILLA DE SI
- B ANILLO CERAMICO
- C CAJA METALICA
- D CONECTOR
- E ESPACIADOR DE TEFLON

FIG. 4.4 DETECTOR ENSAMBLADO

CAPITULO V

DISEÑO DE UN SISTEMA DE ELECTRODEPOSITACION

5.1 Introducción.

Debido a la extremadamente baja concentración de los emisores alfa en muestras ambientales y al efecto de interacción de las partículas alfa en la muestra misma, resulta imposible la evaluación de tales radionúclidos por medio de los métodos convencionales.

En vista de lo anterior resulta de gran importancia desarrollar técnicas que permitan aislar el radionúclido de interés del grueso de la muestra original.

En este capítulo se presenta la técnica de electrodeposición a partir de soluciones orgánicas, el diseño de la celda de electrodeposición y una descripción de las características fundamentales de la fuente regulada de voltaje requerida para este fin. Se incluye también el procedimiento químico preliminar a la aplicación de esta técnica, tomando como caso típico la separación de plutonio de una muestra de suelos.

5.2 Preparación de muestras ambientales.

Las muestras obtenidas del medio ambiente (agua, suelo, aire, orina, tejidos biológicos, etc.) requieren de un tratamiento químico que elimine los materiales que pueden interferir en la electrodeposición del radionúclido buscado y su posterior espectrometría. Este tratamiento químico dependerá básicamente del tipo de muestra que se tenga y del radionúclido a determinar, existiendo por lo tanto una gran

cantidad de procedimientos que difieren en mayor o menor grado entre sí. La información escrita al respecto es extensa, pudiéndose encontrar un método adecuado para la mayor parte de los casos particulares más comunes. (11) (12) (13) (14).

Se presenta aquí un método de preparación de muestras de 10 gr de suelos para la determinación de plutonio, uranio y torio juntos o individualmente. (13)

5.2.1 Procedimiento para la preparación de muestras de suelos.

- a) Pesar 10 gr. de suelo, molido previamente a malla 100, en un crisol de porcelana. Calentar durante una noche a 700° C. Enfriar y transferir a un vaso de teflón de 200 ml. agregar 1 ml de cada uno de los trazadores más 1 ml de cloruro férrico 0.3 N. Cuidadosamente agregar 60 ml. de ácido nítrico 16 N y 30 ml de ácido fluorhídrico al 40%, dando tiempo entre cada adición para permitir que se asiente la espuma. Cubrir con una tapa de teflón y digerir en una parrilla a unos 400° C. de 1 a 2 horas. No permitir que el volumen disminuya a menos de 20 ml.
- b) Remover de la parrilla y enfriar ligeramente antes de agregar 30 ml. de ácido nítrico 16 N y 30 ml. de ácido fluorhídrico al 40%. Digerir sin tapar con agitación intermitente por una hora.
- c) Enfriar y agregar cuidadosamente 20 ml. de ácido clorhídrico concentrado con agitación. Digerir en una parrilla durante 45 minutos.
- d) Con agitación, agregar 5 gr. de ácido bórico en polvo. Después de 15 minutos de digestión, agregar 0.2 gr. de bisulfito de sodio en cristales y continuar calentando hasta que el vo -

lumen se reduzca a 20 ml. aproximadamente.

- e) Diluir a 50 ml. con agua destilada. Agregar una solución de hidróxido de sodio al 50% hasta que la precipitación cese (pH = 9), entonces agregar 15 gr. de hidróxido de sodio en escamas. Cubrir y hervir de 1 a 2 horas en una parrilla.
- f) Transferir la solución y el precipitado a una botella Pyrex de centrifuga de 500 ml. usando agua destilada. Centrifugar por lo menos 15 minutos a 1500 rpm. Decantar y desechar el sobrenadante. Agregar aproximadamente 10 ml. de ácido nítrico concentrado al vaso original de teflón, cubrir y reflujar sobre el plato caliente para disolver cualquier residuo remanente.
- g) Agregar aproximadamente 1 gr. de ácido bórico a la botella de centrifuga y agitar la mezcla con una corriente de agua destilada desde una botella de lavado. Agregar el ácido nítrico del vaso de teflón, lavando con agua destilada. Lavar el vaso con 10 ml. adicionales de ácido nítrico concentrado y agregarlos a la botella. Calentar ligeramente en una parrilla para completar la disolución.
- h) Agregar 200 ml. de agua destilada y ajustar el pH a 9 con hidróxido de amonio 14 N. Ajustar el volumen a 450 ml. y centrifugar a 1500 rpm durante 15 minutos. Decantar y desechar el sobrenadante.
- i) Repetir los pasos (f) a (h) dos o tres veces más.
- j) Disolver el precipitado con un mínimo de ácido clorhídrico concentrado. Calentar ligeramente en una parrilla para acelerar la disolución. Transferir de nuevo al vaso de teflón con aproximadamente 30 ml. de agua destilada. Agregar hidróxido de sodio al 50% hasta que cese la precipitación, entonces agregar 15 grs. de hidróxido de sodio en escamas. Cubrir y hervir durante una hora.

- k) Transferir la solución y el precipitado de su vaso a la botella de centrifuga con agua destilada. Ajustar el volumen a 450 ml. y centrifugar por 15 minutos a 1500 rpm. Decantar y desechar el sobrenadante. Agregar 10 ml. de ácido clorhídrico concentrado al vaso de teflón, cubrir y reflujar sobre la parrilla durante unos minutos.
- l) Transferir el ácido clorhídrico del vaso de teflón a la botella de la centrifuga, enjuagando con agua destilada. Enjuagar el vaso con 10 ml adicionales de ácido clorhídrico concentrado y agregarlos a la botella. Calentar ligeramente sobre la parrilla para ayudar a la disolución.
- m) Agregar 200 ml. de agua destilada y ajustar el pH a 9 con hidróxido de amonio concentrado. Incrementar el volumen a 450 ml. con agua destilada y centrifugar a 1500 rpm durante 15 minutos. Desechar el sobrenadante.
- n) Agregar un volumen mínimo de ácido clorhídrico concentrado al precipitado. Agitar para disolver el precipitado, transferir a un vaso graduado de 150 ml. enjuagando con ácido clorhídrico 6 N. Ajustar el volumen de solución a 40 ml. con ácido clorhídrico 6 N y proceder a la separación.

5.3 Separación de isótopos por intercambio iónico.

Una vez preparada la muestra mediante el procedimiento anterior, se procede a la separación de los radionúclidos presentes, en este caso U, Pu, y Th, por medio de una columna de intercambio iónico. Se describe a continuación en forma general la separación de los radionúclidos mencionados, detallando el método de preparación de la columna de intercambio iónico y la separación del plutonio en particular.

El plutonio y el uranio se absorben inicialmente en la

columna de intercambio iónico, separándose así del torio. El plutonio es eluido con ácido bromhídrico de acuerdo al procedimiento descrito más adelante y el uranio es eluido con ácido clorhídrico. El torio se convierte a una forma de nitrato y se absorbe en la misma columna, separándolo del calcio y de otras interferencias, para finalmente ser eluido con ácido clorhídrico 9 N.

5.3.1 Preparación de la columna de intercambio iónico.

Remover partículas finas de la resina mediante suspensión repetida en agua destilada y decantación. Agregar ácido clorhídrico concentrado igual al 10% del volumen de la lechada para consolidar la resina. Transferir la resina a la columna en forma de lechada para obtener un lecho de resina sedimentada de 20 ml. de volumen. Agregar en seco arena de sílice de malla 60 a 200 para tener una profundidad de 15 mm a través de un lecho de ácido clorhídrico 1.2 N. La arena previene la resuspensión de la resina y, por su capilaridad, detiene el flujo entre adiciones de reactivos facilitando la operación.

5.3.2 Procedimiento para la separación del plutonio.

- a) Inmediatamente antes de usarse, acondicionar la columna de intercambio iónico con 100 ml. de ácido clorhídrico 9 N conteniendo una gota de peróxido de hidrógeno a una razón de flujo de 6 ml/min.
- b) Agregar un volumen de ácido clorhídrico 12 N a la muestra igual al volumen de solución 6 N usado para ajustar la concentración a 9N. Agregar una gota de peróxido de hidrógeno por cada 10 ml. de solución 9 N, cubrir con un vidrio de vigilancia y calentar la solución a

80-90° C. durante una hora. Enfriar a la temperatura ambiente.

- c) Transferir la muestra al depósito de la columna usando ácido clorhídrico como enjuague. Si se tiene la presencia de cloruro de bario, cloruro de sodio u otra materia sólida, filtrar la solución dentro del depósito a través de un tapón de fibra de vidrio en el tallo de un embudo.
- d) Pasar la solución de muestra 9 N a través de la columna a una razón de flujo de 3 ml/min. Enjuagar el depósito tres veces con volúmenes de 15 ml de ácido clorhídrico 9 N y drenar cada enjuague a 3 ml/min.
- e) Lavar la columna con 50 ml. adicionales de ácido clorhídrico conteniendo una gota de peróxido de hidrógeno al 30%. Eluir a 3 ml/min y descargar el eluido.
- f) Eluir el plutonio de la columna usando 25 ml. de ácido bromhídrico a 3 ml/min. Colectando el eluido en un vaso Pyrex de 100 ml. Lavar la columna con 50 ml. adicionales de ácido bromhídrico al 49% y combinar con los 25 ml. del eluido.
- g) Agregar 0.5 ml. de ácido sulfúrico concentrado a la solución muestra y evaporar con poco calor el ácido sulfúrico. Agregar dos gotas de peróxido de hidrógeno al 30% y evaporar nuevamente el ácido sulfúrico. Esta muestra se utilizará en la electrodeposición del plutonio.

3.4 Mecanismo de la depositación por corriente eléctrica.

La siguiente descripción del mecanismo de electrodeposición presenta un panorama general sobre este tema en base a las teorías actualmente aceptadas. (15)

Tomando como ejemplo una solución acuosa de sulfuro de

cobre, acidificada con ácido sulfúrico, se describen las reacciones en el cátodo, notando que las reacciones en un ánodo soluble serán las inversas.

Originalmente la sal se disocia considerablemente formando cationes (de carga positiva) y aniones (de carga negativa). El agua se disocia ligeramente formando iones hidrógeno (H^+) e iones hidroxilo (OH^-).

El ácido sulfúrico presente se disociará también en iones hidrógeno y en iones $H SO_4^{-1}$ ó SO_4^{-2} . Estos iones en su mayoría se encuentran hidratados, es decir, combinados con una o más moléculas de agua.

Al colocar dos electrodos en la solución anterior y aplicar un potencial, los cationes emigran hacia el cátodo (-) y los aniones lo hacen hacia el ánodo (+). Ya que la solución se encuentra acidificada, la concentración de iones H^+ es relativamente alta y la de iones OH^- es muy baja. La mayor parte de la corriente es llevada hacia el cátodo por los iones H^+ en virtud de que su movimiento es más rápido que el de los iones de cobre. Sin embargo, es más fácil descargar los iones cobre que los iones H^+ , así que prácticamente toda la corriente que se usa en el cátodo es para depositar cobre. La eficiencia catódica, es decir, el depósito de cobre de un baño ácido es cercana al 100%. En virtud de que por migración se lleva al cátodo menos cobre del que se deposita, la capa de solución en la superficie del cátodo, conocida como "película catódica", se hace más débil en iones cobre. Siendo ésta una de las causas de la polarización catódica, es decir, el incremento de potencial que se requiere para depositar al cobre con una densidad de corriente superior.

No obstante, en cuanto la concentración del cobre en la película catódica disminuye, los iones de cobre comienzan a difundirse dentro de ésta a partir de las capas adyacentes, esto es, del cuerpo más concentrado de la solución. Si se agita la solución, se pone mecánicamente en contacto con la superficie del cátodo la parte fresca de la solución, reduciendo así el espesor de la película catódica y facilitando, por lo tanto, la difusión hacia la superficie del cátodo.

El proceso implicado en el depósito de un elemento sobre el cátodo es difícil de representar. Puede considerarse que al encontrarse el cátodo cargado negativamente, tiene una concentración relativamente alta de electrones, los cuales al tener oportunidad de combinarse con los iones positivos formarían átomos neutros. Para el caso del cobre se tendrá la siguiente reacción:



Los depósitos formados eléctricamente están constituidos por cristales que se encuentran estructurados regularmente y consisten de formas geométricas, siendo el cubo la más frecuente.

De acuerdo con algunas teorías los iones positivos que se descargan sobre el cátodo para formar átomos, al ser aplicada una diferencia de potencial suficiente, lo hacen de una manera aleatoria, es decir, amorfa y sin orientación y después sufren rearreglos, formándose los cristales. Otras teorías establecen que los iones positivos se descargan preferentemente en aquellos puntos del cátodo donde se requieran para continuar la formación de cristales. También existe evidencia de que en algunos casos el potencial crece hasta que bruscamente se deposita toda una capa de átomos, cada una con su orientación propia con respecto a los

cristales ya existentes. El resultado final, independientemente del procedimiento seguido con exactitud, es que cada átomo se deposita y se dispone según formas geométricas características para cada elemento.

○

5.5 Técnica de electrodeposición.

La etapa final dentro del proceso de preparación para espectrometría alfa de un radionúclido, separado químicamente de una muestra ambiental, como se describió en las secciones anteriores, consiste en la depositación del mismo sobre un electrodo metálico adecuado, mediante electrólisis.

Las capas depositadas deben ser uniformes, bien adheridas a la superficie de soporte, mecánicamente fuertes y térmicamente estables. Si se requieren como en este caso, como fuentes de partículas alfa, deberán ser muy delgadas.

La electrodeposición a partir de soluciones orgánicas para la formación de películas delgadas, presenta varias ventajas sobre otros métodos comúnmente utilizados para este fin (electro-rociado, evaporación en vacío, pintado con soluciones orgánicas), entre estas ventajas se pueden citar las siguientes:

- a) Pueden producirse películas desde extremadamente delgadas a relativamente gruesas (de 10 a 100 Mg/cm²).
- b) Los depósitos obtenidos son generalmente uniformes y tienen buena adherencia a la superficie de soporte.
- c) La eficiencia de depositación es muy alta y el tiempo de depositación es corto.

- d) Puede utilizarse para muchos elementos y el equipo necesario es sencillo y fácil de manejar.

El sistema de electrodepositación está constituido básicamente por una celda de electrodepositación, cuya descripción se presenta en la sección 5.5.1, una fuente regulada de voltaje, descrita en forma general en la sección 5.5.2 y un recipiente de vidrio para contener la solución a analizar, la celda y los electrodos (figura 5.1)

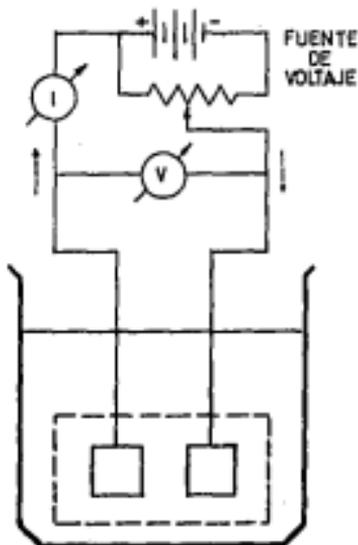


FIGURA 5.1 SISTEMA DE ELECTRODEPOSITACION.

La respuesta típica de corriente en función del voltaje aplicado se presenta en la figura 5.2

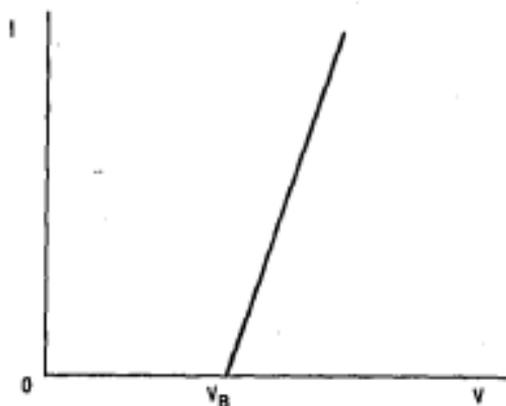


FIGURA 5.2 RELACION VOLTAJE-CORRIENTE

En el intervalo de voltaje de 0 a V_B la corriente registrada es de 0 amper, debido a que durante este intervalo los iones se han acumulado alrededor de los electrodos, originando una diferencia de potencial igual al voltaje aplicado pero de polaridad opuesta; por lo que el campo eléctrico de los electrodos y las cargas acumuladas se cancelan entre sí. Cuando se aplican voltajes por arriba de V_B , se da lugar al movimiento de los iones a través de la solución, hacia los electrodos, donde reaccionan, originándose una corriente que se registra en el amperímetro. El voltaje V_B se conoce como potencial crítico y está en función de la concentración y naturaleza de los iones.

En la práctica, se aplica un voltaje suficientemente

alto entre los electrodos y se ajusta la corriente a un valor conveniente. Se toman datos del voltaje y la corriente, la cual disminuye cuando la concentración de iones en la solución decrece y son depositados en el cátodo.

La cantidad M , en moles, depositada electroquímicamente en un electrodo es proporcional a la carga Q que circula por el circuito durante la electrólisis, es decir

$$M = K \int_0^t i dt \quad \text{con} \quad K = \frac{1}{z N e}$$

Donde: i es la corriente instantánea

z es el número de cargas elementales por ion.

N es el número de Avogadro y

e es la carga del electrón.

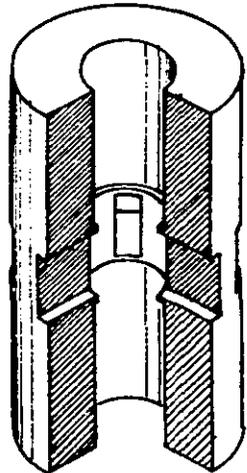
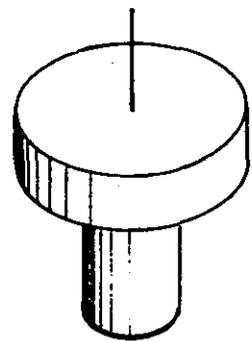
Si la corriente es constante en el tiempo, la carga total es $Q = I t$ y si tiene un valor instantáneo i , la carga total es $Q = \int i dt$

5.5.1 Celda de electrodeposición.

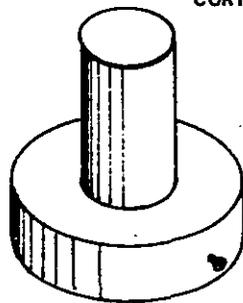
La celda de electrodeposición tiene las dimensiones y la forma mostradas en la figura 6.2. Consta de una parte cilíndrica de teflón y dos tapas, la tapa superior es de teflón y la inferior de acero inoxidable. Se emplea teflón como material de construcción, tomando en cuenta que es químicamente inerte.

te y que tiene una buena estabilidad térmica.

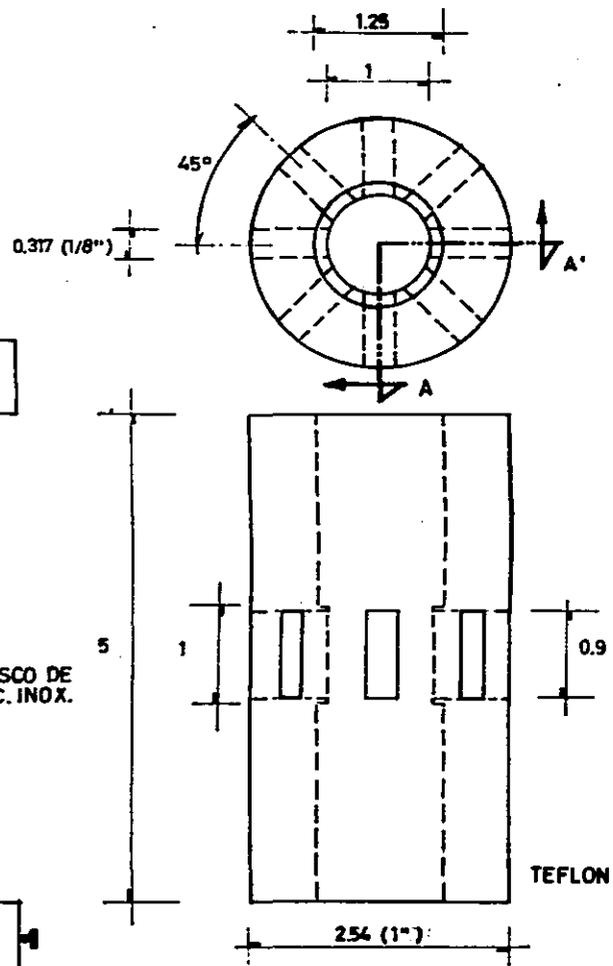
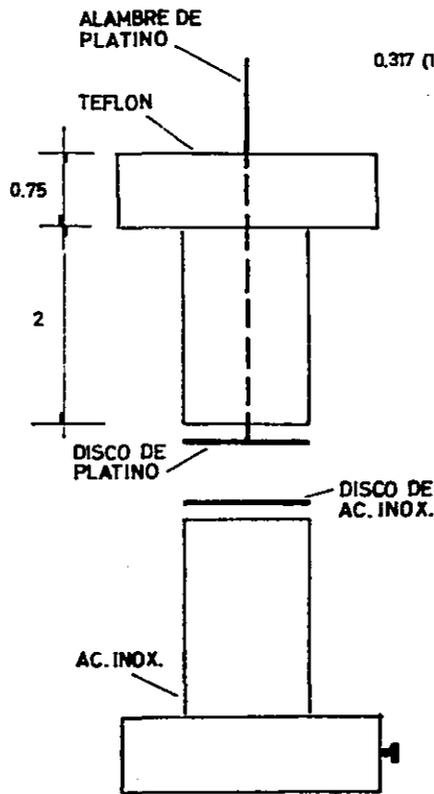
El electrodo superior está constituido por una laminilla circular de platino conectado por medio de un alambre del mismo material que pasa a través de la tapa correspondiente. El electrodo inferior es de las mismas dimensiones que el primero pero de acero inoxidable, este se conecta directamente a través de la tapa inferior, que es del mismo material. El campo eléctrico entre electrodos deberá ser uniforme, para lo cual la distancia entre estos se mantiene constante.



CORTE A-A'



SIN ESC.



ESC. 2:1

| | | |
|---------------------------------------|------------------------------|--------------|
| UNAM FACULTAD DE QUIMICA | | |
| DIV. DE ESTUDIOS DE POSGRADO | DEPTO. DE CIENCIAS NUCLEARES | |
| FIG. 5.3 CELDA DE ELECTRODEPOSITACION | | |
| ESC. IND. | ACOT. CM (PUL) | DIB.: R.G.M. |

5.5.2 Fuente regulada de voltaje.

La fuente de voltaje requerida para este sistema de electrodeposición tiene un intervalo de voltaje de 0 a 10 volts y un intervalo de corriente de 0 a 3 amperes, cubriendo los valores normalmente utilizados en este tipo de aplicaciones (13) (16) (17)

La figura 5.2 muestra el diagrama elemental de la fuente, ésta proporciona un voltaje de salida continuamente variable entre 0 y 10 V y limitación de corriente variable entre 0 y 3 amperes. La salida de la fuente está protegida contra voltaje inverso y sobrevoltaje aplicado a sus terminales.

El diseño de esta fuente (18) está basado en el circuito integrado MC 1723, disponible en el mercado nacional, al cual se le hicieron las adaptaciones necesarias para que su salida proporcione el intervalo de voltaje mencionado.

ESPECIFICACIONES DE LA FUENTE:

| | |
|-------------------------|--|
| Voltaje de alimentación | 110 volts A.C. |
| Voltaje de salida | 0 - 10 volts A.C. |
| Corriente de salida | 0 - 3 amp. a 10 volts. |
| Rizo | Aprox. 5 mV p-p a 10 V, 3 amp. |
| Regulación | 2 mV en el intervalo de 0-100 mA a 10 V. 15 mV en el intervalo de 0-3 A a 10 V. |

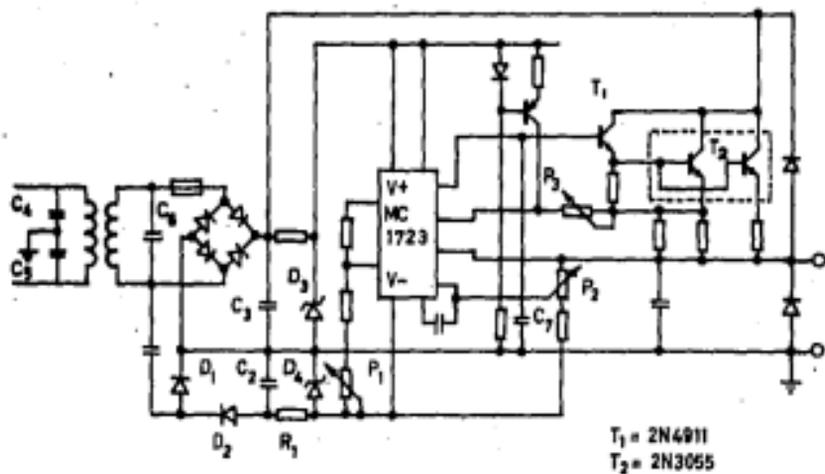


FIG. 5.4 FUENTE REGULADA DE VOLTAJE

FIGURA 5.4:

| | |
|-------------------------|--|
| C_1, C_2, D_1 y D_2 | Doblador de voltaje |
| R_1, D_4 | Estabilización del voltaje a - 4.7 v |
| P_1 | Potenciómetro para el ajuste de 0 volts de salida. |
| D | Puente de onda completa para rectificación de la alimentación positiva. |
| C_3 | Filtro capacitivo convencional de 20 000 MF |
| D_3 | Diodo zener de estabilización de la alimentación al regulador MC1723. |
| T_1 | Transistor 2N 4911 que controla a T_2 . |
| T_2 | Transistores de potencia 2N 3055. |
| P_2 | Potenciómetro para el ajuste del voltaje de salida. |
| P_3 | Potenciómetro para selección del límite de corriente. |
| C_4, C_5 | Condensadores para minimizar transitorios. |
| C_6 | Condensador para minimizar ruido y radiofrecuencia. |
| C_7 | Condensador para conducir a tierra el ruido generado en el circuito integrado. |

CAPITULO VI

ELECTRONICA ASOCIADA Y PRUEBAS EXPERIMENTALES DEL DETECTOR.

6.1 Introducción

Se presenta en este capítulo una descripción general del sistema electrónico empleado con el Detector de Barrera Superficial construido. Con este sistema se llevó a cabo la espectrometría alfa de una fuente calibrada, con lo cual se comprobó el funcionamiento y las características del Detector. Los datos obtenidos experimentalmente durante la prueba del dispositivo se emplearon para el cálculo de parámetros fundamentales como son la Resolución y la Linealidad y a partir de éstos se establece una evaluación del trabajo.

6.2 Sistema Electrónico.

El Sistema Electrónico empleado es el necesario para espectrometría básica y consta de una fuente de voltaje para polarizar el Detector, un preamplificador que recibe la señal del Detector y la presenta ya invertida a un amplificador, el cual a su vez se conecta al analizador multicanal. Ver figura 6.1

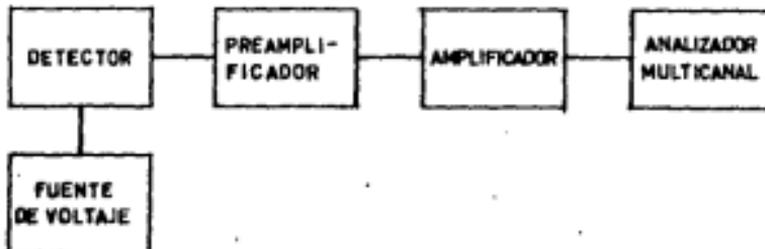


FIG. 6.1 ESPECTROMETRIA BASICA

El preamplificador recibe la señal generada en el Detector durante la formación de pares iónicos por la incidencia de radiación ionizante, partículas alfa de energías determinadas en este caso.

El preamplificador invierte y amplifica la señal para presentarla al amplificador principal, de donde, después de ser nuevamente amplificada y formada es aplicada al analizador multicanal.

El analizador multicanal consta principalmente de un convertidor analógico digital, CAD, una memoria donde se conserva el record del número de señales de cada amplitud proporcionadas por el amplificador y un sistema para el despliegue en pantalla de tal record en forma de histograma, es decir, en dos dimensiones, con la escala de amplitudes situada en el eje horizontal y la del número de eventos de cada amplitud en el vertical.

6.3 Espectro de una Fuente Alfa Calibrada.

Utilizando el Detector construido y el arreglo electrónico descrito en el punto anterior, se realizó la espectrometría básica de una fuente alfa calibrada de Am241/Cm 244/Pu 239 con picos de energía en 5.484, 5.806 y 5.155 MeV respectivamente. El espectro obtenido se muestra en la figura 6.2

6.4 Determinación de la Linealidad.

Se conoce como linealidad de un Detector a la propiedad que tiene de proporcionar señales de un tamaño directamente proporcional a la energía de las partículas que inciden en él. Se entiende con esto la importancia de esta característica en

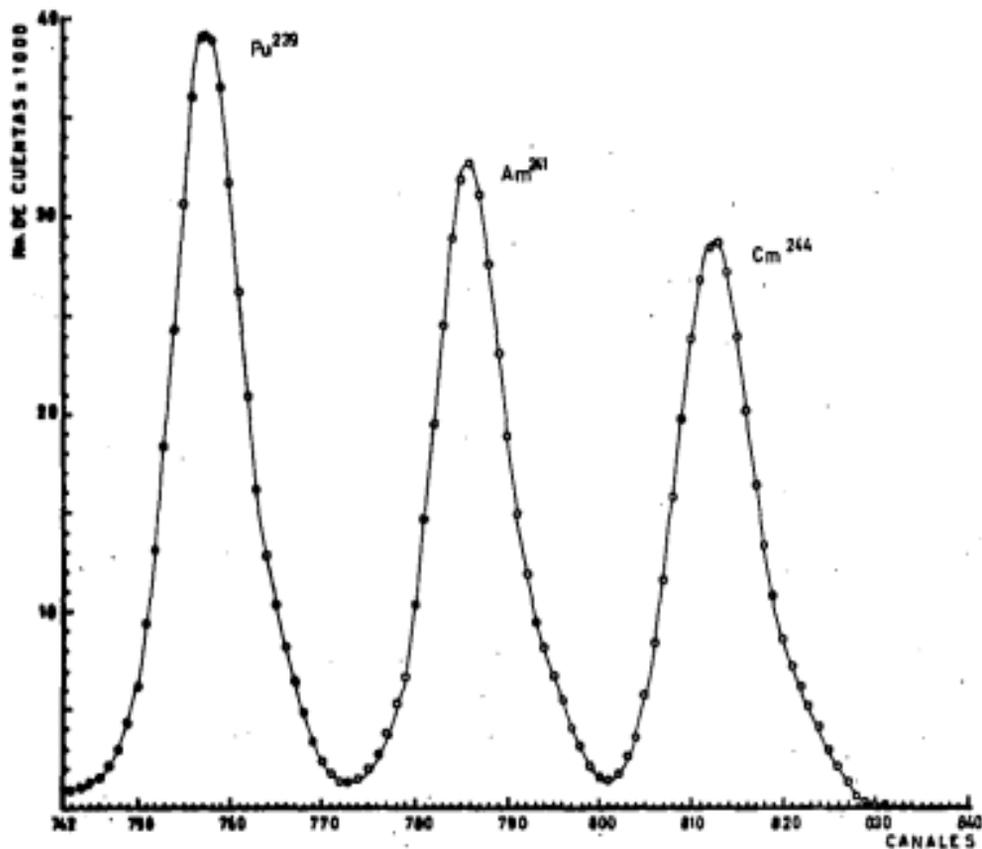


FIG. 6.2 ESPECTRO OBTENIDO CON UNA FUENTE ALFA CALIBRADA

el funcionamiento de un Detector, ya que al tener una linealidad mayor, la precisión con que se pueda determinar la energía de muestras desconocidas será también más alta.

A partir de los datos obtenidos, durante las pruebas de espectrometría de una fuente alfa calibrada, con tres picos de energía, utilizando el Detector construido, se determina a continuación la ecuación para su recta de linealidad y se construye la gráfica.

De la gráfica de número de cuentas contra canales (figura 6.2) y con los datos de la fuente alfa calibrada, se tiene:

| CANAL (C) | No. DE CUENTAS | ENERGIA (E) | RADIONUCLIDO |
|-----------|----------------|-------------|--------------|
| 757 | 39053 | 5.15 MeV | Pu 235 |
| 786 | 32673 | 5.484 | Am 241 |
| 813 | 28686 | 5.806 | Cm 244 |

Utilizando los puntos más alejados:

$$\Delta E = 5.806 - 5.150 = 0.656$$

$$\Delta C = 813 - 757 = 56$$

La relación $\Delta E / \Delta C$ será la pendiente de la recta (m):

$$m = \frac{\Delta E}{\Delta C} = \frac{0.656}{56} = 0.01171 \frac{\text{MeV}}{\text{Canal}}$$

Expresada en KeV/Canal:

$$m = \frac{\Delta E}{\Delta C} = 11.71 \frac{\text{KeV}}{\text{Canal}}$$

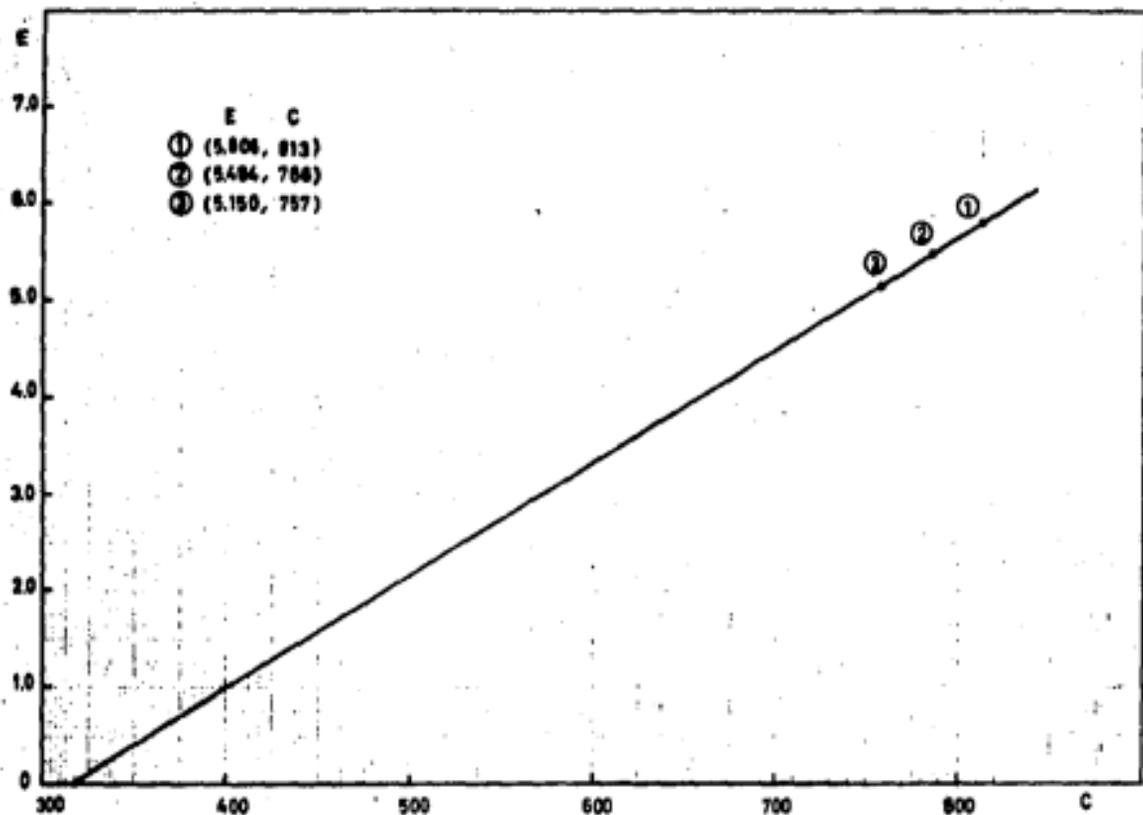


FIG. 6.3 LINEALIDAD DEL DETECTOR

La ecuación de la recta será:

$$E = 0.01171 C + b$$

b es la ordenada al origen y su valor se puede obtener sustituyendo valores en la ecuación para uno de los puntos.

Cuando $E = 5.806$, $C = 813$ y b:

$$b = 5.806 - 0.01171 (813) = -3.714$$

La ecuación de la recta será finalmente:

$$E = 0.01171 C - 3.714.$$

Cuando $E = 0$, $C = 317.16$ (Ver figura 6.3)

6.5 Determinación de la Resolución.

Como se ha mencionado anteriormente, una de las características más importantes del Detector, dentro de la espectrometría de radiación, es la Resolución en Energía.

Esta puede ser examinada observando la respuesta del dispositivo a una fuente monoenergética de energía. La función de respuesta del Detector toma la forma de una distribución Gaussiana mostrada en la figura 6.4. Esta curva representa la distribución posible alrededor de una altura promedio de pulsos.

El ancho de la curva refleja que existe una determinada

fluctuación entre los pulsos producidos aún cuando se haya depositado la misma energía en el Detector por cada evento.

Es evidente que mientras menor sea este ancho, la habilidad del Detector para resolver la energía incidente será mayor.

Son varias las fuentes de fluctuación en la respuesta del Detector que ocasionan una resolución imperfecta, como ya se ha apuntado. Sin embargo el ruido estadístico, proveniente de la naturaleza directa de la señal misma, es irreductible y estará siempre presente, aún dentro de un sistema perfecto. El ruido estadístico representa la fuente dominante de fluctuación en la señal y fija así un límite en el funcionamiento del Detector.

De acuerdo con la importancia de la resolución dentro del funcionamiento de un dispositivo empleado para la espectrometría de partículas cargadas, es posible considerar este parámetro para la evaluación del Detector construido.

La figura 6.4 ilustra el cálculo de la resolución correspondiente al Detector construido. Se conoce como ancho completo a la mitad del máximo (FWHM) al ancho que presenta la distribución justamente a la mitad de la altura del pico. La resolución de energía del Detector, convencionalmente se define como el cociente del FWHM entre la energía correspondiente al centroide del pico, y se expresa normalmente en porcentaje.

En base a esto, y utilizando los datos del espectro obtenido con el Detector para la fuente triple alfa calibrada (figura 6.2) la energía por canal será:

$$\frac{\Delta E}{\Delta C} = \frac{5.484 - 5.150}{786 - 757} = \frac{0.01151 \text{ MeV/canal}}{11.51 \text{ KeV/canal}}$$

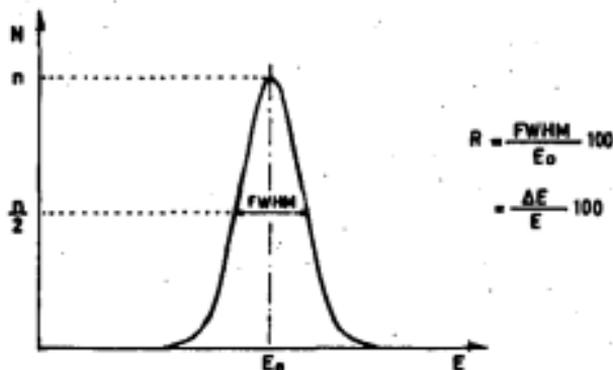


FIGURA 6.4 DETERMINACION DE LA RESOLUCION (R) DEL DETECTOR

Considerando el primer pico del espectro, al cual corresponde una energía de 5.150 MeV, se tiene un FWHM de nueve canales por lo que, la energía E correspondiente a este ancho será:

$$E = 11.51 \frac{\text{KeV}}{\text{canal}} \times 9 \text{ canales} = 103.59 \text{ KeV}$$

Y la resolución será:

$$R = \frac{103.59}{5150} \times 100 = 2\%$$

6.6 Evaluación del Detector.

De acuerdo con los resultados obtenidos en las pruebas de funcionamiento, realizadas al Detector objeto de este trabajo, se confirmó que éste se encuentra dentro de las especificaciones típicas de los Detectores comerciales de tipo Barrera Superficial.

Según Knoll ⁽¹⁹⁾, un buen valor de resolución en energía para los Detectores de Barrera Superficial usados en espectrometría alfa, se encuentra alrededor del uno por ciento.

Un Detector de buena calidad es capaz de distinguir entre dos radiaciones, cuyas energías se encuentren cercanas entre sí, definiendo perfectamente el pico correspondiente a cada una de ellas y sin presentar traslape entre las distribuciones Gaussianas de estos picos de energía.

Una regla generalmente utilizada, es que el Detector debe tener la característica de resolver dos energías que estén separadas por algo más que un valor del FWHM de las distribuciones Gaussianas de sus picos.

El espectro obtenido para una fuente calibrada, consistente de tres emisores alfa, Am 241/ Cm 244/ Pu 239, muestra que el Detector construido tiene la capacidad de distinguir claramente las tres energías correspondientes a los radionúclidos de la fuente, proporcionando tres distribuciones Gaussianas completas, sin presentar superposición entre ellas, no obstante la proximidad entre sus energías, 5.484, 5.806 y 5.155 MeV respectivamente.

Por otra parte, el valor obtenido para la resolución total del sistema de detección se encuentra dentro de los valores mencionados anteriormente como aceptables, en tanto que la

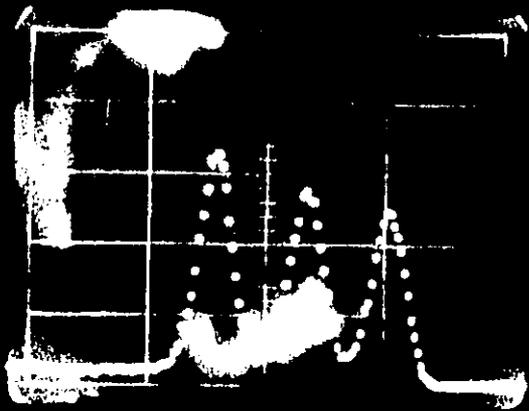
linealidad de la respuesta es satisfactoria, como puede observarse en la gráfica de la figura 6.3

6.6.1 Consideraciones Económicas.

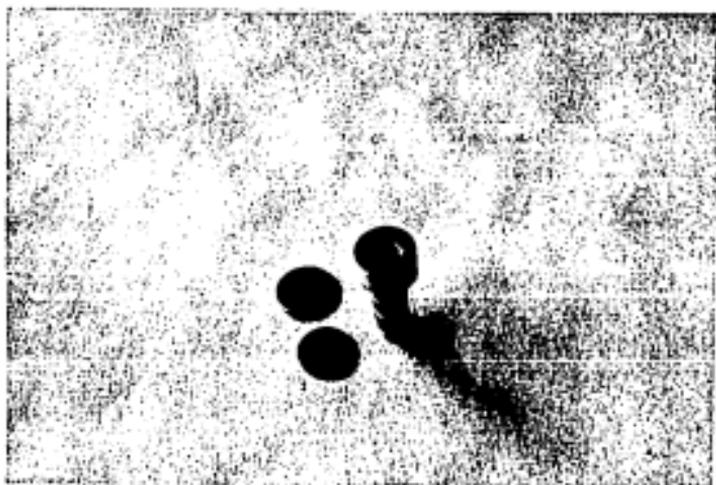
En el aspecto económico, el Detector construido tuvo un costo inferior a los 60 U.S. Dls., el cual está en función del precio de la pastilla de Silicio, los reactivos para su tratamiento, los metales de los electrodos, los materiales de montaje y encapsulado, y el cosector eléctrico, así como el tiempo de trabajo de los operarios en el proceso y en la maquinación de las partes, el cual no es mayor a dos días.

Un Detector equivalente al fabricado, cotizado por el representante de EG & G Ortec en México, tiene un precio de 495 U.S. Dls. L.A.B. Oak Ridge, Tennessee. Este precio se ve incrementado por permisos de importación y embarque. En base a estos datos queda demostrada la rentabilidad del Detector construido.

**ESTA TESIS NO DEBE
SALIR DE LA BIBLIOTECA**



ESPECTRO DE UNA FUENTE ALFA CALIBRADA



TAMAÑO COMPARATIVO DEL DETECTOR



DETECTOR MONTADO EN LA CAMARA DE VACIO

CONCLUSIONES

La factibilidad de integración de un sistema para el análisis de emisores alfa en muestras ambientales, diseñando y elaborando sus partes fundamentales, queda demostrada en los resultados de este trabajo.

Las partes del sistema desarrolladas fueron, el equipo de electrodeposición -constituido por una celda de electrodeposición y una fuente regulada de voltaje- y el detector de barrera superficial construido a partir de una pastilla de silicio de alta pureza. El equipo empleado adicionalmente es el electrónico necesario para la espectrometría alfa.

La técnica y el equipo de electrodeposición propuestos para la separación de radionúclidos emisores alfa de las muestras ambientales que los contienen, son de accesibilidad técnica y económica de acuerdo con la disponibilidad de materiales y partes en el mercado nacional y a la información existente sobre tratamientos químicos previos para los diferentes casos particulares.

Los resultados obtenidos en las pruebas al detector de muestras muestran la factibilidad de construir en el país detectores -semiconductores de barrera superficial, con la calidad suficiente para cumplir con las especificaciones requeridas para este tipo de dispositivos. Queda abierta la posibilidad de optimizar técnica de obtención y resultados, así como el adecuamiento a aplicaciones diferentes a la tratada aquí. Una comparación económica respecto a los detectores equivalentes disponibles comercialmente en el país, pone en ventaja en tal aspecto al dispositivo de detección construido, ya que el costo total de su fabricación representa poco más de la décima parte de su precio comercial.

R E F E R E N C I A S .

- (1) Holloway, M.G. y H.S. Livingston, PHYS. REV. 54, 18 (1938)
- (2) Atan P. Arya FUNDAMENTAL OF NUCLEAR PHYSICS. Allyn and Bacon, Inc. 1970
- (3) Price. NUCLEAR RADIATION DETECTION. Mc. Graw Hill.
- (4) ORTEC. Instructor Manual Surface Barrier Detectors.
- (5) Dearnaley and Northrop SEMICONDUCTOR COUNTERS FOR NUCLEAR RADIATIONS. E. & F.N. SPON LIMITED, 1963.
- (6) Gibson, W.M. and Miller G.L., BROOK HAVEN NATIONAL LIBRARY REPORT No. BNL 5391
- (7) ORTEC. EG & G. Lab Manual A. Semiconductor Detectors & Associated Electronics. Introduction to Theory & Basic Applications.
- (8) G. Andersson - Lindström and B. Zausig. SILICON SURFACE BARRIER DETECTORS; FABRICATION, TEST METHODS, PROPERTIES AND SOME APPLICATIONS. Nuclear Instruments and Methods 40 (1966) 277-290, North-Holland Publishing Co.
- (9) Armando Chávez B. DISEÑO Y CONSTRUCCION DE UN SISTEMA PORTATIL PARA DETECTAR RADON. Tesis profesional, U.N.A.M., Fac. de Ciencias. 1971.
- (10) Héctor Ocampo Mansilla. DETECTORES NUCLEARES DE SEMICONDUCTOR SENSIBLES A LA POSICION. Tesis profesional, U.N.A.M., Fac. de Ciencias. 1971.
- (11) Radiological and Environmental Sciences Laboratory, (RESL) Chemistry Branch. PROCEDURES MANUAL. U.S. dep. of Energy, 1982.
- (12) U.S. Department of Health, Education, and Welfare. Public Health Service. CHEMICAL ANALYSIS OF ENVIRONMENTAL RADIONUCLIDES. Sept. 1965.
- (13) U.S. Environmental Protection Agency. RADIOCHEMICAL ANALYTICAL PROCEDURES FOR ANALYSIS OF ENVIRONMENTAL SAMPLES, March, 1979.
- (14) Talvitie, N.A. "RADIOCHEMICAL DETERMINATION OF PLUTONIUM IN ENVIRONMENTAL AND BIOLOGICAL SAMPLES BY ION EXCHANGE". Anal. Chem. 43, 1827 - 1830 (1972).

- (15) Blum, W. y B. Hogaboom G. GALVANOTECNIA Y GALVANOPLASTIA, C.E.C.S.A., Mex. 1985.
- (16) D.C. Aumann & G. Mullen. PREPARATION OF TARGETS OF Ca, Ba, Fe, La, Pb, Ti, Bi, Th AND U BY ELECTRODEPOSITION FROM ORGANIC SOLUTIONS. Nuclear Instruments and Methods 115 (1974) 75-81; North Holland Publishing Co.
- (17) W.A. Sedlacek. PREPARATION OF THIN TARGETS ON THIN GRAPHITE BACKINGS BY MOLECULAR PLATING. Nuclear Instruments and Methods 99 (1972); North Holland Publishing Co.
- (18) Martínez Lugo Rafael, DISEÑO Y CONSTRUCCION DE UN SISTEMA DE ELECTRODEPOSITACION DE RADIONUCLIDOS EMISORES ALFA. (trabajo a publicarse en la revista de la Sociedad Química de México).
- (19) Knoll, Glenn F. RADIATION DETECTION AND MEASUREMENT. Wiley, 1979.

I N D I C E

| | PAG. |
|---|--------|
| RESUMEN | i |
| RECONOCIMIENTOS | ii |
| CONTENIDO | iii |
| INTRODUCCION | 1 |
| CAPITULO I INTERACCION DE PARTICULAS ALFA CON MATERIA . | 3 |
| 1.1 Introducci3n | 3 |
| 1.2 Interacci3n de particulas alfa con ma- teria | 3 |
| 1.3 Alcance | 4 |
| 1.4 Variaci3n en el alcance (Stragglng). . | 6 |
| 1.5 Alcance determinado a partir de la ionizaci3n | 7 |
| 1.6 Poder de frenamiento. | 9 |
| 1.7 Relaci3n alcance-energía. | 12 |
| 1.8 Curvas de alcance vs. energía para par- ticulas alfa en silicio | 13 |
| CAPITULO II CARACTERISTICAS GENERALES DE LOS DETECTORES DE SEMICONDUCCION. | 15 |
| 2.1 Introducci3n. | 15 |
| 2.2 Propiedades físicas de los detectores semiconductores | 15 |
| 2.3 Teoría de bandas y teoría de transpor- te de cargas | 17 |
| 2.4 Producci3n electr3n-hoyo en semicon- ductores | 21 |
| 2.5 Colecci3n de carga | 21 |
| 2.6 Pulso de seál. | 26 |

| | | |
|--------------|--|----|
| CAPITULO V | DISEÑO DE UN SISTEMA DE ELECTRODEPOSITACION | 51 |
| 5.1 | Introducción | 51 |
| 5.2 | Preparación de muestras ambientales | 51 |
| 5.2.1 | Procedimiento para la preparación de muestras de suelos. | 52 |
| 5.3 | Separación de isótopos por intercambio iónico | 54 |
| 5.3.1 | Preparación de la columna de intercambio iónico | 55 |
| 5.3.2 | Procedimiento para la separación de plutonio. | 55 |
| 5.4 | Mecanismo de la depositación por corriente eléctrica | 56 |
| 5.5 | Técnica de electrodepositación. | 59 |
| 5.5.1 | Celda de electrodepositación. | 62 |
| 5.5.2 | Fuente regulada de voltaje. | 65 |
| CAPITULO VI | ELECTRONICA ASOCIADA Y PRUEBAS EXPERIMENTALES DEL DETECTOR | 68 |
| 6.1 | Introducción | 68 |
| 6.2 | Sistema electrónico | 68 |
| 6.3 | Espectro de una fuente alfa calibrada | 69 |
| 6.4 | Determinación de la Linealidad. | 69 |
| 6.5 | Determinación de la Resolución. | 73 |
| 6.6 | Evaluación de resultados | 76 |
| 6.6.1 | Consideraciones económicas. | 77 |
| CONCLUSIONES | | 80 |
| REFERENCIAS | | 81 |
| INDICE | | 83 |

| | | |
|--------------|--|----|
| CAPITULO III | EL DETECTOR DE SILICIO DE BARRERA SUPERFICIAL Y SUS CARACTERISTICAS FUNCIONALES . | 31 |
| 3.1 | Introducción | 31 |
| 3.2 | Detector de silicio de barrera superficial | 31 |
| 3.3 | Características principales del dispositivo y su efecto en el funcionamiento del mismo | 36 |
| | a) Area | 36 |
| | b) Espesor sensible | 37 |
| | c) Capacitancia de señal pequeña | 37 |
| | d) Intensidad del campo eléctrico | 38 |
| | e) Voltaje de rompimiento | 38 |
| | f) Corriente de fuga | 38 |
| | g) Ruido del detector | 38 |
| | h) Espesor de la capa muerta | 39 |
| | i) Tiempo de formación de pulso | 39 |
| | j) Depleción total y uniformidad del espesor | 39 |
| | k) Orientación cristalina | 40 |
| | l) Daño por radiación | 40 |
| | m) Resolución | 40 |
| CAPITULO IV | FABRICACION DEL DETECTOR DE BARRERA SUPERFICIAL | 42 |
| 4.1 | Introducción | 42 |
| 4.2 | Método de preparación de la pastilla de silicio | 42 |
| 4.3 | Montaje de la pastilla de silicio (anillo cerámico) | 44 |
| 4.4 | Formación de electrodos | 45 |
| 4.5 | Encapsulado | 45 |