



Universidad Popular Autónoma del Estado de Puebla

Centro Interdisciplinario de Posgrados,
Investigación y Consultoría

Doctorado en Ingeniería Mecatrónica

MICRODOSÍMETRO DE RADIACIÓN IONIZANTE

Tesis que para obtener el Grado de
Doctor en Ingeniería Mecatrónica
presenta

CARLOS GARCÍA MENESES

Asesor: Dra. Rubí Salazar Amador
Coasesor: Mtro. Fidel Pacheco García

Puebla, México.

Julio de 2010



UPAEP – Secretaría General

Dirección General de Apoyos Académicos

Dirección del Centro de Recursos para el Aprendizaje y la Investigación.

Biblioteca Central - **Karol Wojtyla**

Tesis Digitales Restricciones de uso:

DERECHOS RESERVADOS ©

PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

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

El uso de textos, imágenes, gráficas, 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 de donde la obtuvo mencionando el autor o autores involucrados en el documento.

Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.



Fecha: 24 de Junio de 2010.

Centro Interdisciplinario de Posgrados
UPAEP

Por este medio doy constancia de haber leído y estar de acuerdo con el contenido de la presente Tesis de Doctorado del Mtro. Carlos García Meneses, con matrícula 21200002, para obtener el grado de Doctor en Ingeniería Mecatrónica, titulada "Microdosímetro de radiación ionizante".

A handwritten signature in black ink, appearing to read "Rubí Salazar", is positioned above a horizontal line.

Asesor
Dra. Rubí Salazar Amador
UPAEP

A handwritten signature in black ink, appearing to read "Fidel Pacheco", is positioned above a horizontal line.

Coasesor
Mtro. Fidel Pacheco García
UPAEP

CONTENIDO

	Pág.
LISTA DE TABLAS	v
LISTA DE FIGURAS	vii
Capítulo 1 INTRODUCCIÓN	
1.1 Previo	1
1.2 Establecimiento de la oportunidad	1
1.3 Justificación	2
1.4 Objetivo	4
1.5 Metodología	4
1.6 Alcance	5
1.7 Pregunta de investigación	5
1.8 Impacto esperado	6
1.9 Organización del trabajo	6
Bibliografía	8
Capítulo 2 ANTECEDENTES	
2.1 Previo	10
2.2 Radiación ionizante	10
2.3 Principales materiales de detección	16

2.4 Termoluminiscencia	18
2.5 Descripción del fenómeno termoluminiscente	19
2.5.1 Modelos termoluminiscentes	21
2.5.1.1 Modelo de Randall-Wilkins	21
2.5.1.2 Modelo de Garlick-Gibson	22
2.5.2 Estado actual de la termoluminiscencia	23
2.6 Nanotecnología	26
2.6.1 Materiales nanoestructurados	27
2.6.2 Nanopartículas de TiO_2 y CoTiO_3	28
2.7 Sistemas Microelectromecánicos	31
2.7.1 Técnicas de fabricación	32
2.7.2 Micromecanizado en superficie	33
2.7.3 Micromecanizado en volumen	34
2.7.3.1 Grabado húmedo	35
2.7.3.1.1 Grabado de silicio	36
2.7.3.1.2 Grabado de silicatos SiO_2 y Si_3N_4	37
2.7.3.1.3 Grabado de metales	37
2.7.3.2 Grabado seco	38
2.7.4 Técnicas litográficas	38
2.7.5 Técnicas de ensamblado de obleas	39
Bibliografía	41

Capítulo 3	PROPIEDADES DEL NANOMATERIAL	
3.1	Previo	48
3.2	Preparación del nanomaterial de CoTiO_3	48
3.3	Análisis del destello termoluminiscente	54
3.4	Conclusiones del capítulo	67
	Bibliografía	69
Capítulo 4	DISEÑO DEL MICRODOSÍMETRO	
4.1	Previo	70
4.2	Diseño del microdosímetro	71
4.3	Parámetros de diseño del microcalefactor	72
4.4	Fundamentos teóricos del microcalefactor	75
4.5	Geometría del microcalefactor	77
4.6	Materiales para el microcalefactor	79
4.7	Distribución de temperatura del microcalefactor	80
4.8	Simulaciones térmica y estructural	83
4.9	Microestructura membrana–microcalefactor	93
4.10	Microestructura cavidad-membrana	94
4.11	Análisis de transferencia de calor del contenedor	94
4.12	Conclusiones del capítulo	96
	Bibliografía	97

Capítulo 5	Proceso de fabricación del microdosímetro	
5.1	Previo	99
5.2	Procesos de fabricación	99
5.3	Proceso de fabricación de la cavidad	101
5.4	Proceso de fabricación de membrana y microcalefactor	103
5.5	Proceso de fabricación del contenedor	114
5.6	Celda básica	119
5.7	Microdosímetro	120
	Bibliografía	124
 Capítulo 6	 Conclusiones	
6.1	Previo	125
6.2	Conclusiones	126
6.3	Propuestas de extensión de la tesis	127

LISTA DE TABLAS

		Pág.
Tabla 2.1	Características de las radiaciones nucleares	11
Tabla 2.2	Fortalezas y debilidades de los principales materiales en detección nuclear	18
Tabla 2.3	Técnicas de litografía	39
Tabla 3.1	Tratamiento térmico a muestras	51
Tabla 3.2	Valor experimental de constantes para el cálculo de los parámetros cinéticos del pico I	57
Tabla 3.3	Parámetros cinéticos del pico I	58
Tabla 3.4	Valor experimental de constantes para el cálculo de los parámetros cinéticos del pico II	59
Tabla 3.5	Parámetros cinéticos del pico II	60
Tabla 3.6	Resultados de los parámetros cinéticos de la muestra 0.08B	63
Tabla 3.7	Resultados de los parámetros cinéticos de la muestra 0.08D	64
Tabla 3.8	Resultados de los parámetros cinéticos de la muestra 0.06B	67
Tabla 3.9	Resultados de los parámetros cinéticos de la muestra 0.06D	67
Tabla 4.1	Propiedades del polisilicio LPCVD	80
Tabla 4.2	Resultados de simulación térmica	86
Tabla 5.1	Etapas del proceso de fabricación de la cavidad	101
Tabla 5.2	Etapas del proceso de fabricación de membrana y	105

microcalentador

Tabla 5.3	Etapas del proceso de fabricación del contenedor	115
-----------	--	-----

LISTA DE FIGURAS

	Pág.
Figura 2.1 Principales materiales utilizados en la detección nuclear	17
Figura 3.1 Estado inicial de las muestras	50
Figura 3.2 Muestras antes y después del tratamiento térmico	50
Figura 3.3 Imágenes HRTEM del nanomaterial	51
Figura 3.4 Difracción de rayos X de muestras de TiO ₂ dopado con Cobalto a diferentes concentraciones	52
Figura 3.5 Destellos termoluminiscentes de las muestras del nanomaterial con diferente concentración de cobalto	53
Figura 3.6 Curva de destello TL de la muestra 0.08A	57
Figura 3.7 3.7 Curvas de los destellos TL experimental y teórico del pico I	59
Figura 3.8 Curva del destello TL del pico II	60
Figura 3.9 Curvas de los destellos TL experimental y teórico del pico II	61
Figura 3.10 Curva del destello TL experimental y sus componentes teóricos	62
Figura 3.11 Curvas del destello TL de la muestra 0.08A, experimental y teórico	62
Figura 3.12 Deconvolución del destello TL de la muestra 0.08B. a) Componentes, b) Picos experimental y teórico	63
Figura 3.13 Deconvolución del destello TL de la muestra 0.08D. a) Componentes, b) Picos experimental y teórico	64
Figura 3.14 Deconvolución del destello TL de la muestra 0.06. a) Componentes muestra 0.06B, b) Picos experimental y	66

	teórico muestra 0.06B. c) Componentes muestra 0.06D, d) Picos experimental y teórico muestra 0.06D	
Figura 4.1	Diagrama conceptual del micro dosímetro	72
Figura 4.2	Diagrama esquemático de la celda básica	73
Figura 4.3	Contendor, vista isométrica	74
Figura 4.4	Geometrías de micro calefactores. a) forma tradicional, b) plana con orificio central, c) doble espiral, d) forma de S, e) forma de abanico, f) forma de combo	78
Figura 4.5	Geometría del microcalefactor	79
Figura 4.6	Distribución de temperatura sobre la superficie del microcalefactor	84
Figura 4.7	Flujo de calor en la dirección z	85
Figura 4.8	Razón de flujo de calor	85
Figura 4.9	Vector de flujo de calor	86
Figura 4.10	Flujo de calor en la dirección x	87
Figura 4.11	Flujo de calor en la dirección y	87
Figura 4.12	Desplazamiento nodal	88
Figura 4.13	Desplazamiento nodal eje x	89
Figura 4.14	Desplazamiento nodal eje y	89
Figura 4.15	Desplazamiento eje z	90
Figura 4.16	Nodos con máximo desplazamiento por eje	90
Figura 4.17	Esfuerzo Von Mises	91
Figura 4.18	Esfuerzo máximo principal	92

Figura 4.19	Distribución de temperatura en la estructura membrana–microcalefactor	94
Figura 4.20	Distribución de temperatura en la cavidad-membrana	95
Figura 4.21	Distribución de temperatura en el microdosímetro	95
Figura 5.1	Dibujo de membrana y microcalefactor	104
Figura 5.2	Celda básica del microdosímetro	119
Figura 5.3	Unión de obleas para formar la membrana y microcalentador. a) Oblea con membrana y microcalentador. b) Oblea con cavidad. c) Obleas a unir. d) Obleas unidas y pulidas	121
Figura 5.4	Estructura base del microdosímetro	122
Figura 5.5	Estructura de contenedores	122
Figura 5.6	Estructura MEMS del microdosímetro	123

CAPÍTULO 1

INTRODUCCIÓN

1.1 Previo

En este trabajo se presenta el diseño y simulación de un microdosímetro de radiación ionizante. Se utiliza un nanomaterial como sensor de radiación y el proceso de fabricación se desarrolla con tecnología MEMS.

El funcionamiento del microdosímetro se sustenta en las propiedades termoluminiscentes del material nanoestructurado. Se emplea un microcalefactor para estimular las propiedades termoluminiscentes del nanomaterial.

1.2 Establecimiento de la oportunidad

La dosimetría termoluminiscente emplea diferentes materiales: óxidos cristalinos sólidos, halógenos alcalinos y materiales orgánicos como poliestireno dopado. Pero el desarrollo reciente de la nanociencia está abriendo nuevas áreas de oportunidad a la aplicación de nanomateriales. En este contexto, los materiales nanoestructurados son una nueva opción para la dosimetría termoluminiscente.

Las investigaciones del tema han reportado las propiedades termoluminiscentes de nanopartículas de ZnS [1.1], silicio dopados con impurezas metálicas (Fe y Cu) [1.2], el comportamiento dosimétrico del fósforo ZnO nanoestructurado dopado con Yb [1.3], las nuevas propiedades termoluminiscentes y dosimétricas del bismuto dopado con nanocristales de CaS [1.4]. En el mismo sentido, se han reportado las propiedades termoluminiscentes de materiales nanoestructurados como: $Y_3Al_5O_{12}$ (YAG) [1.5], ZnO [1.6], ZrO [1.7] y, $CaSO_4:Dy$ [1.8].

De igual forma, en las últimas décadas se ha incrementado el campo de aplicación de los sistemas microelectromecánicos, (MEMS por sus siglas en inglés). Se desarrollan en una gran variedad de sectores industriales y de la medicina con un mercado potencial en billones de dólares. Los MEMS son dispositivos de gran interés económico. Tiene grandes ventajas: bajo costo para altos volúmenes de producción, tamaño, peso y consumo de energía reducidos, alta funcionalidad, gran resolución y robustez, además pueden ser biocompatibles.

1.3 Justificación

Los avances de la tecnología en las áreas de energía nuclear han motivado el debate a cerca de las ventajas y limitaciones de los actuales dispositivos de detección nuclear. Anthony Peurrung argumenta, “Hasta ahora hemos abordado el problema con un enfoque Edisonian¹, es el

¹ El enfoque Edisonian a la innovación se caracteriza por el descubrimiento de prueba y error, en lugar de un enfoque sistemático teórico.

momento de hacer un cambio drástico en la forma de buscar soluciones para la detección de la radiación” [1.9].

Las recientes tecnologías nucleares y sus aplicaciones en sistemas de seguridad y defensa, requieren de nuevas especificaciones para los materiales a ser utilizados como sensores de radiación. Los especialistas en energía nuclear enfatizan los nuevos criterios para la detección nuclear, ésta debe ser rápida y eficaz, permitiendo la ubicación y caracterización de materiales peligrosos.

Las investigaciones en detección nuclear se han enfocado a incrementar el desarrollo de nuevos materiales. Los objetivos de estas investigaciones se centran en: 1) ampliar el conocimiento referente al funcionamiento de los materiales, 2) crear nuevas metodologías para la manufactura de nuevos materiales y, 3) desarrollar técnicas eficaces para la caracterización de los mismos [1.9].

Para satisfacer los actuales desafíos técnicos de la detección radiactiva, los nuevos materiales deben ser más sensibles, más selectivos y de fácil despliegue. El material ideal para la detección en aplicaciones nucleares debe permitir el desarrollo de detectores capaces de convertir, de manera eficiente, el cuanto de energía de la radiación incidente en una señal eléctrica u óptica. La señal generada debe reflejar exactamente la información sobre la radiación incidente [1.9].

El trabajo de esta tesis se relaciona con el desarrollo y aplicación de materiales nanoestructurados y tecnología MEMS para la detección de radiación ionizante.

1.4 Objetivo

Diseñar un microdosímetro de radiación ionizante aplicando tecnología MEMS. Utilizando como sensor un nanomaterial formado por nanopartículas de titanato de cobalto.

El objetivo principal se particulariza en:

- Caracterizar las propiedades termoluminiscentes del material nanoestructurado, para su potencial aplicación como microsensor de radiación ionizante.
- Simular en herramientas computacionales el funcionamiento de la estructura MEMS.
- Desarrollar la propuesta metodológica para la fabricación del microdosímetro.

1.5 Metodología

Lui Chang propone una metodología para el desarrollo de nuevos dispositivos MEMS [1.10]. Las etapas de esta metodología son: conceptualización, revisión de aplicaciones potenciales y tecnológicas, pruebas de concepto, diseño y optimización, fabricación y pruebas.

En base a la propuesta de Liu, se define la propia para alcanzar los objetivos planteados. La metodología consta de cinco etapas:

1. Conceptualización del microdosímetro.
2. Revisión de técnicas y herramientas para su desarrollo.
3. Caracterización del material nanoestructurado.
4. Diseño y simulación de la estructura MEMS del microdosímetro.

5. Proceso de fabricación del microdosímetro.

Para lograr las etapas de la metodología propuesta se emplean varias teorías del conocimiento. La síntesis del nanomaterial se realiza mediante el proceso sol-gel y su caracterización estructural mediante difracción de rayos X. Para explicar el fenómeno termoluminiscente se hace en base a la teoría de bandas, modelo de Randall-Wilkins y la ecuación de orden cinético general. Se aplica el proceso de análisis de tres puntos para obtener los parámetros cinéticos de las trampas y la deconvolución de los destellos termoluminiscentes. Se recurre a herramientas computacionales de CAD y análisis multifísico para realizar las simulaciones térmicas y estructurales en el software INVENTOR y ALGOR. El proceso de fabricación se hace considerando técnicas de microelectrónica aplicadas a MEMS.

1.6 Alcance

Los resultados esperados son el diseño del microdosímetro con tecnología MEMS y, las simulaciones del microsistema térmico para estimular las propiedades termoluminiscentes del nanomaterial.

Como microsensor de radiación se utilizará el compuesto nanoestructurado formado por una matriz de anatasa y nanocristales de titanato de cobalto, desarrollado por Pacheco, F. y col. [1.11].

1.7 Pregunta de investigación

Las interrogantes planteadas para realizar la presente investigación son:

- ¿Cómo utilizar las propiedades termoluminiscentes de un nanomaterial formado por nanopartículas de titanato de cobalto para sensor radiación ionizante?
- ¿Cómo diseñar un microdosímetro de radiación ionizante utilizando tecnología MEMS?

1.8 Impacto esperado

El impacto de las tecnologías actuales, relacionadas con el dominio de la materia, se refleja en una nueva concepción del futuro tecnológico. La obtención de nanomateriales, desarrollados por medio de la nanotecnología, abre nuevas áreas de oportunidad para la innovación de productos, y así satisfacer las exigencias de optimización de procesos de manufactura, medicina y seguridad.

El trabajo desarrollado está relacionado con los procesos de detección de la radiación por medio de la termoluminiscencia.

El principal impacto esperado es el uso de la tecnología MEMS y la aplicación de un nanomaterial como sensor de radiación para diseñar un microdosímetro de dimensiones diminutas y ligero.

1.9 Organización del trabajo

A continuación se exponen, en forma resumida, el contenido de los capítulos de esta tesis.

Capítulo 1, se transcribe una resumida aclaración sobre el tema de estudio, el objetivo, los alcances y la metodología empleada en el desarrollo de la investigación. Capítulo 2, se presentan los fundamentos teóricos y el

estado del arte de los temas científicos y tecnológicos relacionados con esta investigación. Capítulo 3, se aborda el proceso de síntesis del nanomaterial, así como el análisis de sus propiedades termoluminiscentes. Capítulo 4, se documenta el diseño del microdosímetro y los resultados de las simulaciones térmicas y estructurales. Capítulo 5, se esboza el proceso de fabricación del microdosímetro con tecnología MEMS. Capítulo 6, se presentan las conclusiones y perspectivas del trabajo desarrollado.

Bibliografía

- [1.1] Chen W, Wang Z, Lin Z and Lin L. *Appl. Phys. Lett.* 70 1465. 1997
- [1.2] Mendoza Anaya, D. Ángeles, C. Salas, P. Rodríguez, R. and Castaño, V. M. *Nanoparticle-enhanced thermoluminescence in silica gels*. Online at stacks.iop.org/Nano/14/L19.
- [1.3] Pal, U. Meléndez, R. Chernov, V. and Barboza Flores, M. *Thermoluminescence Properties of ZnO and ZnO:Yb Nanophosphors*. *Applied Physics Letters* 89, 183118. 2006.
- [1.4] McKeever, S. W. S. *Thermoluminescence of Solids*. Cambridge University Press. 1985.
- [1.5] Rodríguez, R. De la Rosa, A. E. Meléndez, R. Salas, P. Castañeda, J. Félix, M. V. and Barbosa-Flores, M. *Opt. Mater.* Amsterdam, Neth. 27, 1240. 2005.
- [1.6] Cruz Vazquez, C. Bernal, R. BurrueI Ibarra, S. E. and Grijalva Monteverde, H. *Opt. Mater.* Amsterdam, Neth. 27, 1235. 2005.
- [1.7] Rivera, T. Olvera, L. Azorin, J. Sosa, R. Barrera, M. Soto, A. M. and Furetta, C. *Radiat. Eff. Defects Solid.* 161, 91. 2006.
- [1.8] Salah, N. Sahare, P. H. Lochab, S. P. and Kumar, P. *Nucl. Tracks Radiat. Meas.* 41, 40. 2006.
- [1.9] Peurrung, Anthony. *Materials science for nuclear detection*. *Materials Today*, Volume 11, Number 3. March 2008.
- [1.10] Liu, Chang, *Foundations of MEMS*, New Jersey: Pearson Prentice Hall. 2006.

- [1.11] Pacheco, F. González, M. Medina, A. Velumani, S. Ascencio, J. A. *Structural analysis of cobalt titanate nanoparticles obtained by sol-gel process*. Appl. Phys. A 78, 531-536. 2004.

CAPÍTULO 2

ANTECEDENTES

2.1 Previo

Con el propósito de fundamentar y documentar la investigación a desarrollar, en este capítulo se presenta una breve revisión de los conceptos teóricos relacionados con el tema de la tesis. Los temas a tratar son: radiación ionizante, dosimetría, termoluminiscencia, nanomateriales y sistemas microelectromecánicos (MEMS). De la misma manera, con el fin de compararla con la tendencia científica actual, se presenta el estado del arte de los mencionados temas, haciendo énfasis en los materiales nanoestructurados aplicados en la dosimetría termoluminiscente y MEMS.

2.2 Radiación ionizante

El proceso de emisión de radiaciones se denomina decaimiento radiactivo o desintegración radiactiva. Este proceso sucede de manera espontánea en cada núcleo y no se puede impedir mediante ningún factor externo.

El decaimiento radiactivo es diferente en cada núcleo, pero este fenómeno sólo se presenta en unas cuantas formas. En la Tabla 2.1 se listan los tipos de radiación más comunes.

Tabla 2.1 Características de las radiaciones nucleares [2.1].

Tipo	Origen	Proceso	Carga	Masa [MeV]	Espectro (energía)
Partículas α	Núcleo	Decaimiento nuclear o reacción	+2	3727.33	Discreta [MeV]
Rayos β^- (negatrones)	Núcleo	Decaimiento nuclear	-1	0.511	Continuo [keV-MeV]
Rayos β^+ (positrones)	Núcleo	Decaimiento nuclear	+1	0.511	Continuo [keV-MeV]
Rayos γ	Núcleo	Desexcitación nuclear	0	0	Discreto [keV-MeV]
Rayos X	Electrones orbitales	Desexcitación atómica	0	0	Discreto [eV-keV]
Conversión interna de electrones	Electrones orbitales	Desexcitación nuclear	-1	0.511	Discreto [keV alta]
Electrones Auger	Electrones orbitales	Desexcitación atómica	-1	0.511	Discreto [eV-keV]
Neutrones	Núcleo	Reacción nuclear	0	939.57	Continuo o discreto [keV-MeV]
Fisión	Núcleo	Fisión	Aprox. 20	80-160	Continuo (bimodal) 30-150 MeV

La radiación es una manifestación de energía en movimiento. Cuando interacciona con los átomos de un medio, provoca la excitación de sus electrones. En algunos casos, si la excitación es muy intensa, puede ocurrir la expulsión de electrones dejando vacancias o huecos en el átomo. A este proceso se le conoce como ionización y la radiación causante se denomina radiación ionizante [2.2].

Los efectos de la ionización de la materia son diferentes para cada tipo de radiación y su energía. La energía necesaria para producir ionización

de un elemento depende de su número atómico. En los elementos ligeros es del orden de decenas de eV.

Para explicar la ionización, la radiación se clasifica en cuatro grupos en función de su interacción con la materia: a) partículas pesadas, se incluyen partículas alfa, protones e iones pesados energéticos; b) partículas ligeras cargadas, se incluyen electrones, betas y positrones; c) radiaciones electromagnéticas, se incluyen rayos X y gamma y, d) neutrones. A continuación se describen los procesos mencionados.

a) Partículas pesadas. Las partículas alfa e iones pesados tienen carga positiva y masa grande. Este tipo de partículas producen ionización, en los átomos de la materia, por la interacción eléctrica ejercida sobre los electrones cercanos a su trayectoria de desplazamiento. En cada ionización producida las partículas pierden una fracción de su energía, frenándose gradualmente hasta llegar al reposo. Cuando su velocidad se ha reducido considerablemente, atrapan electrones del material formando átomos de helio dentro del material.

El alcance de penetración de este tipo de radiación, en cualquier material, es mucho menor comparada con otras radiaciones. Su corto alcance se debe a las colisiones mecánicas entre las partículas alfa y los núcleos de los átomos de la materia, estas colisiones reducen su energía cinética y cambian la dirección de su trayectoria. Su alcance de penetración depende de la cantidad de energía. En sólidos es típicamente de unas micras.

b) Partículas ligeras cargadas. Este tipo de partículas tienen carga eléctrica y su masa es igual a la de los electrones atómicos. Producen ionización de la materia por un proceso similar al de las partículas alfa. En su recorrido por la materia interactúan con los electrones y núcleos, produciendo ionización y excitación de los átomos del material.

Su alcance de penetración es mediano y sus trayectorias son aleatorias, debido a los choques entre partículas de la misma masa. Cuando este tipo de electrones pierden toda su energía se detienen y, se constituyen en cargas eléctricas extra dentro del material, confundándose con los demás electrones. El alcance de electrones, con energía del orden de Mev, en sólidos es de unos milímetros y, en el aire es de decenas de centímetros.

El proceso de frenado de los electrones energéticos, en el interior del material, se describe por las interacciones electrostáticas con los núcleos. Cuando el electrón se aproxima al núcleo es desviado bruscamente. Este desvío provoca la emisión de un fotón de rayos X, esta emisión se denomina radiación de frenado o “bremsstrahlung” y, es un mecanismo considerable de pérdida de energía de la radiación beta.

c) Radiaciones electromagnéticas. La radiación no sólo se manifiesta por medio de partículas en movimiento, sino también mediante ondas, como ocurre en el caso de los rayos X y la radiación gamma, ambas son radiaciones electromagnéticas de diferente procedencia y energía. Este tipo de radiación se caracteriza por no tener carga. La ausencia de carga evita las fuerzas electrostáticas del núcleo y en consecuencia no son frenados por ionización. En esta interacción, radiación-materia, los fotones transfieren

energía a los electrones de los átomos del material y desaparecen. Los electrones residentes afectados por la radiación, denominados electrones energéticos secundarios, se comportan como radiaciones beta y son frenados por la ionización generada en el mismo material.

Existen tres procesos de frenado para los fotones de rayos X y gamma: efecto fotoeléctrico, efecto Compton y producción de pares. Cada uno de estos efectos predomina a diferentes energías de los fotones. El efecto fotoeléctrico predomina a bajas energías (rayos X). El efecto Compton es característico de energías medianas, alrededor de 1 MeV y la producción de pares predomina a energías mayores a 1.02 MeV.

El efecto fotoeléctrico es producto del encuentro de un fotón de la radiación y un electrón del material, se produce la transferencia de energía al electrón y el fotón desaparece. El electrón secundario adquiere toda la energía del fotón en forma de energía cinética y, es suficiente para desligarlo de su átomo. Si el electrón tiene la energía suficiente puede abandonar el material como una radiación, en caso contrario es frenado por ionización y excitación del material.

El efecto Compton describe la colisión de un fotón y un electrón en un intercambio de energía fraccionada. El electrón absorbe sólo parte de la energía del fotón y, el resto la adquiere otro fotón de menor energía y se desplaza con diferente trayectoria a la del fotón original.

En el proceso de producción de pares se requiere una energía mayor a 1.02 MeV, el fotón incidente se transforma en un par electrón-positrón. El excedente de energía a 1.02 MeV se la reparten el electrón y el positrón en

forma de energía cinética, desplazándose en trayectorias opuestas y perpendiculares a la trayectoria del fotón original. En sus recorridos ionizan al material y a la vez son frenados. El positrón al final de su recorrido forma un positronio y luego desaparece, produciendo dos fotones de aniquilación de 0.51 MeV cada uno.

d) Neutrones. La masa de estas partículas es aproximadamente igual a la de los protones, además no tiene carga eléctrica. Debido a estas dos características no interactúan con los electrones del material, en consecuencia no ionizan directamente a los materiales. Los neutrones de la radiación sólo chocan directamente con los núcleos de los átomos residentes. Como esto es poco probable, los electrones pueden recorrer distancias de algunos centímetros sin sufrir ninguna colisión. Cuando se produce una colisión con un núcleo, ocurren dos procesos: la dispersión elástica y la reacción nuclear (dispersión inelástica, captura radiactiva y la fisión nuclear).

Los daños causados en el material por los neutrones se deben a varios efectos. En una dispersión elástica, el átomo golpeado es desplazado de su lugar original, convirtiéndose en un ión pesado con energía, la energía la va perdiendo por ionización y excitación al atravesar el material. Además, en su recorrido produce otros desplazamientos atómicos. En el caso de una captura radiactiva, el núcleo golpeado emite un rayo gamma e interactúa con el material de la forma descrita en el inciso c).

Existen otras reacciones nucleares causantes de radiaciones energéticas y originan diversos efectos, no se describen tales efectos por estar fuera del alcance de esta tesis.

2.3 Principales materiales de detección

Frecuentemente, los instrumentos de detección nuclear funcionan como espectrómetros de rayos- γ , en cuyo caso la relación entre la señal de salida y la energía incidente es crítica. En otros casos, como el desarrollo de radiación de imágenes, sistemas activos de interrogatorio o sistemas de detección de neutrones, la información crítica también puede incluir la ubicación, tiempo o mecanismos para la interacción de la radiación.

Se han investigado un gran número de materiales para la detección de la radiación pero sólo cinco materiales han tenido un impacto significativo en la detección en aplicaciones nucleares: centellador plástico, centellador de yoduro de sodio, semiconductor de germanio de alta pureza, semiconductor telurio de cadmio de zinc y centellador de bromuro/cloruro de lantano [2.3], ver Figura 2.1. A pesar de sus aplicaciones todos ellos tienen limitaciones tales como: diferentes características dependientes de los procesos de manufactura, pobre discriminación de radionúcleos y pobre sensibilidad, ver Tabla 2.2.

Sólo los materiales cristalinos usados en los detectores semiconductores o de centelleo, proporcionan alta sensibilidad y mejor resolución. Sin embargo, puede tardar una década o más para desarrollar

cristales simples de alta calidad con el tamaño suficiente para ser empleados como sensores de radiación, debido a la falta de instalaciones suficientes para producir cristales [2.4].



Figura 2.1 Principales materiales utilizados en la detección nuclear.

"Cortesía: Pacific Northwest National Laboratory"

El conocimiento desarrollado de cómo funcionan los materiales es considerable, pero aún se desconoce bastante acerca de la forma fundamental del funcionamiento de los materiales en la detección de la radiación [2.3]. Algunas áreas, como la física general de los centelladores o el transporte de cargas en semiconductores, han sido objeto de investigaciones. Sin embargo, por el momento, no es siempre posible

especificar como va a funcionar determinado material antes de realizar mediciones experimentales.

Tabla 2.2. Fortalezas y debilidades de los principales materiales en detección nuclear [2.3].

Material	Origen	Fortalezas	Debilidades
Plástico	(1947) Desarrollado para el centellador orgánico original.	Bajo costo, puede ser fabricado en grande o formas de uso rugosa.	Mínima información de energía, poder de detención mínimo.
NaI:TI	(1948) Cristal conocido y fácilmente sintetizado.	Cristales grandes, poder de detención bueno.	Limitado térmicamente resolución de energía limitada (-7% a 662 keV).
HPGe	(1962) Sucesor de detectores de diodo de Si.	Resolución de energía excelente (<0.25% a 662 keV).	Operación inferior a 100 K, caro, poder de detención bajo.
CZT	(1992) Creado para subsanar las debilidades del CdTI.	Funcionamiento a temperatura ambiente.	Tamaño limitado, señal electrónica compleja.
LaBr ₃	(1999) Descubierta en pruebas sistemáticas en los nuevo centelladores.	Resolución de centelleo bueno (-3% a 662 keV)	Suave radioactividad lantano.

2.4 Termoluminiscencia

Existen diversas formas de construir un dosímetro, se utilizan diferentes propiedades de los materiales para detectar radiación. Una técnica, de las más empleadas, se fundamenta en las propiedades termoluminiscentes de algunos sólidos. La dosimetría termoluminiscente ha alcanzado un gran desarrollo y un alto grado de aceptación entre la comunidad científica internacional desde los trabajos pioneros de Daniels y col. en 1953 [2.5].

La termoluminiscencia (TL), consiste en la emisión de luz por ciertos materiales al ser calentados, por debajo de su temperatura de incandescencia, habiendo sido previamente expuesto a radiación ionizante

(Azorín 1990). La justificación para utilizar este fenómeno en la medición de la cantidad de radiación es el comportamiento relacionado con la cantidad de luz emitida por el material, esta es proporcional a la cantidad de radiación absorbida por el material. El fenómeno descrito dio origen al área de la luminiscencia conocida como dosimetría termoluminiscente (DTL).

El mecanismo fundamental de la termoluminiscencia en sólidos considera las siguientes reglas: i) los defectos del cristal almacenan la energía proveniente de la exposición a la radiación a través del atrapamiento de portadores en los sitios-defectos y, ii) el subsiguiente relajamiento de la energía almacenada como luz visible cuando los portadores atrapados son liberados después de ser estimulados térmicamente [2.6]. La luz emitida por el sólido irradiado, después de ser excitado térmicamente, es proporcional a la dosis de radiación. Esta característica es fundamental en las aplicaciones de la termoluminiscencia.

2.5 Descripción del fenómeno termoluminiscente

La probabilidad de un electrón o hueco de escapar de una trampa de profundidad E (energía de activación) hacia la banda de conducción o de valencia se expresa por la ecuación (2.1),

$$p = se^{-E/kT} \quad (2.1)$$

en donde, s es el factor de frecuencia (se considera independiente de la temperatura en una primera aproximación y es característico de cada trampa), E es la energía de activación, k es la constante de Planck y T es la temperatura.

El fenómeno de termoluminiscencia corresponde a una cinética de primer orden cuando la probabilidad de reatrapamiento de los portadores liberados es despreciable frente a la probabilidad de captura por los centros vacíos y, porque la vida media de los portadores atrapados es mucho mayor a la vida media de los electrones o huecos en la banda de conducción o de valencia.

Sí existe un solo tipo de trampas con vida media τ , en donde $p = 1/\tau$, entonces se cumple la igualdad (2.2)

$$\frac{dn}{dt} = -\frac{n}{\tau} \quad (2.2)$$

n es la densidad de portadores atrapados. La solución en el dominio del tiempo de la ecuación (2.2) es,

$$n = n_0 \exp \left[-s \exp \left(-\frac{E}{kT} \right) t \right] \quad (2.3)$$

n_0 es la concentración inicial de portadores atrapados [2.7].

Como la vida media de los portadores atrapados es mayor a la vida media de electrones o huecos en las bandas de conducción o valencia, entonces el número de portadores que llegan por unidad de tiempo a los centros luminiscentes es igual al número de portadores liberados por unidad de tiempo.

Por otro lado, la intensidad de la luminiscencia se expresa por la ecuación (2.4),

$$I(t) = -c \frac{dn}{dt} = cpn \quad (2.4)$$

donde c es una constante.

Al sustituir las ecuaciones (2.3) en la (2.4), se obtiene la expresión de la intensidad de la luminiscencia en términos de la energía de activación E , ecuación (2.5),

$$I(t) = n_0 s \exp\left(-\frac{E}{kT}\right) \exp\left[-st \exp\left(-\frac{E}{kT}\right)\right] \quad (2.5)$$

2.5.1 Modelos termoluminiscentes

Los principales modelos para explicar el fenómeno de la termoluminiscencia son: modelo de Randall-Wilkins, modelo Garlick-Gibson, modelo Adirovitch, modelo May-Partridge, modelo de orden cinético cero, modelo Braunlich-Scharman, modelo Two- trap [2.7].

2.5.1.1 Modelo de Randall-Wilkins

Su formulación matemática está basada en el modelo de bandas de energía y sus ecuaciones son conocidas como de primer orden. El análisis teórico de este modelo supone el no reatrapamiento de los portadores de cargas en la etapa de recombinación y, la intensidad TL es proporcional a la razón de cambio de la concentración de electrones y huecos atrapados [2.8]. La razón de relajamiento de electrones por unidad de tiempo a la temperatura T [2.7] se expresa por la ecuación (2.6),

$$I(t) = -\frac{dn}{dt} = ns \exp\left(-\frac{E}{kT}\right) \quad (2.6)$$

La expresión matemática para la emisión TL en función de la temperatura [2.7], para una tasa de calentamiento lineal $\beta = \frac{dT}{dt}$, se expresa en la ecuación (2.7),

$$I(T) = n_0 s \exp\left(-\frac{E}{kT}\right) \left(\exp\left[-\frac{s}{\beta} \int_{T_0}^T \exp\left(-\frac{E}{kT'}\right) dT'\right] \right) \quad (2.7)$$

donde, T es la temperatura absoluta (K), n_0 (cm^{-3}) número de electrones atrapados en $T_0 = 0$, s el factor de frecuencia (s^{-1}), E la energía de activación (eV), k la constante de Boltzmann (eV K^{-1}) y, β razón de calentamiento lineal (K s^{-1}).

2.5.1.2 Modelo Garlick-Gibson

En este modelo se considera el caso cuando la probabilidad de reatrapamiento, después de la liberación de portadores de carga atrapados, es semejante a la probabilidad de recombinación. Este modelo también se conoce como de segundo orden cinético. La razón de relajamiento de electrones por unidad de tiempo a la temperatura T [2.7], se expresa en la ecuación (2.8),

$$I(t) = -\frac{dn}{dt} = n^2 \frac{s}{N} \exp\left(-\frac{E}{kT}\right) \quad (2.8)$$

donde, N es la concentración de trampas y los otros parámetros involucrados tienen la misma definición dada en la ecuación (2.7).

La intensidad en función de la temperatura se escribe en la ecuación (2.9) [2.7],

$$I(T) = \frac{n_0^2 s' \exp\left(-\frac{E}{kT}\right)}{\left[1 + \frac{s' n_0}{\beta} \int_{T_0}^T \exp\left(-\frac{E}{kT'}\right) dT'\right]^2} \quad (2.9)$$

donde $s' = \frac{s}{N}$ es llamado el factor preexponencial.

2.5.2 Estado actual de la termoluminiscencia

En los últimos años las investigaciones en el campo de la termoluminiscencia se han enfocado en tres áreas de desarrollo: a) mejorar las características y respuesta termoluminiscente de los materiales tradicionales, b) desarrollar y caracterizar materiales nanoestructurados con propiedades termoluminiscente y, c) proponer nuevos modelos para explicar el fenómeno de termoluminiscencia.

Referente a los materiales tradicionales, estos principalmente son aisladores. Se emplean aisladores haluros alcalinos, como el LiF y NaCl [2.7], recientemente se ha reportado el diseño de nuevos materiales, óxidos metálicos dopados con tierras raras y, nuevas técnicas para DTL de radiación ionizante con mayor sensibilidad a bajas energías [2.9].

Uno de los materiales más empleados en DTL es el LiF:Mg, Ti (TLD-100), su modelo para la termoluminiscencia se ha basado históricamente en la correlación entre la evolución de los picos termoluminiscentes y las bandas de absorción óptica generadas por la radiación, bajo la acción de diversos tratamientos térmicos y ópticos, variando la concentración de ambos dopantes y en estudios de concentración de defectos por técnicas experimentales de pérdidas dieléctricas. Sin embargo, la interpretación

precisa de estos datos siempre ha presentado una gran complejidad, tanto la curva de termoluminiscencia como el espectro de absorción de este material. La complejidad en asociar defectos a los picos TL se presenta en la lectura, los defectos están interviniendo simultáneamente en procesos diferentes a los de vaciado/recombinación y modifican la emisión TL. Por esta razón, se busca hacer uso de otras técnicas de medida de concentración de defectos como son las de absorción óptica o las de pérdidas dieléctricas.

El espectro de absorción óptica a temperatura ambiente del TLD 100 irradiado consiste en una banda F dominante centrada en 250 nm, presente también en el material sin dopar, junto a una serie de picos centrados alrededor de 380, 310, 280, y 225 nm y han sido asociados a centros relacionados con el Mg. Además de estas bandas, existe una muy intensa situada en 200 nm asociada al Ti, cuando forma complejos con el OH^+ , banda intrínseca del material, que no está inducida por la radiación [2.10].

En los primeros modelos [2.11] el proceso TL se relacionó con los centros F, en este caso la emisión era producida por la recombinación de un hueco capturado por un ión de titanio con un electrón procedente de un centro F.

Sin embargo, en la descripción del proceso de atrapamiento en el LiF, se propusieron principalmente dos modelos de centro. En el primero de ellos los picos TL estarían asociados a diferentes tipos de centros Z_n [2.12], formados precisamente por la agrupación de los centros F con las impurezas Mg^{2+} y, en el segundo, los centros de atrapamiento serían los dipolos Mg^{2+} -

V_{ac} y sus diferentes agregados dando lugar a distintos picos TL de diferente estabilidad térmica [2.13 - 2.15].

Aunque existen excelentes materiales dosimétricos con alta eficiencia termoluminiscente y comportamiento lineal con la dosis de radiación [2.16, 2.17], sin embargo, actualmente hay un gran interés en la investigación de nuevos materiales con propiedades termoluminiscentes.

En el área de nuevos modelos para explicar el fenómeno termoluminiscente, las investigaciones se centran en el análisis matemático de la curva termoluminiscente. La emisión TL es función del tiempo o temperatura y está directamente relacionada a la estructura de bandas del material, específicamente a los defectos de impurezas e irregularidades de la red. Además, las curvas TL pueden estar formadas por uno o varios picos superpuestos, llamados picos brillantes y, son función de los niveles de energía específicos de las trampas [2.18, 2.19]. Por tanto, el análisis de la emisión TL experimental del material proporciona información de los parámetros cinéticos correspondiente a cada pico. Los parámetros cinéticos de interés son el orden cinético b , la energía de activación E (eV), el factor pre-exponencial S'' (s^{-1}) y la concentración inicial de electrones atrapados n_0 (cm^{-3}). De esta manera, la información proporcionada por la curva TL experimental puede ser utilizada para conocer conceptos como: la energía almacenada en cada nivel de las trampas, aplicaciones del material en DTL y las características del tipo de trampas.

2.6 Nanotecnología

En un estudio reciente se realizó una selección de los diez avances sobresalientes de la ciencia de los materiales en los últimos 50 años [2.20]. Se consideró a la nanotecnología como uno de los avances tecnológicos más revolucionarios. El “National Nanotechnology Initiative” (NNI), organismo con diverso programas para la investigación de la ciencia y tecnología de la nanoescala [2.20], considera a la nanotecnología como la más excitante de las ciencias físicas.

La nanociencia se define como el conjunto de conocimientos y metodologías para fabricar, estudiar y caracterizar estructuras funcionales con dimensiones en el orden de unas decenas de nanómetros [2.20]. Bajo este enfoque, la nanociencia es la comprensión fundamental de los fenómenos a la nanoescala, siendo un terreno cualitativamente nuevo y dominado por la mecánica cuántica.

De igual forma se ha dada una definición a la nanotecnología. La nanotecnología describe la serie de técnicas para modificar y controlar la materia a la escala nanométrica. La nanotecnología incluye el análisis de propiedades químicas, estructurales, mecánicas, eléctricas, ópticas o magnéticas, así como el estudio de la interacción con otras nanoestructuras, su interacción con ondas electromagnéticas y su interacción con medios biológicos [2.21].

La materia, modificada a la nanoescala, puede tener propiedades diferentes con respecto a sus propiedades en la escala macroscópica.

Muchas teorías actuales de la materia a escala microscópica serán probablemente inadecuadas para describir los fenómenos a la nanoescala.

2.6.1 Materiales nanoestructurados

Una de las áreas de investigación de mayor impacto actual en la ciencia de los materiales es el análisis y desarrollo de nanomateriales y, una alternativa para desarrollar nuevos materiales es la nanotecnología. La nanociencia y nanotecnología están aportando una nueva forma de entender y manipular a la materia. Mihail C. Roco², uno de los investigadores fundadores de la visión del NNI afirma: “Hemos previsto una nueva revolución industrial, fundamentada en el control sistemático de la materia a la nanoescala”.

Es posible producir materiales nanoestructurados, por medio de diferentes métodos de síntesis, en forma de películas delgadas, en polvos y prácticamente con cualquier forma. Los átomos de estos materiales están agrupados ordenadamente en conjuntos de tamaños nanométricos y son la base para construir estructuras mayores del mismo material.

La nanotecnología proporcionará perspectivas diferentes para la comprensión del funcionamiento de los materiales en la detección de la radiación. Anthony Peurrung afirma: “Para hacer nuevos descubrimientos, debemos mejorar nuestra comprensión del fenómeno de la radiación y, de esta manera tomar decisiones acerca de los materiales asegurando que funcionaran como lo deseamos y en consecuencia, estaremos trabajando eficientemente hacia una solución”.

² De la “Nacional Science Foundation”

El plan estratégico del NNI, considera a los nanomateriales como una de sus ocho áreas estratégicas de desarrollo. El objetivo es coadyuvar en el descubrimiento de nuevos materiales nanoestructurados, así como la comprensión general de las propiedades de los mismos. La investigación y desarrollo están enfocados al diseño y síntesis para controlar propiedades específicas de los materiales nanoestructurados [2.22].

2.6.2 Nanopartículas de TiO_2 y CoTiO_3

La investigación de este trabajo se centra en el nanomaterial formado por nanopartículas de titanato de cobalto. Las investigaciones referentes a este tipo de material se describen a continuación.

El dióxido de titanio (TiO_2) tiene tres polimorfinas, anatasa, brookita y rutilo. El rutilo es la poliformina termodinámicamente estable en todo el rango de temperaturas y presiones, en cambio la anatasa y brookita son productos cinéticos. Por otra parte, el TiO_2 es un óxido metálico muy importante, sus compuestos forman materiales con una amplia variedad de aplicaciones tecnológicas. Han sido utilizados en celdas fotovoltaicas [2.23], fotocátalisis [2.24], sensores de gas [2.25] y pigmentos [2.26].

Algunas propiedades del TiO_2 son: banda prohibida grande ($E_g = 3.2$ eV), alta actividad fotocatalítica y estabilidad fisicoquímica [2.27-2.29]. La actividad fotocatalítica está influenciada por sus propiedades fisicoquímicas, incluyendo el tamaño de partícula, la estructura del cristal, la superficie y el efecto de hidratación superficial [2.30-2.32]. La fase anatasa tiene una actividad fotocatalítica muchos más alta comparada con la fase del rutilo. Se

ha reportado que el tratamiento hidrotermal de titanio amorfo produce anatasa con una alta actividad fotocatalítica [2.33].

Los nanocristales de partículas de dióxido de titanio también han sido ampliamente estudiados en las dos últimas décadas. Existen varios métodos para la preparación de nanopartículas [2.34]: proceso sol-gel, proceso sol-gel no hidrolítico [2.35], métodos hidrotérmicos y solve-térmicos [2.36].

También, se ha reportado la síntesis de nanopartículas de TiO_2 usando varios materiales mesoporosos, en este caso el tamaño de las partículas es determinado por el tamaño del poro de los materiales. [2.37].

Recientemente se han desarrollado investigaciones enfocadas al estudio de nuevas propiedades físicas de materiales basados en nanopartículas de TiO_2 . Algunas investigaciones han centrado su interés en las modificaciones de las propiedades ópticas y electrónicas. Se ha reportado estudios de sistemas de dos componentes basados en polvos cristalinos de TiO_2 (anatasa) y cristal líquido 5CB. La superficie de TiO_2 se modificó con diferentes cationes metálicos para investigar su influencia sobre la naturaleza de los centros activos de la superficie y su interacción con moléculas 5CB [2.38]. En el mismo sentido, las propiedades electrónicas y ópticas del TiO_2 (rutilo) se han analizado experimentalmente, por medidas de absorción y teóricamente por potencial total de la onda plana linealizada (FPLAPW) con el método de aproximación de densidad local (LDA) [2.39].

Otra área de oportunidad en el estudio de las nanopartículas de TiO_2 , es el control de las propiedades coloidales y la estabilidad de suspensiones, éstas son significativas en la fabricación de productos de alto rendimiento

como pinturas, cosméticos y fotocatalizadores, por mencionar algunos [2.40-2.44]. También, se ha estudiado la aplicación de nanopartículas de TiO_2 para display electrónicos, por su alta reflexibilidad y excelente blancura para el contraste de imagen [2.45].

En un estudio reciente las nanopartículas de dióxido de titanio fueron modificadas con poly metacrilato de metilo para mejorar la estabilidad de dispersión de las nanopartículas en un medio dieléctrico y reducir las variaciones de densidad entre el TiO_2 y el medio dieléctrico para un tipo de microcápsulas electroforéticas para aplicaciones en display [2.46].

Aunque los efectos de tamaño cuánticos de nanopartículas de TiO_2 ya han sido reportados, la relación cuantitativa entre el tamaño de partícula y el incremento de banda prohibida, así como el efecto del incremento de la banda prohibida sobre la actividad fotocatalítica ha permanecido confusa [2.47-2.50].

Con respecto al titanato de cobalto, desde inicios de la segunda mitad del siglo XX, se han reportado investigaciones relacionadas con este material. En 1961 se publicaron algunas insólitas propiedades magnéticas a bajas temperaturas [2.51]. El material formó un spin inverso y se transformó en ferromagnético a temperaturas inferiores a 55°K.

En las últimas décadas se han sintetizado materiales con nanopartículas de titanato de cobalto. Se ha reportado un nanomaterial formado por nanopartículas de titanato de cobalto implantadas en una matriz de anatasa, se obtuvieron al dopar TiO_2 con Co^{2+} [2-52]. También, se ha reportado la síntesis y caracterización de nanopartículas de cobalto

(CoTiO₃). El nuevo material presentó un corrimiento al rojo en la región visible (400–700nm) con $\lambda_{\text{max}} = 500 \text{ nm}$ comparada con polvos puros de TiO₂ ($\lambda_{\text{max}} = 320 \text{ nm}$) [2.53].

Por otra parte, se ha estudiado sus efectos al ser dopado con metales de transición, observado modificaciones en sus propiedades ópticas.

Como se ha mencionado el TiO₂ es un material con diversas aplicaciones tecnológicas, tanto como material en bulto como en nanocompuestos. La literatura técnica y científica reportan mejoras en sus propiedades físicas, así como el desarrollo o innovación de los métodos para sintetizarlo. En general, existen investigaciones relacionadas con diferentes propiedades del TiO₂ y CoTiO₃, pero aún no se han reportado trabajos relacionados con las propiedades termoluminiscentes de nanopartículas de CoTiO₃. La hipótesis de investigación de la presente tesis está relacionada con las propiedades termoluminiscentes de este tipo de material nanoestructurado y su potencial aplicación como sensor de radiación ionizante.

2.7 Sistemas Microelectromecánicos

Richard Feynman, considerado como una de las figuras pioneras de la nanotecnología, en 1959 visualizó la fabricación de máquinas mucho más pequeñas a las existentes en aquella época. A partir de 1980 se expandieron las investigaciones y desarrollo de la tecnología MEMS. Actualmente, se han desarrollado procesos de manufactura para construir máquinas extremadamente pequeñas.

El campo multidisciplinario de aplicación de la tecnología MEMS ha permitido la construcción de diversos dispositivos de tamaño menor a 100 micrómetros. Se han fabricado: actuadores electrostáticos, magnéticos, electromagnéticos, neumáticos y térmicos, así como elementos mecánicos: motores, válvulas, engranes, cantiliver, diafragmas y pinzas [2.54]. Estos elementos se aplican en sensores de presión, temperatura, flujo de masa, velocidad del sonido y, como actuadores de movimiento lineal y angular. También, se han empleado como simples elementos de sistemas complejos como robots, “lab-on-a-chip”, micromotores de calor, microbombas de calor (Lipkin, 1993; García y Sniegowski, 1993,1995; Sniegowski y García, 1996; Epstein and Senturia, 1997; Epstein y col. 1997; Pekola y col., 2004; Squires y Quake, 2005).

2.7.1 Técnicas de fabricación

Los dispositivos MEMS son fabricados usando tecnologías de la industria de la microelectrónica. La microfabricación de MEMS involucra muchas etapas, deposición de material, remoción de material y grabado de material.

Los dos procesos fundamentales del micromecanizado son el micromecanizado de superficie y el micromecanizado de volumen. En el primero se forman elementos en capas delgadas previamente depositadas y, en el segundo se remueve selectivamente material abarcando un grosor considerable de la oblea [2.55].

2.7.2 Micromecanizado de superficie

En el proceso de micromecanizado de superficies se construyen microestructuras en superficies sobre el sustrato. Esta técnica logra suspender la microestructura a través de grabado de capas de sacrificio.

En este proceso los elementos se definen sobre capas depositadas o crecidas previamente sobre un sustrato. Existen dos posibles opciones: proceso de una y dos máscaras.

El proceso de una máscara se inicia con el crecimiento de una capa de sacrificio sobre un sustrato, en la siguiente etapa se deposita la capa estructural. En la capa estructural se forma la microestructura utilizando técnicas de litografía. En las últimas etapas se elimina la capa de sacrificio y se libera la estructura mediante ataque húmedo.

En el proceso de dos máscaras, primero se deposita la capa de sacrificio sobre el sustrato, luego se define el patrón para formar el anclaje de la capa estructural con el sustrato. En la segunda etapa se deposita la capa estructural y se forma el patrón de la microestructura y finalmente se libera el dispositivo eliminando la capa de sacrificio por medio de ataque húmedo [2.55].

En las tecnologías basadas en el silicio, generalmente, la capa de sacrificio es de óxido de silicio (SiO_2), la capa estructural puede ser polisilicio, silicio cristalino, nitruro de silicio (Si_3N_4) o un metal (aluminio, cobre, oro).

2.7.3 Micromecanizado de volumen

En el proceso de micromecanizado de volumen, una porción del sustrato es removido para construir estructuras mecánicas. El micromecanizado de volumen permite realizar cavidades a lo largo y ancho de todo el sustrato. Se pueden obtener cavidades útiles en la fabricación de membranas y otro tipo de transductores para la fabricación de sensores. El micromecanizado en volumen se puede aplicar a silicio, vidrio, arseniuro de galio, y otros materiales de interés.

Existen dos categorías para el proceso de grabado en silicio: grabado húmedo y grabado seco. El grabado húmedo en silicio emplea líquido de soluciones químicas para desbastar al silicio. El grabado seco emplea plasmas o fase-vapor de grabantes para remover el material.

Originalmente, el micromecanizado en volumen se realizaba a través de ataques húmedos. Actualmente, los avances en los grabados por iones reactivos, han permitido los ataques secos, con esta técnica se tiene control de la velocidad de ataque, profundidad y verticalidad de los mismos [2.56].

El grabado en volumen en silicio se clasifica de acuerdo a la distribución tridimensional de la razón de grabado y al perfil de la microestructura resultante. La razón de grabado húmedo depende de la orientación del cristal. Si la razón de grabado es igual en todas las direcciones, el grabado es isotrópico. Si la razón de grabado depende de la orientación, el grabado es anisotrópico.

2.7.3.1 Grabado húmedo

En el grabado húmedo el reactivo es líquido y se realiza mediante una reacción química del reactivo con la capa a atacar. Hay dos alternativas para detener el ataque, por tiempo o al llegar a una capa con una velocidad de grabado más lenta (ataque selectivo). Después, de todos los ataques húmedos es necesario limpiar la muestra para eliminar los restos del reactivo con agua desionizada. Por último, se realiza el proceso de secado, se efectúa en estufas o con pistolas de nitrógeno.

Los grabados húmedos permiten obtener alta selectividad química, a través de la combinación adecuada de la máscara y el sustrato. En este proceso no se afectan las características eléctricas de los materiales, como tampoco se alteran las estructuras cristalinas.

Los grabados húmedos pueden ser isótropos o anisótropos, las reacciones químicas atacan preferentemente a lo largo de ciertas direcciones del cristal o ciertos planos cristalinos y, otros son grabados muy lentos. Esta característica conduce a tener superficies con pendientes controladas con alta precisión.

La resolución en este tipo de grabado depende de la velocidad de ataque del reactivo, de la selectividad de la máscara y de la isotropía o anisotropía del ataque.

El control vertical del grabado es generalmente más difícil en los grabados húmedos comparados con los secos. Esto es debido a los cambios de propiedades de muchos reactivos químicos después de las reacciones de ataques, el tiempo o la temperatura. En consecuencia, en algunas

ocasiones, no es exacto el control de la profundidad de grabado con el tiempo de ataque. Por esta razón es frecuente utilizar el ataque selectivo, empleando una capa para detener el ataque.

2.7.3.1.1 Grabado en silicio

La solución estándar para el grabado isótropo en silicio consiste en una disolución de ácido nítrico (HNO_3) y ácido fluorhídrico (HF) disuelto en agua o ácido acético (CH_3COOH). Variando las concentraciones de estos ácidos y en función del disolvente utilizado se varían las velocidades de ataque, se pueden lograr velocidades de ataque desde 0.3 hasta 80 $\mu\text{m}/\text{min}$ [2.57].

La disolución de hidróxido de potasio (KOH) disuelto en agua provoca un grabado del silicio selectivo a los planos cristalinos, graba más rápido los planos $\langle 100 \rangle$ y $\langle 110 \rangle$, y graba con menor velocidad los planos $\langle 111 \rangle$. La relación de velocidades de grabado correspondientes a los planos $\langle 100 \rangle$, $\langle 110 \rangle$ y $\langle 111 \rangle$ es aproximadamente 300:600:1. Esta propiedad de grabar con menor velocidad los planos $\langle 111 \rangle$ respecto a los planos $\langle 100 \rangle$ y $\langle 110 \rangle$ da origen a las paredes inclinadas con pendientes de 55° . La velocidad de grabado del KOH a 80°C en los planos $\langle 100 \rangle$ es de 1-1.4 $\mu\text{m}/\text{min}$.

Con propiedades similares existen otras soluciones. Etilendiamina pirocatecol (EDP), a 100°C graba el silicio a 1 $\mu\text{m}/\text{min}$ y a 120°C a 2 $\mu\text{m}/\text{min}$. El hidróxido de tetrametil amonio (TMAH), con velocidad de grabado en los planos $\langle 100 \rangle$ a 80°C de 0.4 $\mu\text{m}/\text{min}$ [2.58].

2.7.3.1.2 Grabado de silicatos SiO_2 y Si_3N_4

La mejor solución para atacar el óxido de silicio es el ácido fluorhídrico, pero su principal inconveniente es su ataque a varios metales, el aluminio y titanio son atacados rápidamente. El óxido de silicio suele utilizarse como capa de sacrificio, pero como el ácido fluorhídrico ataca los metales, la liberación de las estructuras debe realizarse antes de la deposición de los metales o bien protegiéndolos del ataque. Una alternativa es utilizar ácido fluorhídrico en estado gaseoso para evitar el anclaje de las estructuras al sustrato.

El nitruro de silicio puede atacarse con ácido fosfórico en altas concentraciones, 85% en peso y a temperaturas entre 120 y 160 °C, con velocidades de grabado entre 10 y 25 nm/min [2.57].

2.7.3.1.3 Grabado de metales

Los metales más utilizados en los procesos de microfabricación son el aluminio, titanio, cromo y oro. El aluminio se elimina con una solución comercial compuesta por 80% de ácido fosfórico, 5% de ácido nítrico, 5% de ácido acético y 10% de agua (todos los porcentajes son en volumen), con esta solución la velocidad de grabado es de 600 nm/min a 50 °C.

El titanio se puede eliminar con ácido hidrofúorhídrico diluido. El cromo se elimina con soluciones formadas por ácido hidroclorehídrico. El oro se elimina con una mezcla de tres partes de HCL en 37% de concentración y una parte de HNO_3 en concentración del 70% [2.57].

2.7.3.2 Grabado seco

El grabado seco permite obtener un mejor control de las dimensiones y la anisotropía comparado con las técnicas de grabado húmedo, pero en cambio puede dañar la superficie, modificando las características eléctricas (introduciendo cargas) o modificando la estructura cristalina (deposición de polímeros). Además, el grabado seco puede ser automatizado mediante el uso de equipo de alto costo.

Las principales técnicas de grabado en seco son: grabado por plasma y grabado por haz de iones. En el grabado por plasma se produce una descarga del plasma en un gas a baja presión, la descarga generará iones libres y estos reaccionarán con el sustrato. Durante la reacción las partículas de gas ionizadas se difundirán, la reacción puede ocurrir en la misma cámara o en una cámara aparte.

El grabado por haz de iones acelera iones empleando tensiones entre unos cientos hasta miles de voltios. Los iones pueden extirpar o reaccionar con el sustrato, en los dos casos se utilizan gases reactivos, como C_4F_8 o SF_6 , o gases no reactivos como Ar o He [2.57].

2.7.4 Técnicas litográficas

En el contexto de la microelectrónica la litografía se define como la técnica empleada para transferir un patrón a una superficie sólida [2.56]. Los procesos más relevantes de esta técnica en la fabricación de MEMS se clasifican en dos áreas: procesos de proyección y procesos de escritura directa. Los primeros utilizan una máscara para definir la microestructura y se puede procesar varios elementos a la vez. En el segundo proceso, el

elemento se define sin máscara y los elementos se realizan uno a continuación de otro.

Las técnicas de litografía se listan en la Tabla 2.3, se indican las características de cada técnica, la resolución alcanzable y si emplean fuentes luminosas como herramienta para la transferencia del patrón.

Tabla 2.3 Técnicas de litografía [2.42].

TÉCNICA	CARACTERÍSTICAS		RESOLUCIÓN (nm)	LONGITUD DE ONDA (nm)
Fotolitografía	Lámpara de Mercurio	Línea G	400	436
		Línea I	300	365
	Láser	KrF	180	248
		ArF	100	193
		F ₂	70	157
	Litografía de inmersión		35	193
	Ultravioleta extremo		45	13
Técnicas nanométricas	Rayos X		50	1 - 10
	Haz de iones		30 – 50	---
	Haz de electrones		40 – 50	---
	Estampado		20 – 40	---
	Tintado		30 – 50	---
	STM ³ /AFM ⁴		15	---

2.7.5 Técnicas de ensamblado de obleas

Otro proceso a utilizar en el desarrollo MEMS es la unión de obleas. El ensamblado de obleas es una técnica de procesos híbridos, frecuentemente usada en conjunción con el grabado en bulto, para construir microestructuras más sofisticadas. La versatilidad de esta técnica permite

³ STM Scanning Tunneling Microscope, (Microscopio de barrido por efecto túnel)

⁴ AFM Atomic Force Microscope, (Microscopio de fuerzas atómicas)

obtener microestructuras únicas, a partir de oblea con diferentes materiales, perfiles de superficie y características funcionales [2.58].

Los procesos de unión se clasifican de acuerdo a la temperatura de operación: temperatura ambiente, temperatura baja ($<100^{\circ}\text{C}$) y temperatura alta ($>100^{\circ}\text{C}$). La unión de obleas puede ser directa (sin incluir adhesivos intermedios), o indirecto (se usa adhesivos). La unión puede ser por fuerzas de contacto mecánico, fuerzas de atracción molecular o fuerzas electrostáticas. Además, el proceso requiere de superficies planas, limpias e hidratadas.

Bibliografía

- [2.1] Coursey, Bert M., *Radioactivity Measurement*, Measurement. Instrumentation, and Sensors Handbook CRCnetBase. pp. 1736. 1999.
- [2.2] Uribe, Hilda Mercado. *La Física de las Radiaciones y la Dosimetría*. Cinvestav. Enero-Marzo. 2007.
- [2.3] Peurrung, Anthony. *Materials science for nuclear detection*. Materials Today. Volume 11, Number 3. March 2008.
- [2.4] Symposium, *Radiation Detectors for Global Security*. Bostos, Massachussets. 16 February 2008.
- [2.5] Daniels, F., Boyd, C. Saunders, D. *Thermoluminescence as a Research Tool*. Science 117, pp. 343-348. 1953.
- [2.6] Mahesh K. Weng, P. S. Furetta, C. *Thermoluminescence in solids and its applications*. Nuclear Technology Publishing. 1989.
- [2.7] Furetta, C. Kitis, G. *Review Models in Termoluminescence*. Journal of Materials Science 39. 227-2294. 2004.
- [2.8] Azorin, Juan Nieto. *Luminescence Dosimetry. Theory and Applications*. Ediciones Técnico Científicas S A de C V. 1990.
- [2.9] Azorin, Juan Nieto. *Respuesta termoluminiscente de óxido metálico irradiados con luz ultravioleta*. Rev. Int. Contam. Ambient. 21 (Supl. 1) 97-100. 2005.
- [2.10] McKeever, S.W.S. y Hrowits, Y. S. *Charge trapping mechanisms and microdosimetric processes in lithium nfluoride*. Radiat. Phys.

- Chem. 36, pp. 35-46. 1990.
- [2.11] Mayhugh, M. R., Christy, R. W. y Johnson, N. M. *Thermoluminescence and Color Center Correlation in Dosimetry LiF*. J. Appl. Phys. 41, pp 2968-2976. 1970.
- [2.12] Nink, R. y Kos, H. *On the Role of Z Centers in the Trapping Mechanism of Thermoluminescence Lithium Fluoride*. Phys. Stat. Sol. (a) 35, pp. 121-129. 1976.
- [2.13] Grant, R. M. y Cameron, J. R. *Effects of pre-irradiation annealing on the thermoluminescence and dielectric loss of LiF:Mg*. J. Appl. Phys. 37 pp 3791-3795. 1996.
- [2.14] Stoebe, T. G. y Watanabe, S. *Thermoluminescence and Lattice Defects in LiF*. Phys. Stat. Sol. (a), pp 11-29. 1975.
- [2.15] McKeever, S. W. S. y Lilley, E. *Evidence for Trimer Formation during Dipole Clustering in Mg-doped LiF* J. Phys. Chem. Solids 43, pp 885-893. 1982.
- [2.16] McKeever, S. W. S. *Thermoluminescence of Solid*. (Cambridge University Press, Cambridge), Chap. 6 pp 205 – 234. 1985.
- [2.17] McKeever, S. W. S. Moscovitch, M. and Townsend, P. D. *Thermoluminescence Dosimetry Materials: Properties and Use*. (Nuclear Technology, Kent, England), Chap. 3 – 6, pp. 85 – 94. 1995.
- [2.18] Bos, A. J. J. Nucl. Instrum. Methods, B 184 3. 2001.
- [2.19] Furetta, C. *Handbook of Thermoluminescence*. World Scientific

Publishing Co. 2003.

- [2.20] Wood, Jonathan. *The top ten advances in materials science*. Materials Today, Volume 11, Number 1-2. Jan-Feb 2008.
- [2.21] National Nanotechnology Initiative. <http://www.nano.gov>. March 2008.
- [2.22] National Nanotechnology Initiative. *Strategic Plan*. pp 7. December 2007.
- [2.23] Regan, B. O. Gratzel, M. *Nature* 353, 737. 1991.
- [2.24] Yu, J. C. Ho, W. Zhang, L. *Chem. Commun.* 2001.
- [2.25] Kumazawa, N. Islam, M. R. Takeuchi, M. J. *Electroanal. Chem.* 137, 472. 1999.
- [2.26] Feldmann, C. *Adv. Mater.* 13, 1301, 2001.
- [2.27] Serpone, N. and Khairutdinov, R.F. *Stud. Surf. Sci. Catal.* 103 417. 1997.
- [2.28] Anderson, C. and Bard, A. J. *J. Phys. Chem.* 99, 9882. 1995.
- [2.29] Jung, K.S. and Lee, H.I. *J. Korean Chem. Soc.* 41 682. 1997.
- [2.30] Porter, J.F. Li, Y.G. and Chan, C.K. *J. Mater. Sci.* 34, 1523. 1999.
- [2.31] Lee, H.-S. Hur, T. Kim, S. and Lee, H.-I. *J. Chem. Eng. Jpn.* 37, 174. 2004.
- [2.32] Lee, M.S. Lee, G.-D. Park, S.S. and Hong, S.-S. *J. Ind. Eng. Chem.* 9, 89. 2003.
- [2.33] Ollis, D.F. and Al-Ekabi, H. *Photocatalytic Purification and Treatment of Water and Air* (Elsevier, New York), pp. 39. 1993.

- [2.34] Hosseinnia, A. Pazouki, M. Kazemzad, M. and Keyanpour-Rad M. *Modification in Synthesis of Anatase Titanium Oxide and Comparison of the Synthesis Methods.*
- [2.35] Arnal, P. Corvio, R. J. Leclercq, D. Mutin, DP. Vioux, H. A. *Chem. Mater.* 9, 694. 1997.
- [2.36] Pan, D. Zhao, N. Wang, Q. Jiang, Sh. Ji, X. An, L. *Adv. Mater.* 17. 2005.
- [2.37] Lee, H.-S. Woo, C.-S. Youn, B.-K. Kim, S.-Y. Oh, S.-T. Sung, Y.-E. and Lee, H.-I. *Bandgap modulation of TiO_2 and its effect on the activity in photocatalytic oxidation of 2-isopropyl-6-methyl-4-pyrimidino*". Topics in Catalysis Vol. 35, Nos. 3-4. July 2005.
- [2.38] Bezrodna, T. Puchkovska, G Shimanovska, V. *5CB Liquid crystal as a specific Probe for Surface Studies of Metal-Doped TiO_2 (anatase) nanoparticles.* Mol. Cryst. Liq. Cryst, Vol. 413, pp. 71/[2207]-80/[2216]. 2004.
- [2.39] A. Ferreira da Silva, N. Souza Dantas, E. F. da Silva, Jr., I. Pepe, M.O. Torres, C. Persson, T. Lindgren, J. Souza de Almeida and R. Ahuja. *Electronic and Optical Properties of TiO_2 .* CP,772, Physics of Semiconductors: 27 International Conference on the Physics of Semiconductors. 2005.
- [2.40] Braun, J.H. Baidins, A. Marganski, R.E. *TiO_2 pigment technology: a review.* Prog. Org. Coat. 20, 105–138. 1992.
- [2.41] Xue, Q.; Liu, W.; Zhang, Z. Z. *Friction and wear properties of a*

- surface-modified TiO₂ nanoparticle as an additive in liquid paraffin.* Wear, 213, 29–32. 1997.
- [2.42] Crittenden, J.C.; Liu, J.; Hand, D.W.; Perram, D.L. *Photocatalytic oxidation of chlorinated hydrocarbons in water.* Water. Res. 31, 429–438. 1997.
- [2.43] Kim, Y.H.; Kang, Y.S.; Jo, B.G. *Preparation and characterization of Ag-TiO₂ core-shell type nanoparticles.* J. Ind. Eng. Chem. 10, 739–744. 2004.
- [2.44] Sang, X. M. Yang, X. J. Cui, Z. D. Zhu, S. L. Sheng, J. *Preparation and characterization of nano-TiO₂ doped polystyrene materials by melt blending for inertial confinement fusion.* J. Macromol. Sci.-Phys. B43, 871–882. 2004.
- [2.45] Chomiskey, B. Albert, J.D. Yoshizawa, H. Jacobson, J. *Photocatalytic oxidation of chlorinated hydrocarbons in water.* Nature, 394, 253–255. 1998.
- [2.46] Park, B. J. Sung, J . H. Kim, K. Chin, S. I. and Choi. H. J. *Preparation and Characterization of Poly (Methyl Methacrylate) Coated TiO₂ Nanoparticles.* Journal of Macromolecular Science, Part B: Physics, 45:53–60. 2006.
- [2.47] Anpo, M. Shima, T. Kodama, S and Kubokawa, Y. J. *Phys. Chem.* 91 4305. 1987.
- [2.48] Kormann, C. Bahnemann, D.W. and Hoffmann, R. J. *Phys. Chem.* 92. 5196. 1988.

- [2.49] Choi, W. Termin, A. and Hoffmann, M.R. J. Phys. Chem. 98 13669. 1994.
- [2.50] Serpone, N. Lawless, D. and Khairutdinov, R. J. Phys. Chem. 99 16646. 1995.
- [2.51] Sakamoto, Nobuhiko. *"Magnetic Properties of Cobalt Titanate"*. Journal of the Physical Society of Japan, Vol. 17, No. 1, pp. 99-102. January. 1962
- [2.52] Pacheco, F. González, M. Medina, A. Velumani, S. Ascencio, J. A. *Structural analysis of cobalt titanate nanoparticles obtained by sol-gel process*. Appl. Phys. A 78, 531-536. 2004.
- [2.53] Zhou, Guo-Wei. Lee, Don Keun. Kim, Young Hwan. Kim, Chang Woo and Kang, Young Soo. *Preparation and Spectroscopic Characterization of Ilmenite-Type CoTiO₃ Nanoparticles*. Bull. Korean Chem. Soc., Vol. 27, No. 3. 2006.
- [2.54] Mohamed Gad-el-Hak. MEMS, *Introduction and fundamentals*. Taylor & Francis. Second Edition. pp. I-2. 2006.
- [2.55] Robert Aigner. *From Microelectronics to Microtechnologies. Nano et Micro Technologies. Microsystem Technology Fabrication, Test and Reliability*. Proceedings of MIGAS'02, pp 9 – 34. 2002.
- [2.56] Madou, Marc J. *Fundamentals of Microfabrication, The Science of Miniaturization*". Second Edition. CRC Press. Florida. 2002.
- [2.57] Cleland, Andrew. N. *Foundation of Nanomechanics. From Solid-State Theory to Devices Applications*. Chapter 10: Nanostructure

Fabrication I. Ed. Springer. 2003.

- [2.58] Liu, Chang, *Foundations of MEMS*, New Jersey: Pearson Prentice Hall. 2006.

CAPÍTULO 3

PROPIEDADES DEL NANOMATERIAL

3.1 Previo

En este capítulo se presenta la síntesis y propiedades del nanomaterial. Este fue desarrollado por Pacheco F. y col. Es un compuesto nanoestructurado formado de nanopartículas de titanato de cobalto [3.1].

En la sección 3.2 se presenta el proceso de síntesis del nanomaterial y sus características estructurales. En la sección 3.3 se analizan las propiedades termoluminiscentes del nanomaterial, aplicando la metodología de tres puntos, propuesta por M. S. Rasheedy [3.2], se obtienen los componentes individuales de los destellos TL y se determinan sus parámetros cinéticos.

3.2 Preparación del nanomaterial de CoTiO_3

El nanomaterial ha estudiar está formado por una matriz de anatasa y nanocristales de titanato de cobalto. Se desarrolla a partir de isopropóxido de titanio ($\text{C}_{12}\text{H}_{28}\text{O}_4\text{Ti}$, marca Fluka), alcohol isopropílico ($\text{CH}_3\text{CHOHCH}_3$, marca JT Baker), ácido acético (marca JT Baker), agua desionizada (marca

JT Baker) y sal metálica de nitrato de cobalto ($\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, marca JT Baker). Se prepararon varias muestras con diferentes concentraciones de nitrato de cobalto. Para todas las muestra se prepararon 40 ml con concentraciones molar de: uno para el isopropóxido de titanio, 32 para el alcohol isopropílico, dos para el ácido acético, cuatro para el agua desionizada, para el nitrato de cobalto se colocan concentraciones de 0.03, 0.06, 0.08, 0.09, 0.1 y 0.12.

El proceso de síntesis consta de dos soluciones. Cada una preparada por separado. Para la primera se puso en agitación, durante 20 minutos, 33.4 ml de alcohol isopropílico, después se agregaron 1.5 ml de ácido acético y 4 ml de isopropóxido de titanio. Simultáneamente, se preparó la segunda solución, a 0.86 ml de agua desionizada se agregaron 0.199 g de nitrato de cobalto y se mantuvo en agitación hasta disolver la sal. Posteriormente, se mezclaron las dos soluciones, agregando la segunda solución a la primera. La solución obtenida se dejó en agitación por 30 minutos hasta obtener una mezcla homogénea.

La solución final se colocó en cajas petri. Los líquidos de las muestras se evaporaron en ocho días formándose pequeñas hojuelas de color rojizo y de espesor muy pequeño. En la Figura 3.1 se muestran el estado inicial de las muestras. El material se dejó en reposo durante seis meses a temperatura ambiente. El material obtenido es amorfo, aun no se forman las nanopartículas, éstas se formarán cuando el material sea sometido a tratamiento térmico. En la Figura 3.2 se muestra el estado del material antes y después del tratamiento térmico.



Figura 3.1. Estado inicial de las muestras.



a) Antes



b) Después

Figura 3.2. Muestras antes y después del tratamiento térmico.

Para cada serie se prepararon varias muestras. Las muestras se secaron por seis meses a temperatura ambiente y luego fueron tratadas a las temperaturas y tiempos indicados en la Tabla 3.1.

A continuación se presenta el análisis estructural realizado al nanomaterial como se reporta en [3.1]. La estructura del material está constituida por nanopartículas de titanato de cobalto, los cristales tienen un tamaño promedio de seis nm con una baja dispersión. La formación de nanopartículas tiene una relación lineal con la concentración de cobalto. Además, los nanocristales son estables a temperaturas superiores a 1000° C.

Tabla 3. 1 Tratamiento térmico a muestras

$[Co^{2+}]$	400°C, 4 h	400°C, 6 h	450°C, 4 h	450°C, 6 h	500°C, 1 h
0.03	3A	3B	3C	----	----
0.06	----	6B	----	6D	6E
0.08	8A	8B	----	8D	----
0.09	9A	9B	9C	----	----
0.10	10A	10B	10C	----	----
0.12	12A	12B	12C	12D	----

La estructura cristalina de las muestras fue examinada usando microscopia de transmisión de electrones de alta resolución (HRTM), ver Figura 3.3 y, difracción de rayos X, ver Figura 3.4.

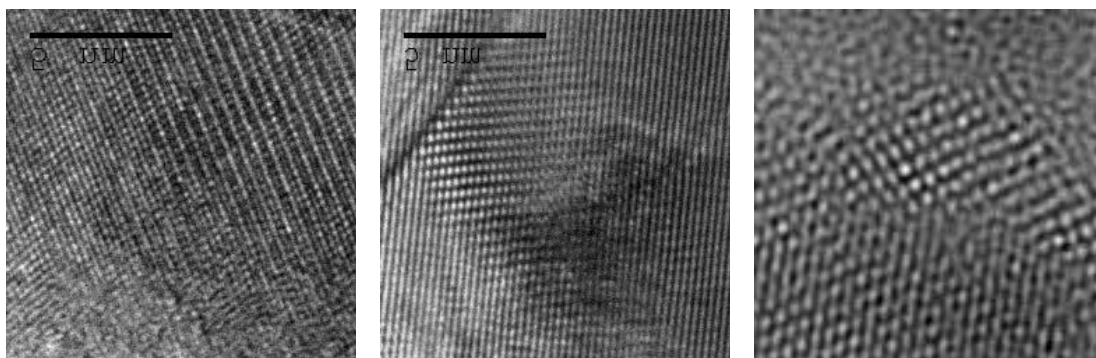


Figura 3.3. Imágenes HRTEM del nanomaterial.

Por otra parte, al ser irradiadas las muestras con rayo gamma, se detectó la propiedad termoluminiscente en los monolitos.

Las muestras fueron expuestas a radiación gamma, emitida por una fuente de ^{60}Co acoplada a un Gamacell, instalado en el Instituto Nacional de Investigaciones Nucleares (ININ). La razón de dosis del equipo es de 3.78 Gy/min. El tiempo de irradiación fue de 1.1 horas y, la dosis de 250 Gy.

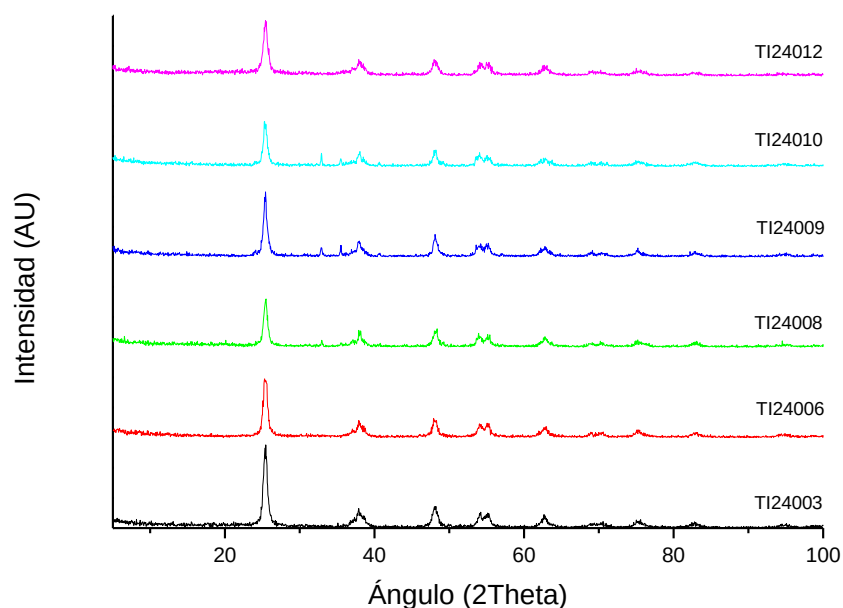
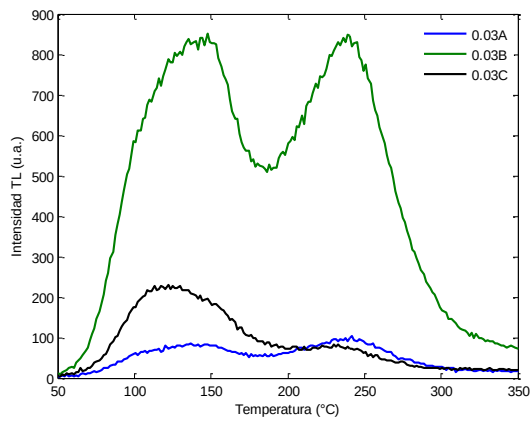


Figura 3.4 Difracción de rayos X de muestras de TiO_2 dopado con Cobalto a diferentes concentraciones.

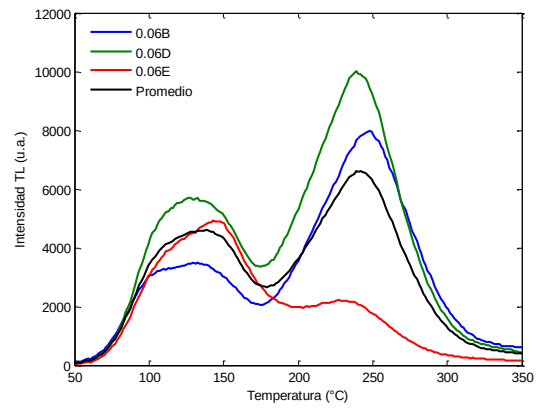
Las curvas del destello termoluminiscente se obtuvieron en un analizador termoluminiscente HARSHAW 4000, acoplado a una computadora. El análisis se realizó en el rango de temperatura de 50 a 350 °C, con una razón de calentamiento de 5 °C/s. Las lecturas se realizaron una hora después de concluida la irradiación, en una atmósfera de N_2 seco, para evitar señales espurias.

En la Figura 3.5 se muestran los destellos TL para las diferentes muestras.

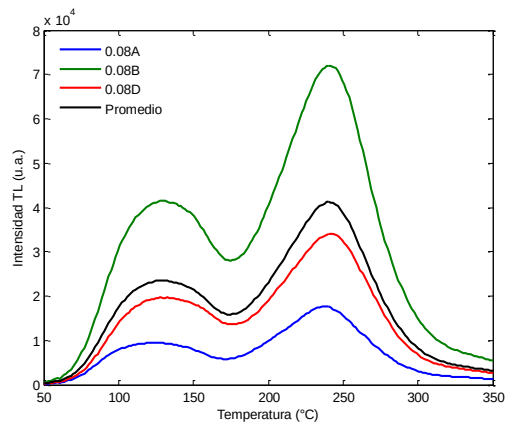
La intensidad del destello TL depende del tratamiento térmico y de la concentración de cobalto. Por ejemplo, en la muestra 0.06, la curva con mayor intensidad corresponde a la 0.06D, en ésta el tratamiento térmico fue a 450 °C por seis horas.



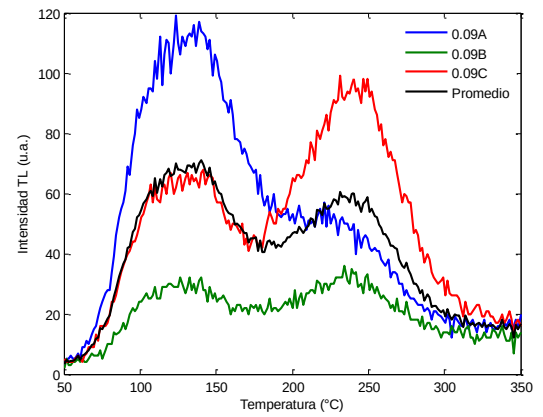
a) Concentración 0.03



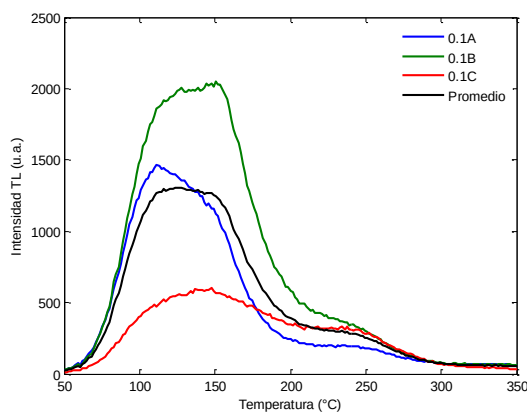
b) Concentración 0.06



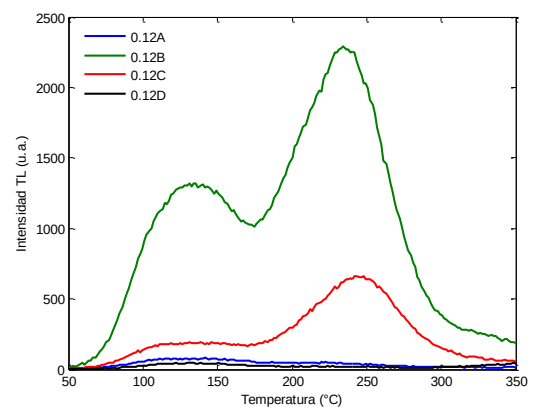
c) Concentración 0.08



d) Concentración 0.09



e) Concentración 0.1



f) Concentración 0.12

Figura 3.5 Destellos termoluminiscentes de las muestras del nanomaterial con diferente concentración de cobalto.

La muestra 0.06B tiene una curva TL con intensidad menor y el tratamiento térmico fue a 400 °C por seis horas. La curva de menor intensidad corresponde a la muestra 0.06E con tratamiento térmico de 500 °C por una hora.

3.3 Análisis del destello termoluminiscente

La geometría de la curva del destello TL experimental depende de las propiedades físicas y químicas del nanomaterial y del proceso de tratamiento térmico [3.3]. Generalmente, la curva del destello termoluminiscente está formada por varias curvas superpuestas, cada una de ellas con sus propios parámetros cinéticos.

Recientemente se han desarrollado nuevas técnicas para separar los componentes individuales de las curvas del destello TL y calcular los parámetros cinéticos de cada pico [3.2, 3.4].

La metodología para determinar los parámetros cinéticos de las muestras es la denominada de análisis de tres puntos [3.2]. Los parámetros más importantes de las trampas para el caso de orden general son: orden cinético b , energía de activación E (eV), factor pre-exponencial S'' (s^{-1}) y, concentración inicial de electrones atrapados n_0 (cm^{-3}).

Para determinar las expresiones matemáticas de los parámetros cinéticos se considera la concentración de trampas, a una temperatura T_i durante un destello, proporcional al área, A_i , bajo la curva del pico TL entre T_i y T_f , donde T_f es la temperatura final del pico de referencia.

En el análisis de tres puntos la intensidad máxima, I_m , del pico TL se determina por la ecuación (3.1).

$$I_m = \frac{(A_m)^b}{N^{b-1}} S \exp\left(-\frac{E}{kT_m}\right) \quad (3.1)$$

donde T_m es la temperatura correspondiente a la máxima intensidad del pico TL y A_m es el área bajo la curva del pico TL entre T_m y T_f . Además, se considera a I_x como la intensidad TL a la temperatura T_x en cualquier sección del pico TL. Asimismo, $I_y = I_x y^{-1}$ e $I_z = I_x z^{-1}$ son las intensidades correspondientes a las temperaturas T_y y T_z respectivamente. Similarmente a la ecuación (3.1), se escriben las expresiones para cada una de las tres intensidades, I_x , I_y e I_z , ver ecuaciones (3.2), (3.3) y (3.4).

$$I_x = \frac{(A_x)^b}{N^{b-1}} S \exp\left(-\frac{E}{kT_x}\right) \quad (3.2)$$

$$I_y = \frac{I_x}{y} = \frac{(A_y)^b}{N^{b-1}} S \exp\left(-\frac{E}{kT_y}\right) \quad (3.3)$$

$$I_z = \frac{I_x}{z} = \frac{(A_z)^b}{N^{b-1}} S \exp\left(-\frac{E}{kT_z}\right) \quad (3.4)$$

donde A_x , A_y , y A_z son las áreas bajo la curva del pico TL a las temperaturas T_x , T_y , y T_z hasta T_f respectivamente [3.2].

Las expresiones matemáticas para el cálculo de los parámetros cinéticos se presentan en las ecuaciones (3.5) a la (3.8) [3.2].

$$b = \frac{T_y [T_x - T_z] \ln(y) - T_z [T_x - T_y] \ln(z)}{T_y [T_x - T_z] \ln\left(\frac{A_x}{A_y}\right) - T_z [T_x - T_y] \ln\left(\frac{A_x}{A_z}\right)} \quad (3.5)$$

$$E = \left[\ln y - b \ln \left(\frac{A_x}{A_y} \right) \right] \left[\frac{kT_x T_y}{T_x - T_y} \right] \quad (3.6)$$

$$S'' = \frac{\beta E \exp(E / kT_m)}{\left[bkT_m^2 \right] - (b-1)E \left(\int_{T_0}^{T_m} \exp(-E / kT') dT' \right) \exp(E / kT_m)} \quad (3.7)$$

$$n_0 = \frac{I_m \exp(E / kT_m)}{S''} \left(\frac{bkT_m^2 S''}{\beta E \exp(E / kT_m)} \right)^{b/b-1} \quad (3.8)$$

El análisis de componentes del destello TL y cálculo de parámetros cinéticos se realizó a las muestras de las series 0.06 y 0.08. A continuación se presentan los detalles de la metodología para la muestra 0.08A.

En la Figura 3.6 se muestra la curva de destello TL para la muestra. La curva consiste de dos picos principales, el primero a temperaturas bajas con intensidad máxima a 398 K (125°C) y, el segundo a temperaturas altas con intensidad máxima a 512 K (239°C).

El destello TL es el resultado de la superposición de dos picos. Para cuestiones de la determinación de los parámetros cinéticos se denominan pico I (ubicado en 512 K), pico II (ubicado en 398 K).

El análisis para determinar los parámetros cinéticos se inicia con el pico I. Primero, se calcula el orden cinético b utilizando la ecuación (3.5). Los valores de las intensidades I_x , I_y e I_z , se eligen arbitrariamente y el cálculo de las áreas A_x , A_y , y A_z , se realiza con un programa de MATLAB. Después, se determina la energía de activación E de acuerdo con la ecuación (3.6) y, con la ecuación (3.7) se calcula el factor pre-exponencial S'' . Finalmente, se determina el valor relativo a n_0 con la ecuación (3.8).

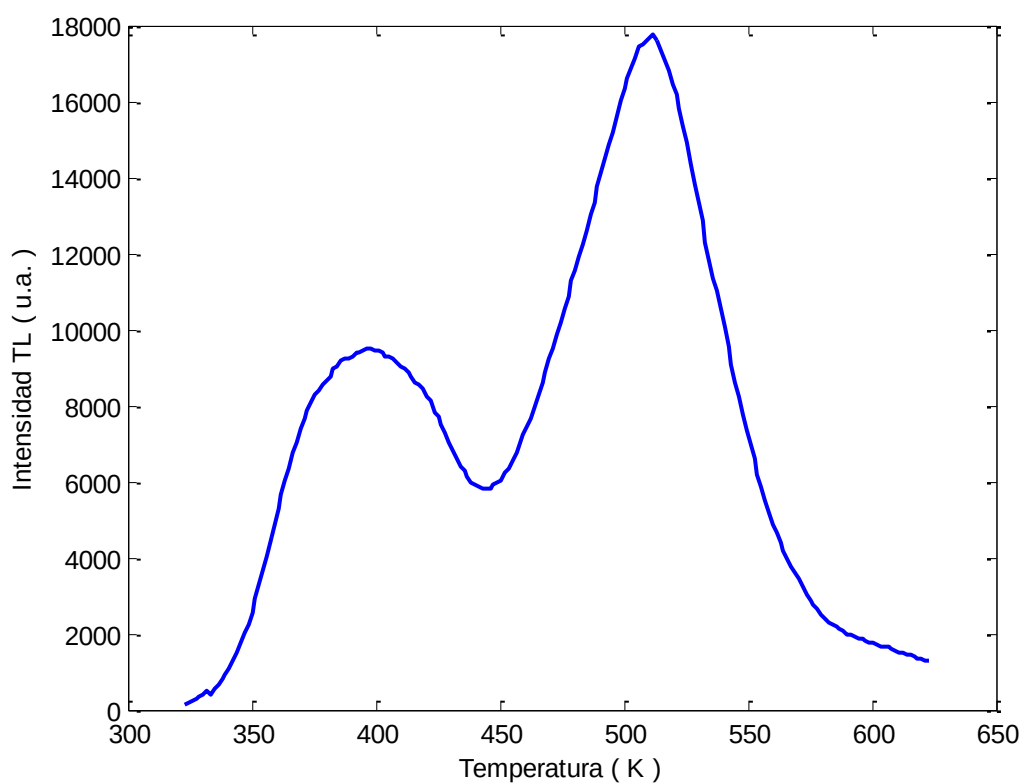


Figura 3.6 Curva de destello TL de la muestra 0.08A.

Los valores relativos a las temperaturas, intensidades del destello y áreas requeridos para la evaluación de parámetros cinéticos del pico I se listan en la Tabla 3.2. Los valores de cada uno de los parámetros cinéticos (b , E , S'' y n_0) se relacionan en la Tabla 3.3.

Tabla 3.2 Valor experimental de constantes para el cálculo de los parámetros cinéticos del pico I.

TEMPERATURA	VALOR	INTENSIDAD	VALOR	ÁREA	VALOR
T_x (K)	488	I_x	13321	A_x	1082400
T_y (K)	503	I_y	16875	A_y	854270
T_z (K)	527	I_z	14361	A_z	451710
T_m (K)	512	I_m	17767	—	—

El siguiente paso es obtener la forma teórica de la curva del destello TL para el pico I. Para tal efecto se emplea la ecuación (3.9) y los valores de los parámetros teóricos (b , E , S'' y n_0) de la Tabla 3.3.

$$I = \frac{n_0 S'' \exp(-E/kT)}{\left[1 + \left[\frac{(b-1)S''}{\beta} \right] \int_{T_0}^T \exp(-E/kT') dT' \right]^{b/b-1}} \quad (3.9)$$

Tabla 3.3 Parámetros cinéticos del pico I.

PARÁMETRO	VALOR	UNIDADES
b	1.7861	No aplica
E	0.9297	eV
S''	8.2029×10^7	s^{-1}
n_0	9.9087×10^5	cm^{-3}

En la Figura 3.7 se muestra las formas de las curvas de destello TL teórica y experimental.

Para el análisis del pico II se realiza la sustracción aritmética de la curva de destello TL experimental, ver Figura 3.6, y la curva del destello TL teórico del pico I, ver Figura 3.7. La forma de la curva resultante se muestra en la Figura 3.8.

Para obtener los parámetros cinéticos del pico II se repite la metodología utilizada en el pico I. A continuación se evalúan los valores del pico II. En la determinación de los parámetros no se consideran los valores negativos de la curva.

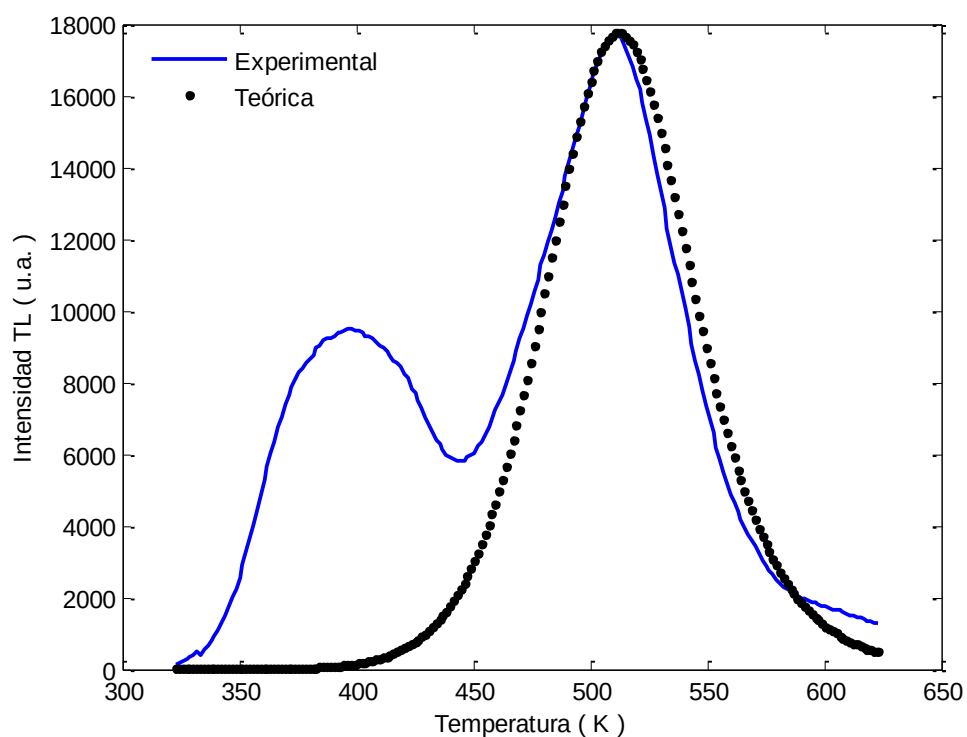


Figura 3.7 Curvas de los destellos TL experimental y teórico del pico I.

Los valores relativos a las temperaturas, intensidades del destello y áreas requeridos para la evaluación de los parámetros cinéticos del pico II se listan en la Tabla 3.4.

Tabla 3.4 Valor experimental de constantes para el cálculo de los parámetros cinéticos del pico II.

TEMPERATURA	VALOR	INTENSIDAD	VALOR	ÁREA	VALOR
T_x (K)	369.5	I_x	7375	A_x	690040
T_y (K)	389	I_y	9181.8	A_y	516300
T_z (K)	425	I_z	6930.9	A_z	205650
T_m (K)	398	I_m	9376.1	—	—

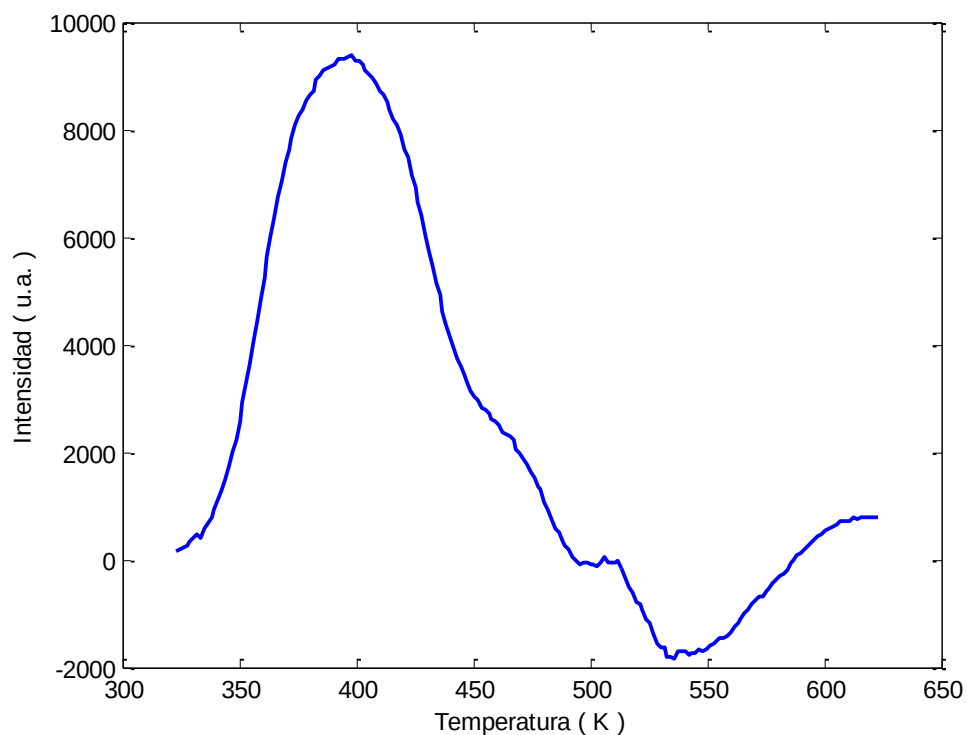


Figura 3.8 Curva del destello TL del pico II.

Los valores de cada uno de los parámetros cinéticos se relacionan en la Tabla 3.5.

Tabla 3.5 Parámetros cinéticos del pico II.

PARÁMETRO	VALOR	UNIDADES
b	1.3912	No aplica
E	0.3955	eV
S''	4136	s^{-1}
n_0	586590	cm^{-3}

En la Figura 3.9 se muestran los destellos TL experimental y teórico. La curva teórica se obtiene sustituyendo los valores de los parámetros cinéticos de la Tabla 3.5 en la ecuación (3.9).

En la Figura 3.10 se presentan la curva del destello experimental de la muestra 0.08A y la forma de los picos teóricos.

La curva experimental está formada por la superposición de los picos I y II. En la Figura 3.11 se muestran las dos curvas de destello TL experimental y teórica.

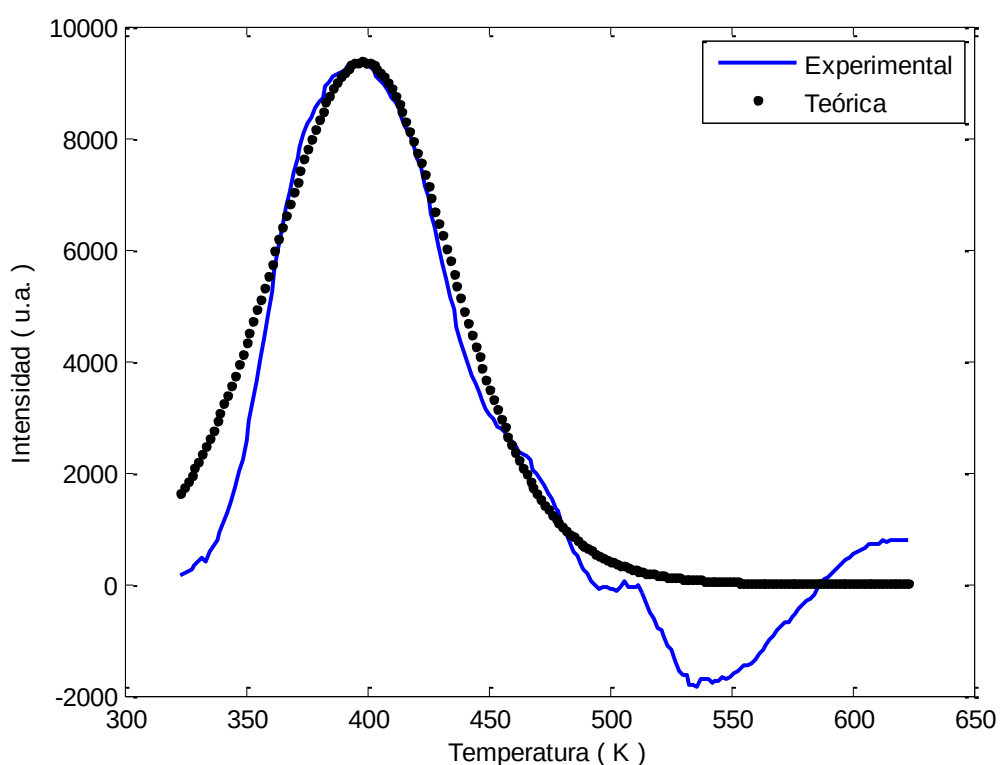


Figura 3.9 Curvas de los destellos TL experimental y teórico del pico II.

De manera similar se realiza la deconvolución de los destellos TL de las muestras con concentración 0.08 y 0.06, así como la determinación de sus parámetros cinéticos.

En la figura 3.12 se muestran los resultados correspondientes a la muestra 0.08B.

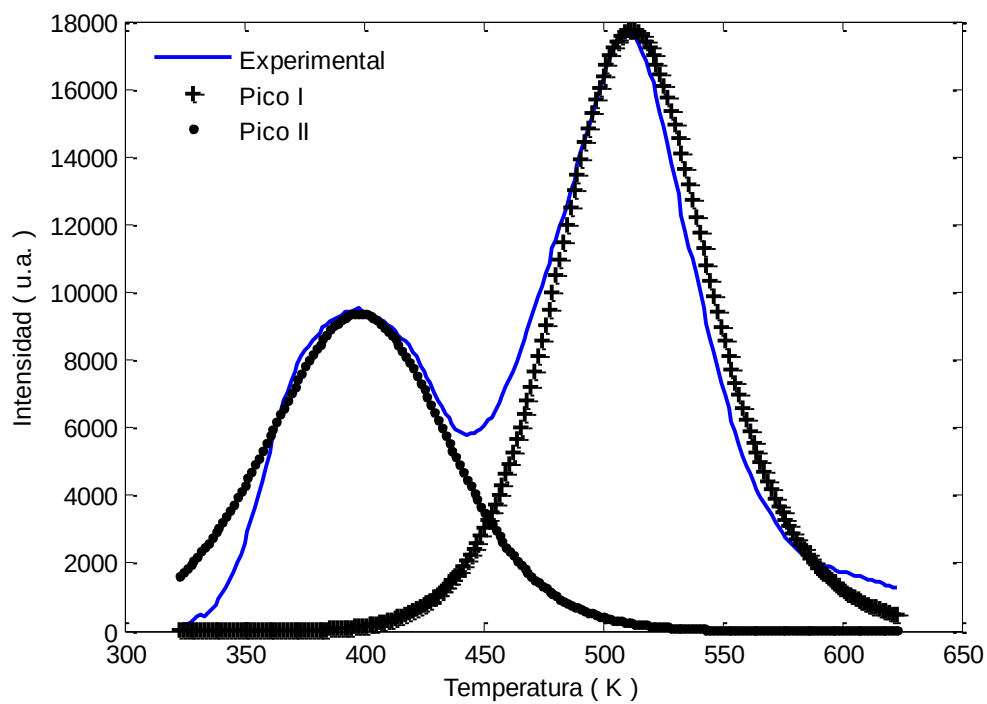


Figura 3.10 Curva del destello TL experimental y sus componentes teóricos.

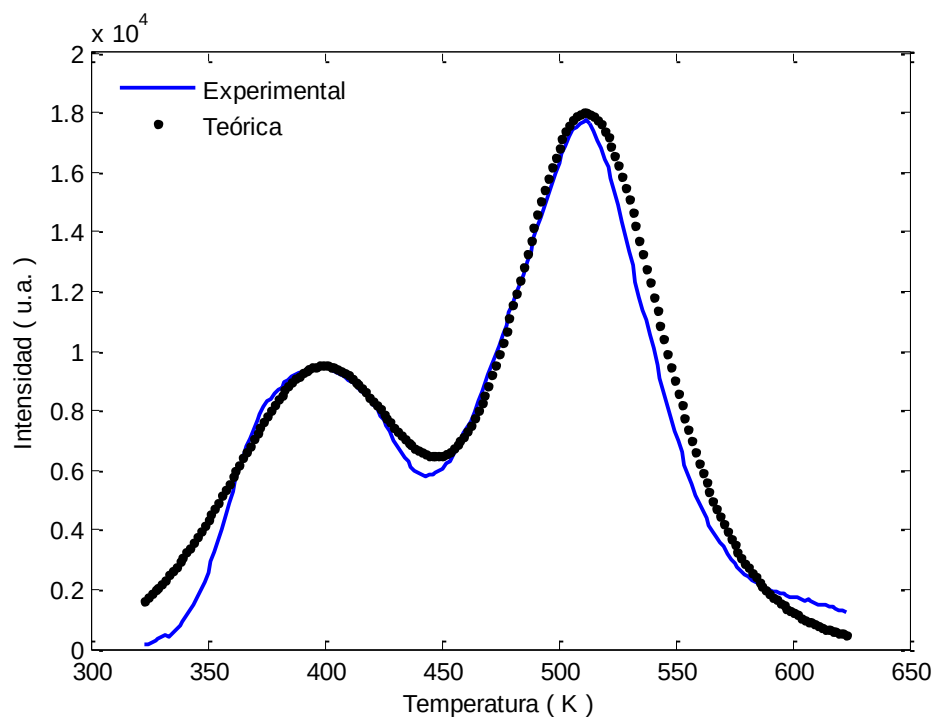


Figura 3.11 Curvas del destello TL de la muestra 0.08A, experimental y teórico.

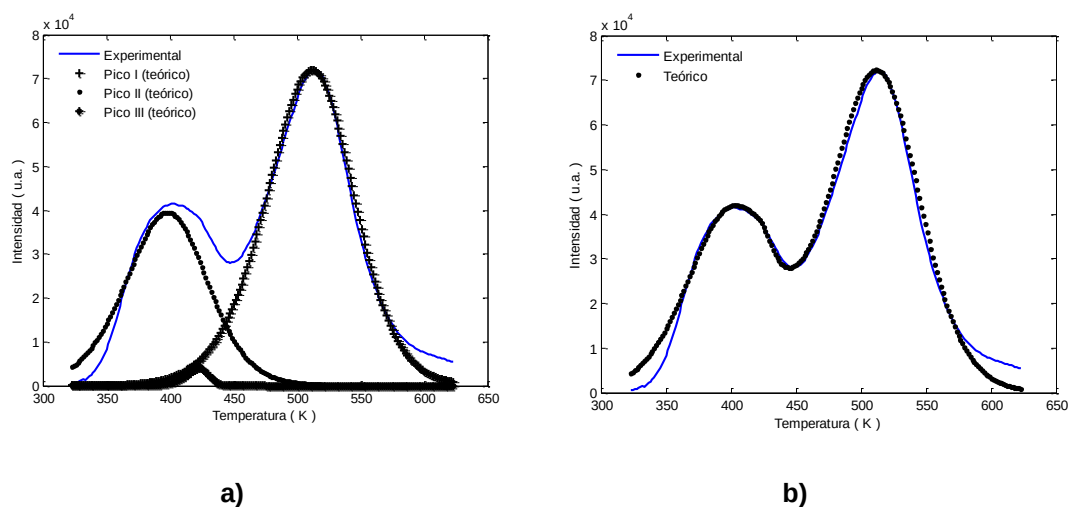


Figura 3.12 Deconvolución del destello TL de la muestra 0.08B. a) Componentes, b) Picos experimental y teórico.

Los valores relativos a las temperaturas, intensidades del destello y áreas requeridos para la evaluación de parámetros cinéticos se listan en la Tabla 3.6.

Tabla 3.6 Resultados de los parámetros cinéticos de la muestra 0.08B

Variable	Pico I	Pico II
T_x (K)	488	369.5
T_y (K)	503	389
T_z (K)	527	425
I_x	54150	26966
I_y	67716	38202
I_z	64978	30962
A_x	4693300	2808500
A_y	3775929	2112400
A_z	2095536	774640
T_m (K)	512	398
I_m	71973	39533
b	1.3972	1.4087
E (eV)	0.7438	0.4761
S'' (s ⁻¹)	9.9466×10^5	52778
n_0 (cm ⁻³)	4.2753×10^6	2.1405×10^6

En la figura 3.13 se muestran los resultados correspondientes a la muestra 0.08D.

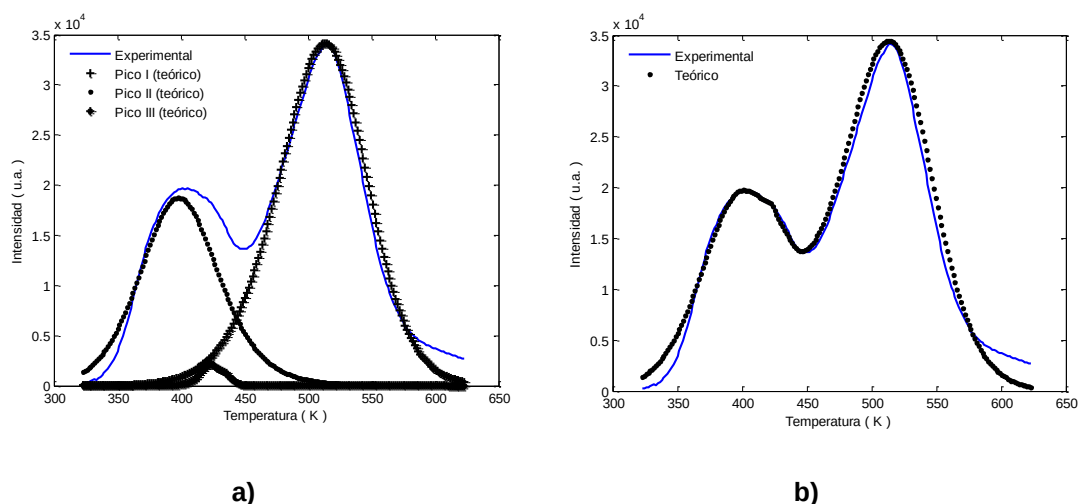


Figura 3.13 Deconvolución del destello TL de la muestra 0.08D. a) Componentes, b) Picos experimental y teórico.

Los valores relativos a las temperaturas, intensidades del destello y áreas requeridos para la evaluación de parámetros cinéticos se listan en la Tabla 3.7.

Tabla 3.7 Resultados de los parámetros cinéticos de la muestra 0.08D

Variable	Pico I	Pico II	Pico III
T_x (K)	488	369.5	410
T_y (K)	503	389	420.5
T_z (K)	527	416	432.5
I_x	25298	12121	656.6
I_y	31599	18034	1952.6
I_z	30540	17018	2145.6
A_x	2209992	1.3291×10^6	55749
A_y	1782400	1.0077×10^6	39387
A_z	990260	5.1703×10^5	13295
T_m (K)	513.5	398	426.5
I_m	34145	18753	2384.1
b	1.351	1.6719	1.531
E (eV)	0.7233	0.5463	2.2947
S'' (s ⁻¹)	5.7816×10^5	4.592×10^5	2.8189×10^{26}
n_0 (cm ⁻³)	2.0536×10^6	9.9834×10^5	35941

El análisis de los destellos termoluminiscentes de las muestras de la serie 0.08, manifiesta una dependencia con las condiciones del tratamiento térmico. La intensidad del destello es superior en la muestra con tratamiento

térmico de mayor duración (seis hrs). En cuanto a la convolución de los destellos TL en la muestra A está formados por dos picos y las muestras B y D presenta tres picos.

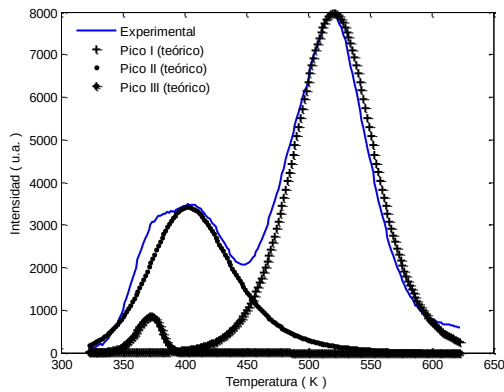
En lo referente a la intensidad máxima de cada pico, en las tres muestras, ocurre en valores similares de temperatura. En las muestras A y B se presenta a los 512 K, en la muestra D sucede a los 513.5 K. Para el pico II, en las tres muestras acontece a los 398 K. El pico III de la muestra D se presenta a los 426.5 K.

En la figura 3.14 se muestran los resultados correspondientes a las muestras de la serie 0.06.

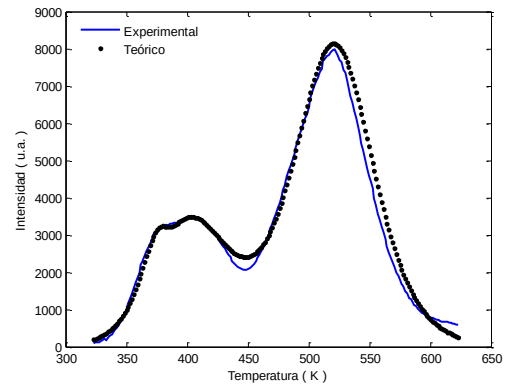
Los valores relativos a las temperaturas, intensidades del destello y áreas requeridos para la evaluación de parámetros cinéticos de la muestra 0.06B se listan en la Tabla 3.8.

Los valores relativos a las temperaturas, intensidades del destello y áreas requeridos para la evaluación de parámetros cinéticos de la muestra 0.06D se listan en la Tabla 3.9.

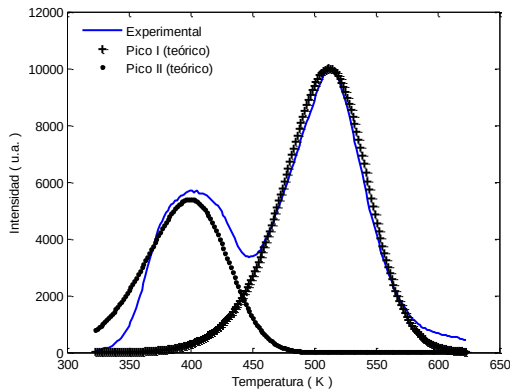
Las muestras de la serie 0.06, también manifiestan una dependencia con las condiciones del tratamiento térmico, similar al caso de las muestras de la serie 0.08. En la muestra 0.06, la curva con mayor intensidad corresponde a la 0.06D, en ésta el tratamiento térmico fue a 450 °C por seis horas. La muestra 0.06B tiene una curva TL con menor intensidad el tratamiento térmico fue a 400 °C por seis horas.



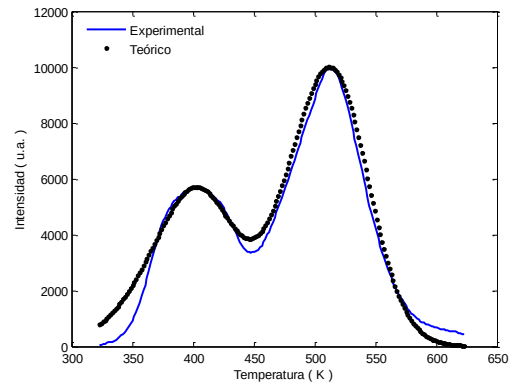
a)



b)



c)



d)

Figura 3.14 Deconvolución del destello TL de la muestra 0.06. a) Componentes muestra 0.06B, b) Picos experimental y teórico muestra 0.06B. c) Componentes muestra 0.06D, d) Picos experimental y teórico muestra 0.06D.

En cuanto a la convolución de los destellos TL, la muestra B está formada por tres picos y la D por dos. En lo referente a la intensidad máxima de cada pico, en las dos muestras se presenta en valores similares. En la muestra B el pico máximo ocurre a los 521 K, en la muestra D a los 512 K. Para el pico II la intensidad máxima se presenta a los 402.5 K y 399.5 K, respectivamente. La intensidad máxima del pico III, de la muestra B, se presenta a los 372.5 K.

Tabla 3.8 Resultados de los parámetros cinéticos de la muestra 0.06B

Variable	Pico I	Pico II	Pico III
T_x (K)	497	377	356
T_y (K)	512	389	365
T_z (K)	536	425	386
I_x	6155	3127.2	451.4
I_y	7674	3303.4	801.1
I_z	6560	2706	331.5
A_x	4.8317×10^5	2.4266×10^5	2.4316×10^4
A_y	3.7924×10^5	1.9078×10^5	1.5374×10^4
A_z	1.9766×10^5	8.5009×10^4	1.0638×10^3
T_m (K)	521	402.5	372.5
I_m	7976	3422.3	883.8
b	1.6562	2.0533	1.2567
E (eV)	0.9089	0.5779	1.4304
S'' (s^{-1})	3.4103×10^7	9.5566×10^5	3.9984×10^{18}
n_0 (cm^{-3})	4.4884×10^5	2.0141×10^5	1.4426×10^4

Tabla 3.9 Resultados de los parámetros cinéticos de la muestra 0.06D

Variable	Pico I	Pico II
T_x (K)	486.5	374
T_y (K)	500	389
T_z (K)	527	419
I_x	7099	4265.2
I_y	8844	5194.1
I_z	8611	4535.7
A_x	6.1369×10^5	3.3530×10^5
A_y	5.0592×10^5	2.5776×10^5
A_z	2.4881×10^5	1.0342×10^5
T_m (K)	512	399.5
I_m	10006	5400.6
b	1.2246	1.0982
E (eV)	0.7085	0.4061
S'' (s^{-1})	4.3243×10^5	5.7735×10^3
n_0 (cm^{-3})	5.7764×10^5	2.9261×10^5

3.4 Conclusiones del capítulo

Se caracterizaron individualmente los picos TL de la muestra con concentración de cobalto de 0.08 del nanomaterial. Se calcularon los parámetros cinéticos de las trampas para cada uno de los destellos individuales. Los parámetros incluyen, el orden cinético b , energía de

activación E (eV), factor pre-exponencial S'' (s^{-1}) y, concentración inicial de electrones atrapados n_0 (cm^{-3}). La metodología de análisis empleada fue el de tres puntos.

El destello TL de la muestra 0.08A está formado por la superposición de dos picos en el rango de 96.5 a 239 °C.

La estructura del pico TL del nanomaterial es menos compleja comparada con la del LiF:Mg,Ti (TLD-100). El LiF:Mg,Ti es el material más utilizado en DTL. Este material presenta una curva TL compuesta por 12 picos comprendidos en el rango de 25 a 400 °C. De los 12 picos del LiF:Mg,Ti, cinco son característicos y sólo tres se emplean para la medida de dosis [3.5].

En dosimetría, la temperatura máxima de lectura suele limitarse entre 250 ó 300 °C. Para los materiales tradicionales los picos de destello están entre 150 – 250 °C.

Los resultados obtenidos muestran un rango de temperatura similar a los que presentan la mayoría de los dosímetros termoluminiscentes. Para el nanomaterial dos picos son susceptibles de emplearse en termoluminiscencia, el de 125 y 239 °C.

Bibliografía

- [3.1] Pacheco, F. González, M. Medina, A. Velumani, S. Ascencio, J. A. *Structural analysis of cobalt titanate nanoparticles obtained by sol-gel process*. Appl. Phys. A 78, 531-536. 2004.
- [3.2] Rasheedy, M. S. EL-Sherif, M. A. Hefni, M. A. *Applications of the three points analysis method for obtaining the trap parameters and the separation of thermoluminescence glow curve into its components*. Radiation Effects & Defects in Solids. Vol. 161, No. 10, 579-590. October 2006.
- [3.3] Furetta, C. Kitis, G. *Review Models in Termoluminescence*. Journal of Materials Science 39, 227-2294. 2004.
- [3.4] Ogundare, F. O. and Chithambo, M. L. *Two-point method for kinetic analysis of a thermoluminescence glow peak*. Radiation Effects & Defects in Solids. Vol. 161, No.5, 289-296. May 2006.
- [3.5] Muñiz, Gutiérrez José Luís. *Métodos experimentales de dosimetría postal para el control de calidad en radioterapia basada el LiF:Mg, Ti (TLD-100) y LiF:Mg, Cu, P (GR-200)*. Tesis doctoral. Universidad Complutense de Madrid. 1999.

CAPÍTULO 4

DISEÑO DEL MICRODOSÍMETRO

4.1 Previo

En este capítulo se presenta el diseño y simulación del microdosímetro de radiación ionizante. El microdosímetro consta de tres microestructuras ensambladas. La primera corresponde a un sustrato con cavidad, la segunda a la combinación de membrana-calefactor y, la tercera al contenedor del nanomaterial.

La estructura del microcalentador es fundamental para el funcionamiento esperado del microdosímetro. En consecuencia se diseña el microcalentador, se obtiene su modelo matemático y se analiza su funcionamiento mediante simulaciones térmicas y estructurales.

También, se realizan las simulaciones de transferencia de calor para las tres estructuras, con el propósito de corroborar la distribución de temperatura en el contenedor. El diseño de la geometría del microcalefactor se realiza en el software de CAD INVENTOR y las simulaciones de análisis multifísico se ejecutan en ALGOR.

4.2 Diseño del microdosímetro

El principal reto para diseñar el microdosímetro se presenta en la estructura de sujeción del nanomaterial. Existen varios métodos de deposición de material, la literatura hace referencia a los métodos de epitaxia, oxidación, “sputtering”, CVD, “spin-on”, sol-gel, entre otros. Pero ninguno de estos métodos se puede utilizar porque el nanomaterial tiene alta fragilidad y es difícil su fijación a cualquier tipo de sustrato.

El nanomaterial se obtiene por proceso sol-gel, su presentación es amorfa, es decir, después del proceso sol-gel aún no se han formado las nanopartículas de titanato de cobalto. Para obtener el nanomaterial debe ser sometido a tratamiento térmico. En consecuencia el material no se puede depositar en estado gel sobre el sustrato, porque aún será sometido a tratamiento térmico y, es en esta etapa donde adquiere su alta fragilidad.

La propuesta para sujeción del nanomaterial consiste en depositar el nanomaterial en estado gel en un contenedor de silicio y después hacer el tratamiento térmico. Una vez verificado la formación de las nanopartículas, se procederá a ensamblar el contenedor con los otros dos elementos y formar el microdosímetro.

Por lo anterior, la estructura del microdosímetro consta de un arreglo de cuatro celdas básicas, en la Figura 4.1 se muestra el diagrama conceptual. Cada celda básica está formada por tres elementos: 1) sustrato con cavidad, 2) membrana con microcalentador y, 3) contenedor del nanomaterial. En la Figura 4.2 se muestra el diagrama esquemático.

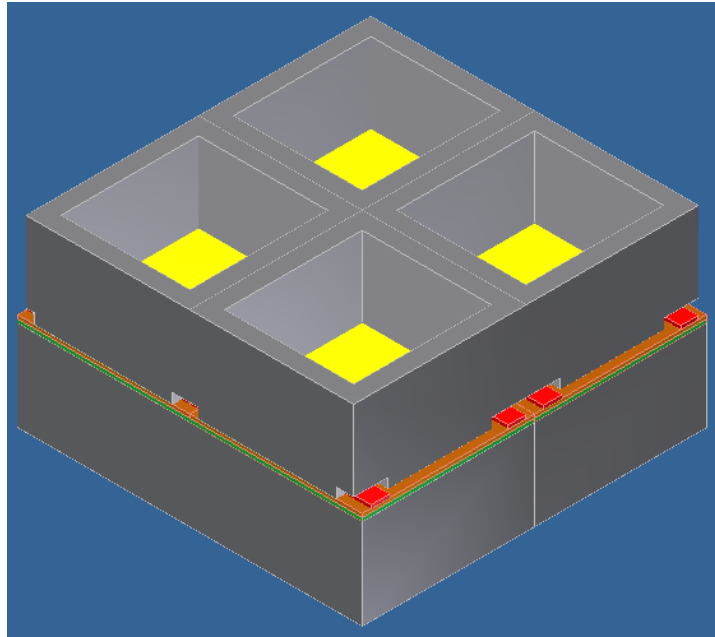


Figura 4.1 Diagrama conceptual del micro dosímetro.

4.3 Parámetros de diseño del microcalefactor

Las especificaciones térmicas para el diseño del microcalefactor, se definen considerando el proceso para obtener los destellos termoluminiscentes del nanomaterial, ver sección 3.3.

El microcalentador debe generar el calor necesario para estimular las propiedades termoluminiscentes del nanomaterial. El calor se obtiene a partir del Efecto Joules. El calefactor transfiere calor al contenedor y del contenedor al nanomaterial. La transferencia de calor del contenedor al nanomaterial será por conducción. Por tanto, al tener una distribución uniforme de temperatura en el contenedor se logrará estimular el fenómeno termoluminiscente del nanomaterial.

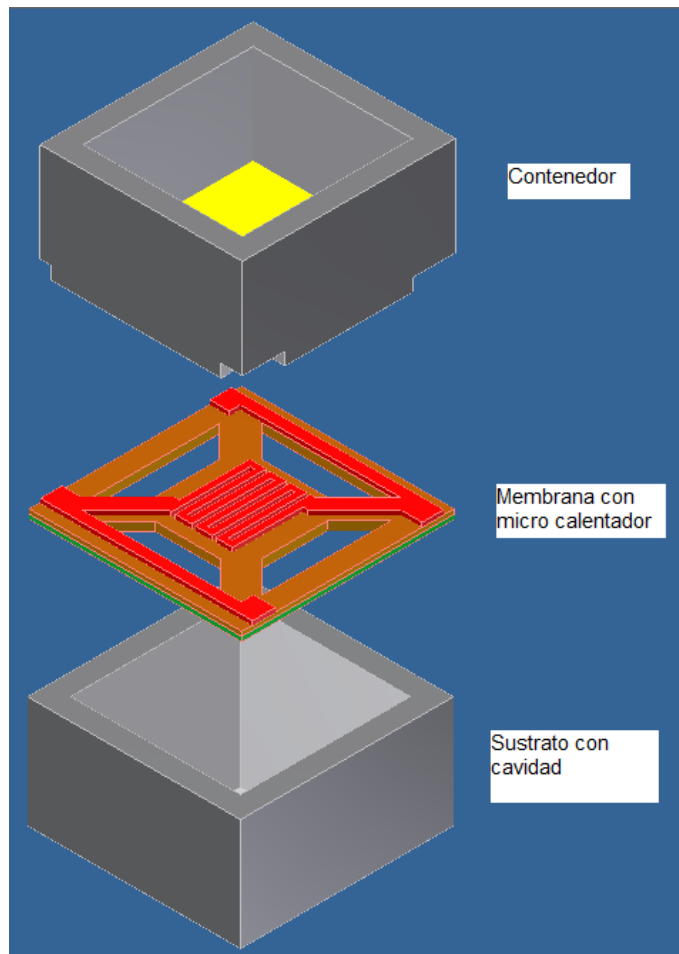


Figura 4.2 Diagrama esquemático de la celda básica.

El funcionamiento del microcalefactor es esencial para el funcionamiento del MEMS. El diseño se inicia considerando las variables físicas del microcalefactor.

El cálculo de la potencia eléctrica necesaria para incrementar la temperatura del contenedor, de 25 a 350 °C en 70 segundos, se realiza en base a las características del contenedor. La Figura 4.3 muestra la geometría del contenedor.

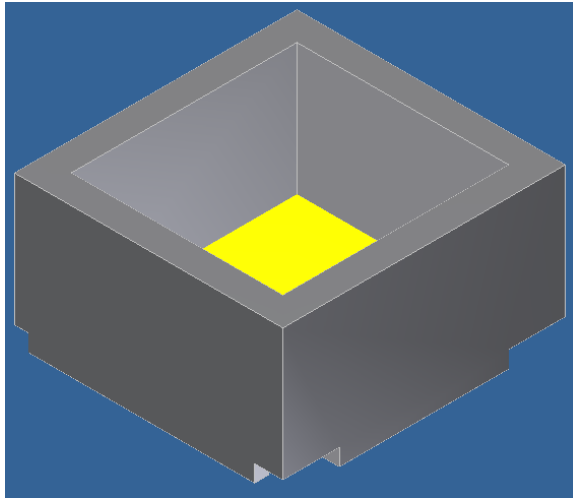


Figura 4.3 Contenedor, vista isométrica.

Aplicando la fórmula de transferencia de calor, se obtiene la cantidad de energía calorífica necesaria para incrementar la temperatura del contenedor en el rango deseado [4.1].

$$Q = mC\Delta T \quad (4.1)$$

en donde, m es la masa del contenedor, C el calor específico del silicio ($0.7 \text{ J/g } ^\circ\text{C}$) y ΔT la diferencia de temperatura ($325 \text{ } ^\circ\text{C}$).

Para determinar la masa del contenedor se considera el volumen del mismo (0.18735 mm^3) y la densidad del silicio (2320 kg/m^3), por tanto la masa es igual $4.3462 \times 10^{-4} \text{ g}$.

Sustituyendo los valores correspondientes en la fórmula (4.1), se obtiene la cantidad de energía calorífica,

$$Q = 0.098 \text{ J}$$

Por tanto, la potencia necesaria para incrementar la temperatura del contenedor de silicio de 25 a $350 \text{ } ^\circ\text{C}$ en 70 segundos, es igual a

$$P = \frac{Q}{t} = 1.41 \text{ mW}$$

Para los cálculos subsecuentes la potencia se aproxima a 1.5 mW.

4.4 Fundamentos teóricos del microcalefactor

El objetivo es determinar la distribución de temperatura sobre el microcalefactor y comprobar su integridad estructural (mediante la determinación de los esfuerzos térmicos, expansiones y deflexiones) [4.2]. La uniformidad de la temperatura dependerá de las propiedades del material y de la geometría [4.3].

Para determinar la distribución de temperatura en las superficies del microcalefactor es necesario resolver la ecuación de calor con las condiciones de frontera apropiadas. La solución dependerá de las condiciones físicas presentes en las fronteras del medio y del tiempo. Las condiciones de frontera se obtienen de la geometría y propiedades del material a emplear en el modelo. En consecuencia, primero se define la geometría y el material a utilizar en su fabricación y, después se obtiene el modelo matemático que describe la distribución de temperatura.

La ecuación general de conducción de calor, para el caso multidimensional y en coordenadas cartesianas se presenta en la ecuación (4.2).

$$\frac{\partial}{\partial x} \left(k \frac{\partial T}{\partial x} \right) + \frac{\partial}{\partial y} \left(k \frac{\partial T}{\partial y} \right) + \frac{\partial}{\partial z} \left(k \frac{\partial T}{\partial z} \right) + \dot{e}_{gen} = \rho c \frac{\partial T}{\partial t} \quad (4.2)$$

en donde, ρ es la densidad del material, c el calor específico, k la conductividad térmica y $\dot{e}_{gen}$ es la generación de calor en el microcalefactor.

La generación de calor, $\dot{e}_{gen}$, es una manifestación de algún proceso de conversión de energía, en donde se incluyen energía térmica por un lado y energía eléctrica, química o nuclear por el otro. Para el caso en estudio, la generación de calor se obtiene por la conversión de energía eléctrica a térmica.

La ecuación (4.2) se modifica para casos específicos, en función a las propiedades del material, tipo de análisis (estado estable o transitorio), condiciones iniciales y, condiciones de frontera (geometría), entre otros muchos casos. A continuación se desglosan las expresiones matemáticas para determinadas condiciones.

Sí la conductividad térmica es constante, la ecuación general (4.2) se transforma en la siguiente expresión [4.1],

$$\frac{\partial^2 T}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial z^2} + \frac{\dot{e}_{gen}}{k} = \frac{1}{\alpha} \frac{\partial T}{\partial t} \quad (4.3)$$

en donde $\alpha = k/\rho c$ es la difusividad térmica del material.

La ecuación (4.3) se conoce como ecuación de Fourier-Biot y en condiciones específicas se reduce a los siguientes casos [4.1]:

a) Régimen transitorio, llamada ecuación de Poisson:

$$\frac{\partial^2 T}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial z^2} + \frac{\dot{e}_{gen}}{k} = 0 \quad (4.4)$$

b) Régimen transitorio sin generación de calor, llamada ecuación de difusión:

$$\frac{\partial^2 T}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial z^2} = \frac{1}{\alpha} \frac{\partial T}{\partial t} \quad (4.5)$$

c) Régimen transitorio sin generación de calor, llamada ecuación de Laplace:

$$\frac{\partial^2 T}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial z^2} = 0 \quad (4.7)$$

4.5 Geometría del microcalefactor

El diseño del microcalefactor es crucial para controlar la distribución de temperatura a lo ancho del área activa, por esta razón es importante la definición de su geometría. El microcalefactor debe ser de estructura pequeña, fabricado con tecnología de microelectrónica y tener un bajo consumo de potencia. La microestructura constará de una membrana plana micromaquinada en polisilicio sobre un sustrato de silicio. La longitud de la membrana y el tamaño del calefactor son determinantes en el consumo de potencia y en la robustez del dispositivo [4.4].

Existen geometrías básicas para estructuras de microcalefactores, ver Figura 4.4. Estas estructuras se conocen como: diseño convencional, plano con orificio central, doble espiral, forma de S, forma de abanico y forma de combo.

En estas estructuras la distribución de temperatura es uniforme sobre el área del mismo. Las pistas paralelas reducen la resistencia total del calentador y en consecuencia disminuyen la tensión de operación. La optimización del dispositivo dependerá de la relación membrana-calentador, la geometría total y el diseño [4.5].

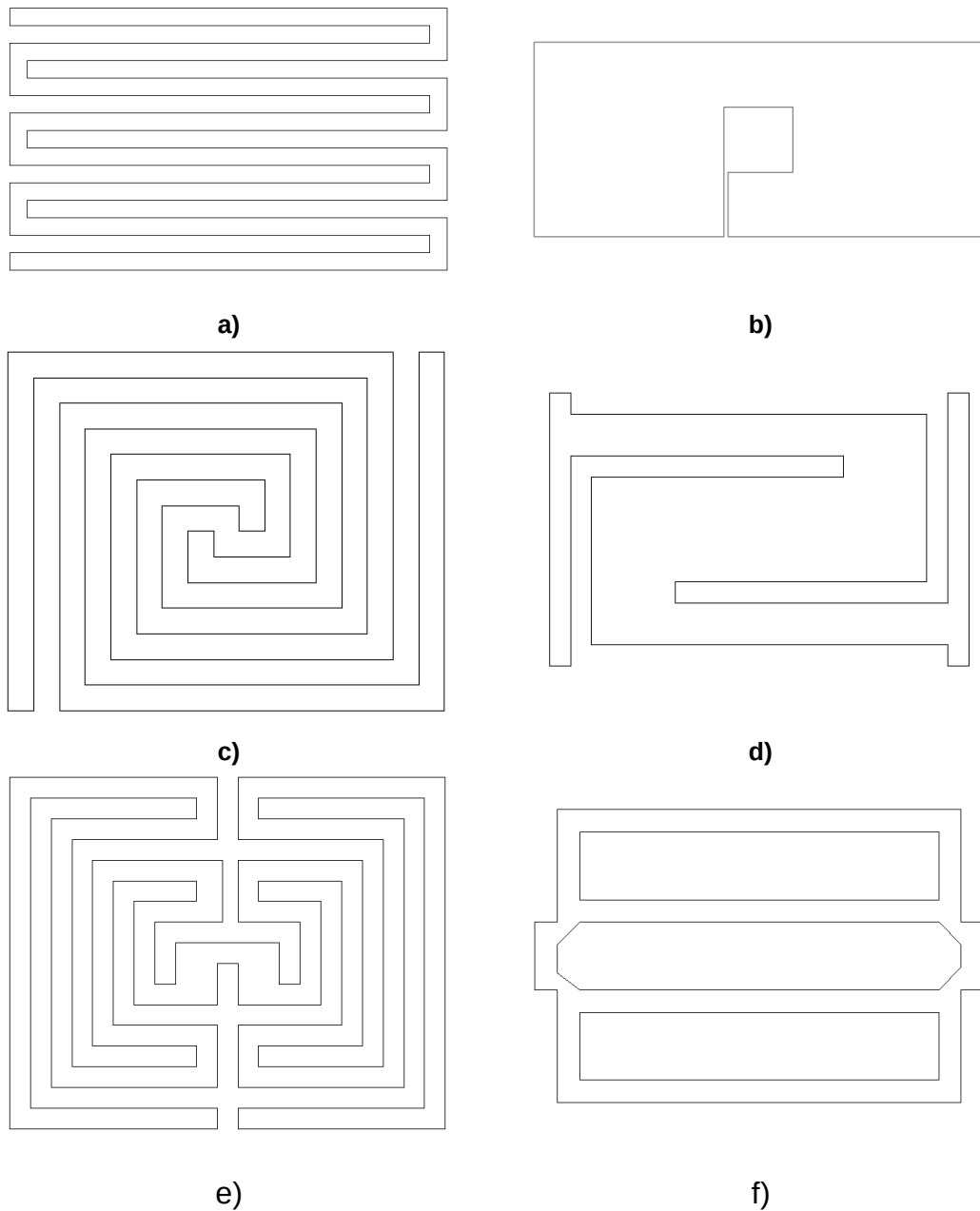


Figura 4.4 Geometrías de micro calefactores. a) forma tradicional, b) plana con orificio central, c) doble espiral, d) forma de S, e) forma de abanico, f) forma de combo [4.3].

Para el presente trabajo se elige la geometría de forma tradicional. La geometría del microcalefactor se muestra en la Figura 4.5. Sus dimensiones son, longitud 2.9568 mm, ancho 0.0288 mm y espesor 0.002 mm (longitud L , ancho W y espesor B).

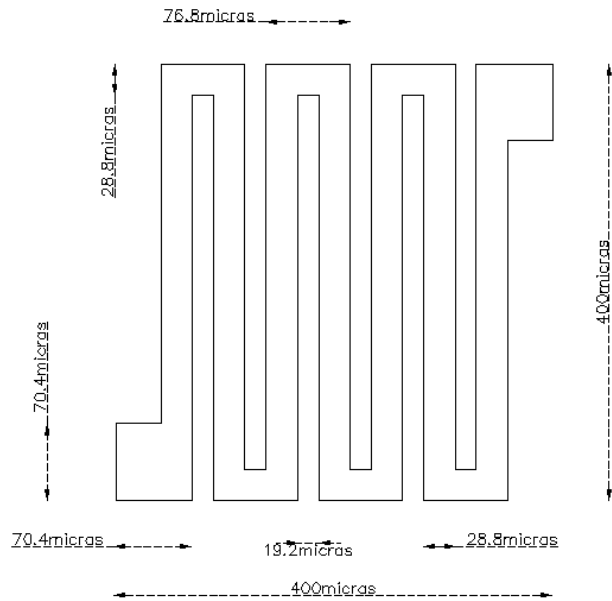


Figura 4.5 Geometría del microcalefactor.

4.6 Material para el microcalefactor

La resistencia del microcalefactor se construirá con polisilicio. El polisilicio se emplea ampliamente en la fabricación de MEMS, debido a su facilidad para ser depositado sobre diversos sustratos. Sin embargo, las propiedades de las películas de polisilicio dependen de los procesos empleados en la deposición. Sus propiedades mecánicas son función de la presión y temperatura del proceso de deposición [4.6]. Su resistividad es función del tamaño de los granos del cristal, la concentración de impurezas y la temperatura [4.7].

Asimismo, sus propiedades térmicas, como el coeficiente de expansión, dependen de la composición exacta del material, del proceso y equipo utilizado, así como del historial de tratamiento térmico. Por esta razón, la información de las propiedades térmicas coleccionada en la

literatura varía considerablemente. En la Tabla 4.1 se listan las principales propiedades del material. Algunos de los datos de la Tabla 4.1 corresponden al material en bulto y sólo deben ser utilizados como referencia cuando se trata de muestras microscópicas [4.8].

Tabla 4.1. Propiedades del polisilicio LPCVD.

Propiedad	Valor
Módulo de elasticidad (GPa)	120-175
Esfuerzo de fractura (GPa)	1-3
Esfuerzo de fluencia (GPa)	N/A
Dureza de fractura (MPa ^{m^{1/2}})	1
Relación de Poisson	0.15-0.36
Conductividad térmica (W/mK)	34*
Coefficiente lineal de expansión térmica (ppm/K)	2.33*
Coefficiente Seebeck (μV/K)	50-150
Resistividad (10 ⁻⁸ Ωm)	Doping
TCR (ppm/°C)	Doping

4.7 Distribución de temperatura del microcalefactor

De la ecuación general de conducción de calor (4.2) y considerando la superficie superior como el área normal al flujo de calor, se obtiene la ecuación diferencial aplicable a la estructura del microcalefactor,

$$\frac{\partial}{\partial z} \left(k \frac{\partial T}{\partial z} \right) + \dot{e}_{gen} = \rho c \frac{\partial T}{\partial t} \quad (4.7)$$

En general, la conductividad térmica k del material depende de la temperatura T y, por tanto de la posición z , por consiguiente no se puede

* El valor de la razón de Poisson depende de la orientación del cristal.

extraer de la derivada. No obstante en la mayor parte de las aplicaciones prácticas la conductividad térmica se considera constante, con un valor promedio. Bajo ésta consideración la ecuación (4.7) se reduce a,

$$\frac{\partial^2 T}{\partial z^2} + \frac{\dot{e}_{gen}}{k} = \frac{1}{\alpha} \frac{\partial T}{\partial t} \quad (4.8)$$

La energía térmica en el microcalefactor, $\dot{e}_{gen}$, se genera debido a la conversión de energía eléctrica a térmica. La razón de generación de energía, al pasar una corriente I a través del conductor con resistencia eléctrica R_e es,

$$\dot{E}_{gen} = I^2 R_e \quad (4.9)$$

Además, la generación de potencia (W) ocurre de manera uniforme a lo largo del conductor de volumen V , por ende la razón de generación volumétrica será constante.

Para calcular $\dot{e}_{gen}$ se considera la potencia del microcalefactor, $\dot{E}_{gen}$ (1.5 mW), y su geometría. El microcalefactor convertirá energía eléctrica en calor a una razón de $\dot{E}_{gen}$ Watts. Entonces, la velocidad de generación de calor en la resistencia por unidad de volumen se determina al dividir la velocidad total de generación de calor entre el volumen del alambre, matemáticamente se expresa en la ecuación (4.10).

$$\dot{e}_{gen} = \frac{\dot{E}_{gen}}{V_{calefactor}} = 8.35 \times 10^{-9} \frac{W}{\mu m^3} \quad (4.10)$$

De manera análoga, el flujo de calor sobre la superficie exterior del microcalefactor, como resultado de la generación de calor, se determina al

dividir la velocidad total de la generación entre el área superficial del alambre, matemáticamente,

$$\dot{q} = \frac{\dot{E}_{gen}}{A_{calefactor}} = \frac{\dot{E}_{gen}}{LW} = 1.76 \times 10^{-8} \frac{W}{\mu m^2} \quad (4.11)$$

Sustituyendo la ecuación (4.10) en la ecuación (4.8) se obtiene la ecuación (4.12), para la distribución de temperatura sobre la superficie superior del microcalefactor.

$$\frac{\partial^2 T}{\partial z^2} + \frac{\dot{E}_{gen}}{kLWB} = \frac{1}{\alpha} \frac{\partial T}{\partial t} \quad (4.12)$$

El objetivo es conocer la distribución de temperatura en estado estable, para este caso la temperatura es constante con respecto al tiempo, es decir $\frac{\partial T}{\partial t} = 0$, por tanto, se obtiene la siguiente expresión, para el caso específico de régimen estacionario con generación de calor,

$$\frac{\partial^2 T}{\partial z^2} + \frac{\dot{E}_{gen}}{kLWB} = 0 \quad (4.13)$$

Para obtener la solución de la ecuación (4.13) se requieren de dos condiciones de frontera: a) temperatura superficial constante $T_s = T(z)$ y, b) condición de simetría $\frac{dT(0)}{dz} = 0$. La primera condición está relacionada con mantener una temperatura constante e igual en ambas superficies. La segunda condición corresponde a una superficie perfectamente aislada [4.2]. La solución de la ecuación (4.13) es,

$$T(z) = T_s + \frac{\dot{E}_{gen}}{2kLWB} (z_0^2 - z^2) \quad (4.14)$$

A partir de la ecuación (4.14), se aplica la ley de Fourier ($q_z = -kAdT/dz$) para calcular el flujo de calor por unidad de tiempo, q_z , y la razón de flujo de calor por unidad de área, $\dot{q}_z$. En la ecuación (4.15) se presenta las expresiones matemáticas para ambos conceptos.

$$q_z = \frac{\dot{E}_{gen}}{B} z ; \quad [Watts] \quad (4.15)$$

$$\dot{q}_z = \frac{\dot{E}_{gen}}{LWB} z ; \quad [Watts / m^2]$$

Las expresiones (4.15) muestran la dependencia del flujo de calor y la razón de calor con la variable z . Los resultados numéricos para $z = 0.001 \text{ mm}$, son iguales a:

$$q_z = 7,500 \frac{erg}{s} \quad (4.16)$$

$$\dot{q}_z = 83504.98 \frac{erg}{mm^2 s}$$

4.8 Simulaciones térmica y estructural

Se realizan dos tipos de simulaciones, análisis térmico y análisis estructural. En el primer caso se ejecuta la simulación de transferencia de calor en estado estable para observar la distribución de temperatura y el flujo de calor en el modelo. Para la simulación estructural se ejecuta el análisis de esfuerzo estático con modelos de material lineal, con el propósito de analizar los esfuerzos, desplazamientos y deformaciones generados por las cargas térmicas. Las simulaciones se realizan en el software ALGOR.

A continuación se presentan los resultados de la simulación de transferencia de calor en estado estable. El análisis se realiza considerando

a la conducción como el mecanismo de transferencia y al material con la conductividad independiente de la temperatura [4.1]. Las Figuras 4.6 a la 4.9 muestran las simulaciones de la distribución de temperatura, transferencia de calor y velocidad de transferencia de calor en la superficie del microcalefactor, respectivamente.

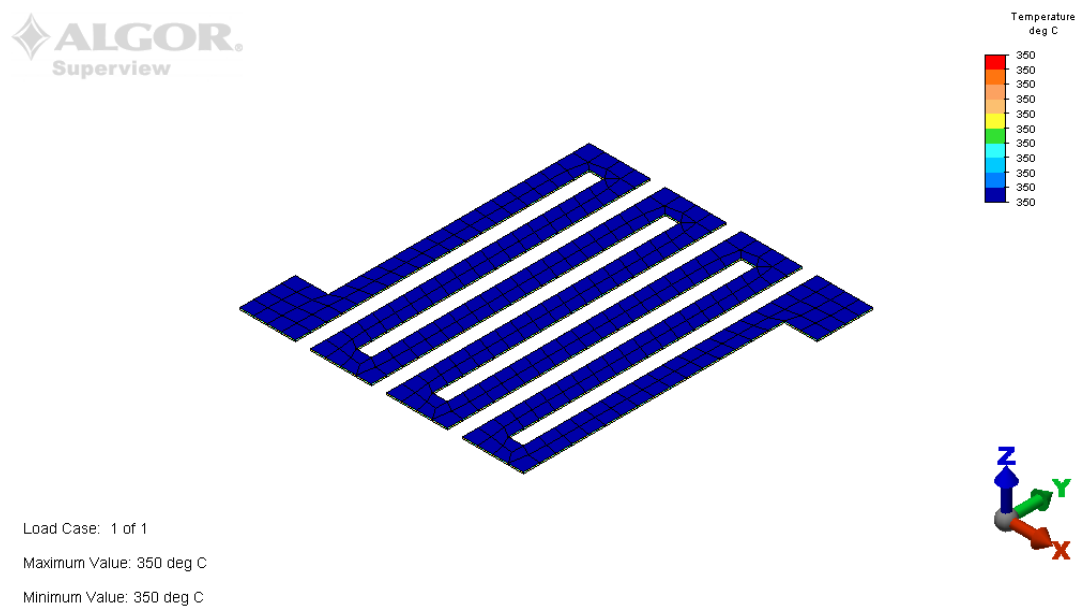


Figura 4.6 Distribución de temperatura sobre la superficie del microcalefactor.

Los resultados de la simulación de transferencia de calor en estado estable coinciden con los resultados teóricos. En la Tabla 4.2 se presentan los valores numéricos de las variables en ambos casos.

La simulación proporciona la razón de flujo de calor por elemento de la estructura del microcalefactor, por tanto, para obtener la razón de flujo de calor total se realiza la sumatorio de todos los elementos.

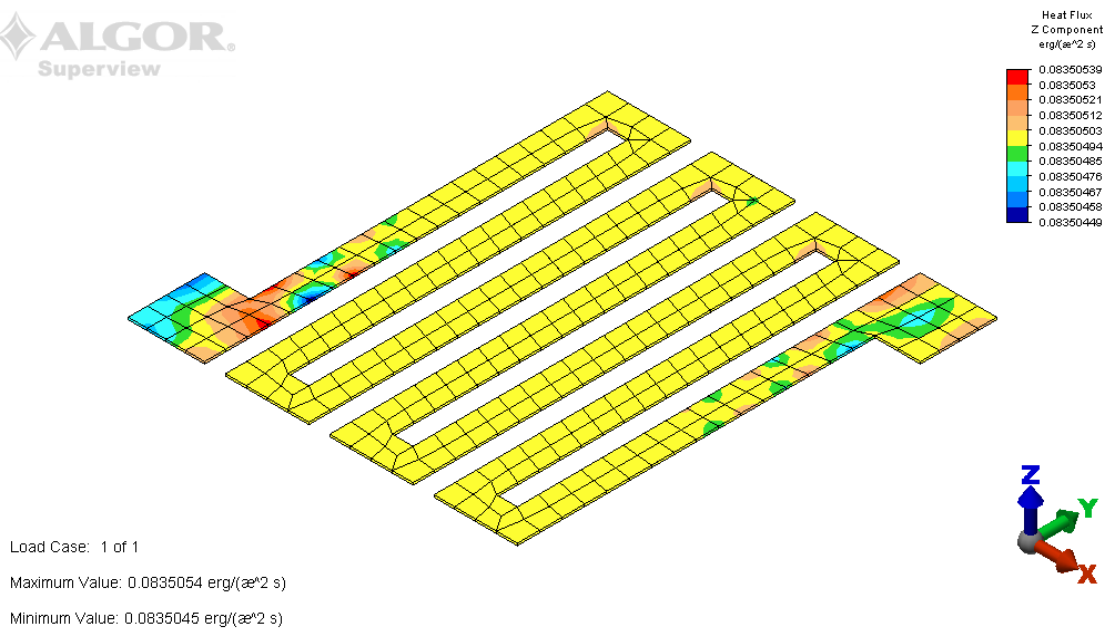


Figura 4.7 Flujo de calor en la dirección z.

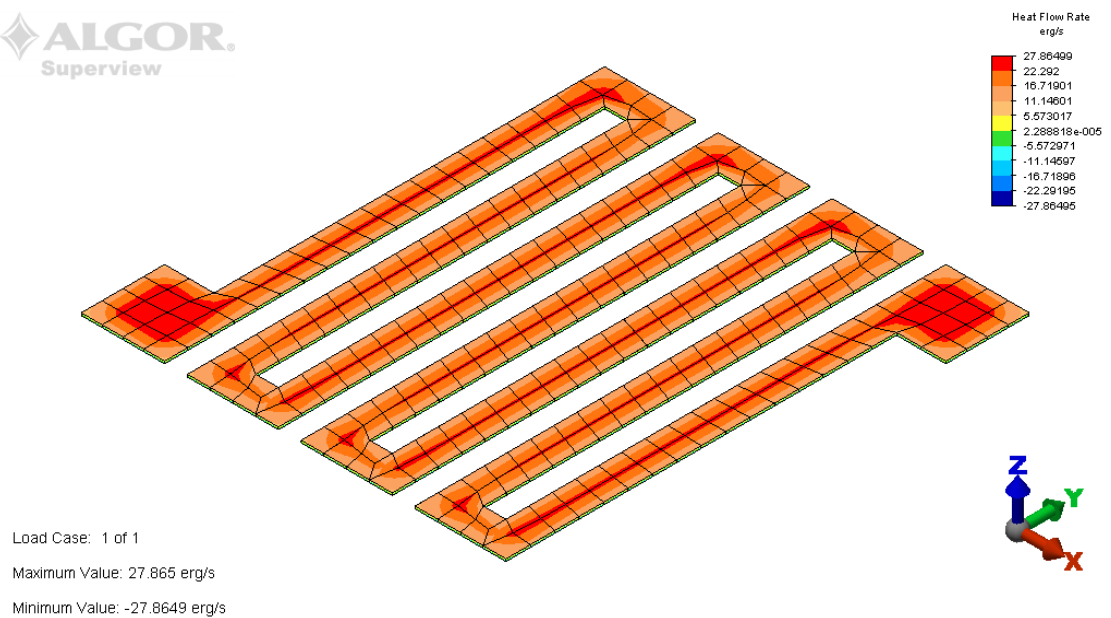


Figura 4.8 Razón de flujo de calor.

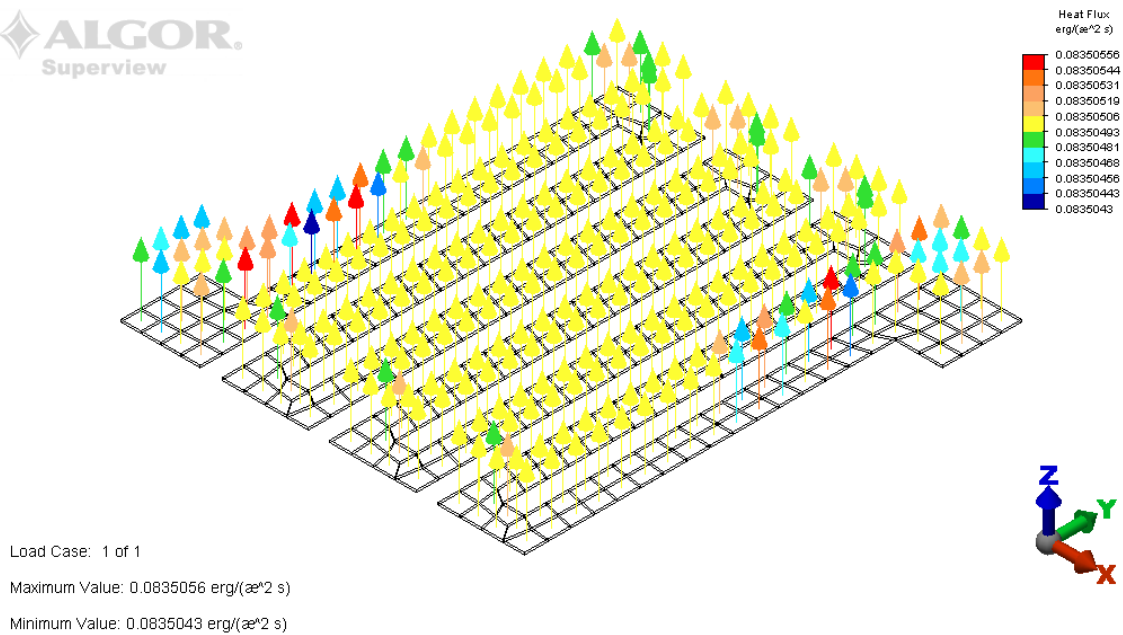


Figura 4.9 Vector de flujo de calor.

Tabla 4.2. Resultados de simulación térmica

VARIABLE	RESULTADO TEÓRICO	RESULTADO DE SIMULACIÓN
Razón de flujo de calor (erg/s)	7,500	7,500.01
Flujo de calor en la dirección z (erg/μm ² s)	0.0850498	0.0835054

La Figura 4.6 muestra una distribución de temperatura homogénea en la cara superior del microcalefactor, lo cual coincide con los resultados teóricos.

La simulación también nos permite confirmar que el flujo de calor en las direcciones x y y es despreciable. Los datos de simulación en ambas direcciones es menor en cinco órdenes de magnitud comparado con el flujo en la dirección z . En las Figuras 4.10 y 4.11 se muestra los resultados de la simulación en la dirección x y y .

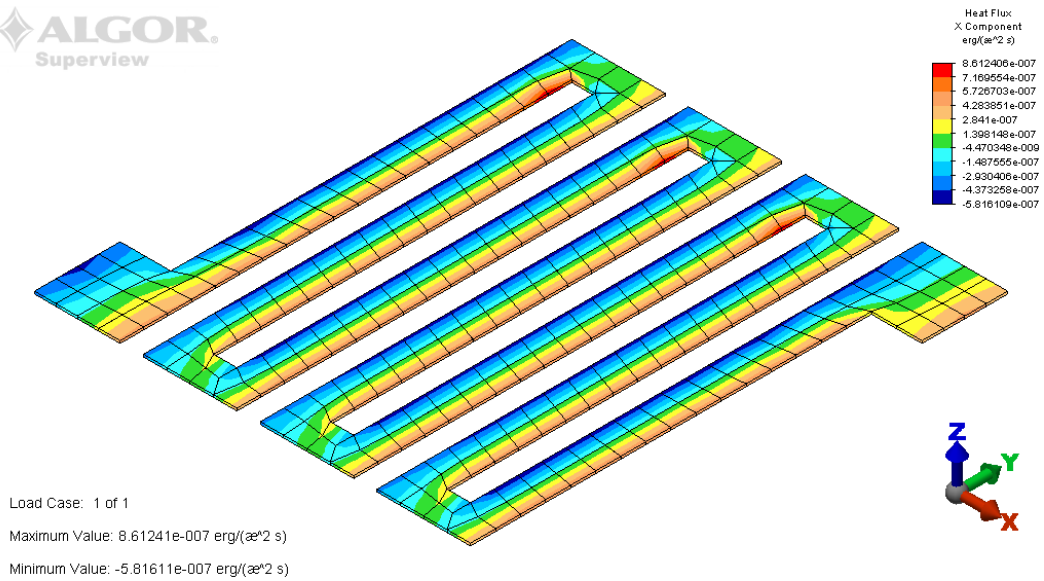


Figura 4.10 Flujo de calor en la dirección x.

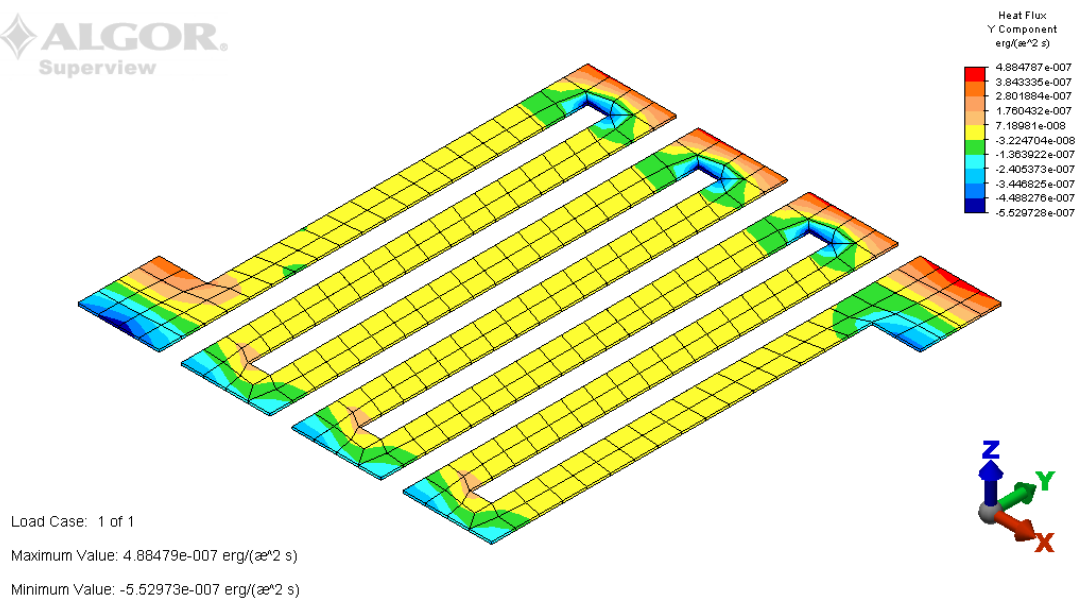


Figura 4.11 Flujo de calor en la dirección y.

Los resultados numéricos de las simulaciones anteriores, se utilizarán en las simulaciones de la celda básica y del microdosímetro.

El análisis estructural de esfuerzo estático se realiza para observar los esfuerzos internos en el microcalefactor producidos por los cambios de temperatura. Los cambios de temperatura producirán deformaciones en la estructura. Sí el desplazamiento de la estructura estuviera restringido se producirán esfuerzo dañinos al microcalefactor.

Los resultados de la simulación indican los valores máximos y mínimos del desplazamiento, de la fuerza aplicada y del esfuerzo en cada nodo. Comparando estos resultados con las propiedades de polisilicio [4.8], aseguramos que la estructura del modelo no sufrirá daños estructurales. En las Figuras 4.12 a 4.15 se muestran los desplazamientos por eje.

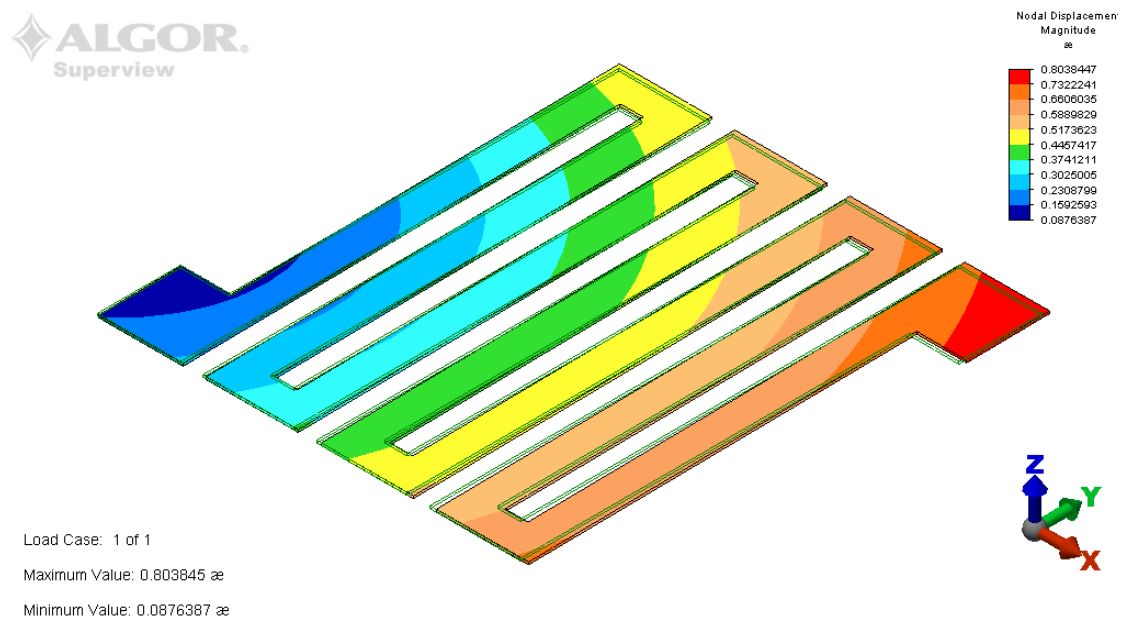


Figura 4.12 Desplazamiento nodal.

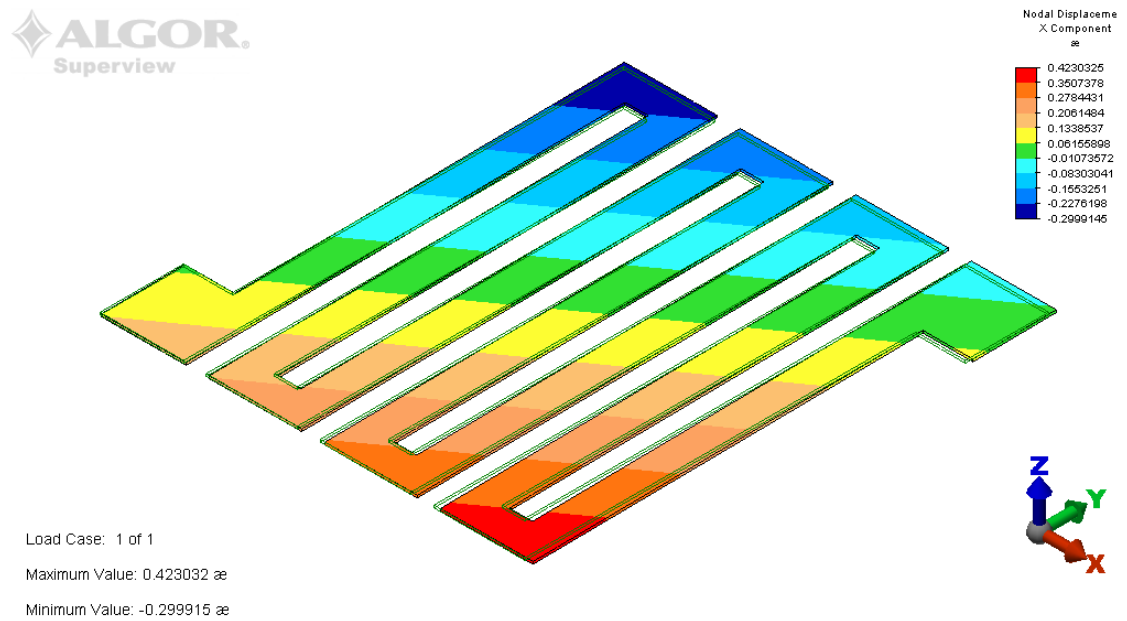


Figura 4.13 Desplazamiento nodal eje x.

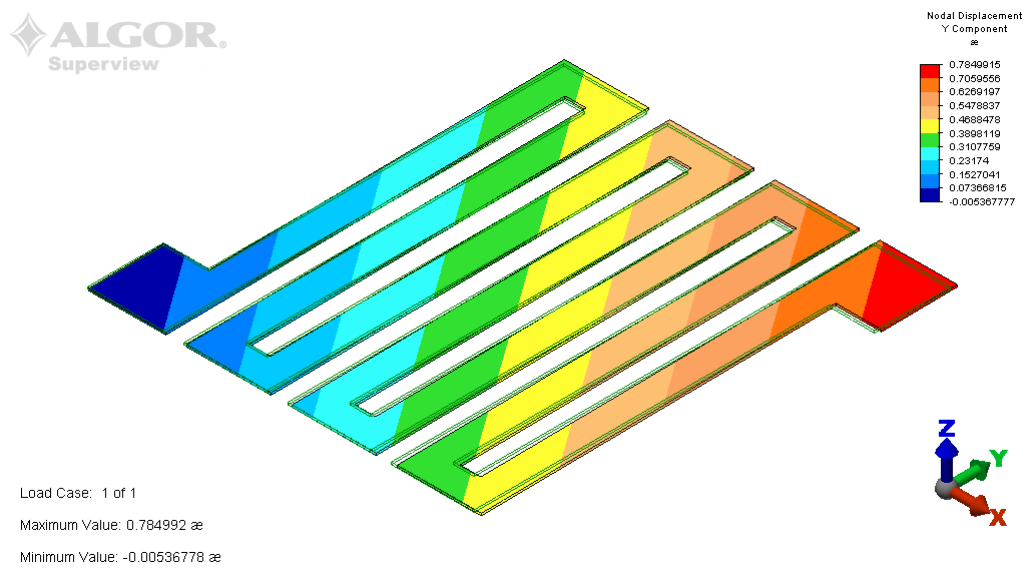


Figura 4.14 Desplazamiento nodal eje y.

Los máximos desplazamiento por eje se ubican en los vértices del microcalefactor. Como se muestra en la Figura 4.16.

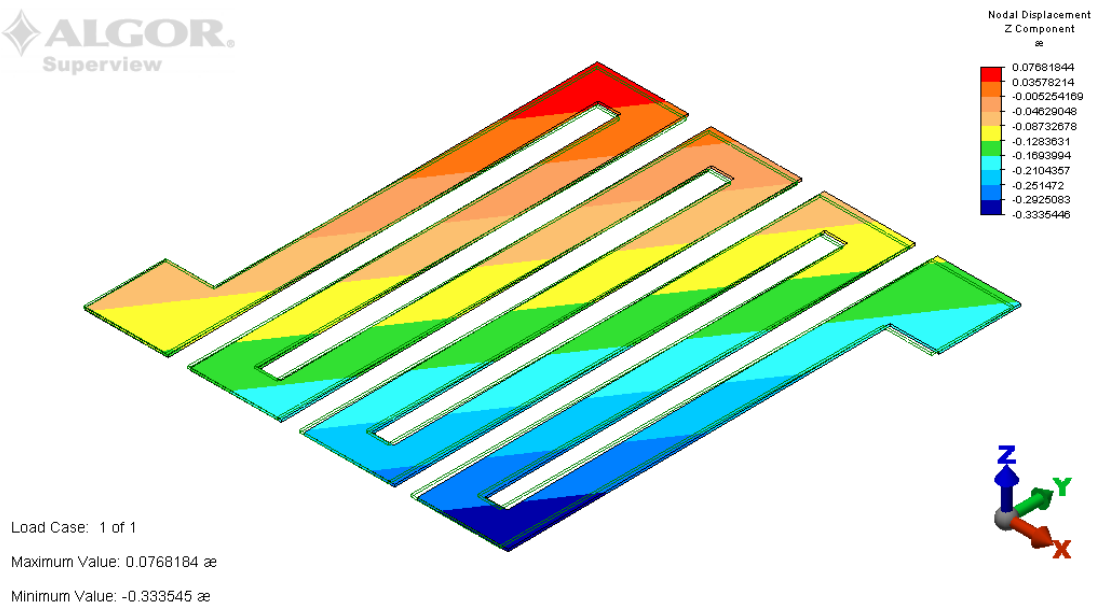


Figura 4.15 Desplazamiento eje z.

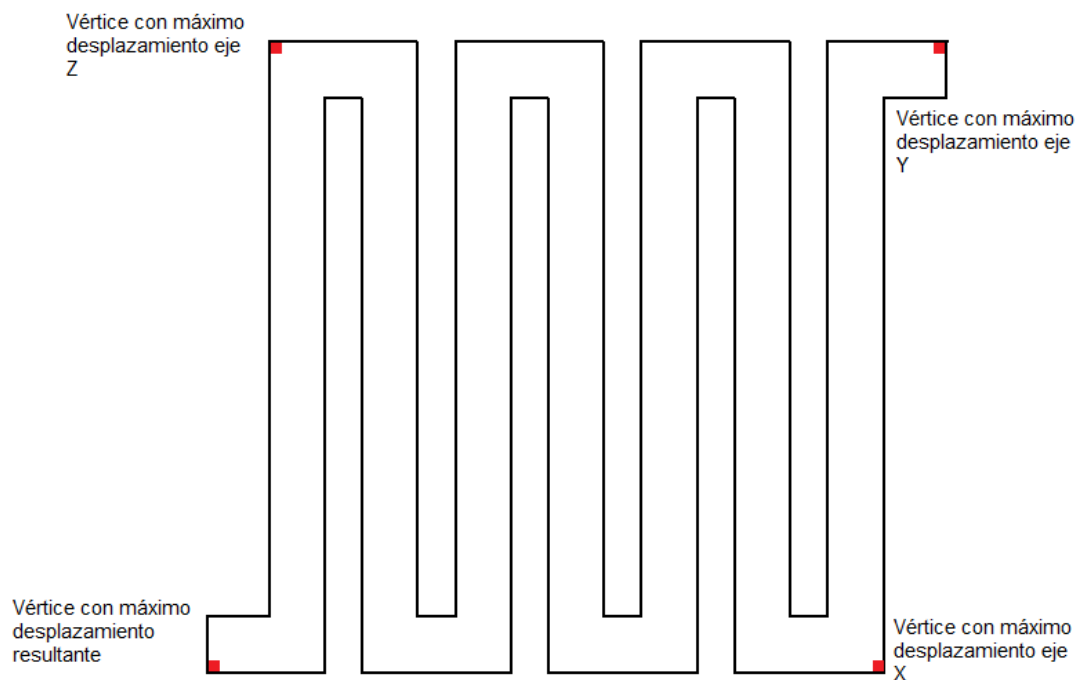


Figura 4.16 Nodos con máximo desplazamiento por eje.

Para analizar las posibles fallas mecánicas en la estructura del microcalefactor, se emplea la metodología de la Teoría de Fallas. Para la ductilidad se aplica el criterio de fluencia de Von Mises. Para la fragilidad la Teoría del Esfuerzo Máximo Principal [4.9].

En la Figura 4.17 se muestran los resultados del esfuerzo Von Mises sobre la estructura del microcalefactor.

Los resultados Von Mises del esfuerzo son usados como un criterio para determinar el inicio de fracturas en el material. De acuerdo con este criterio una estructura falla cuando en alguno de sus puntos la energía de distorsión por unidad de volumen rebasa un cierto umbral. El criterio de falla establece “el esfuerzo Von Mises (σ_{VM}) debe ser menor al esfuerzo del límite elástico (σ_Y) del material” [4.10].

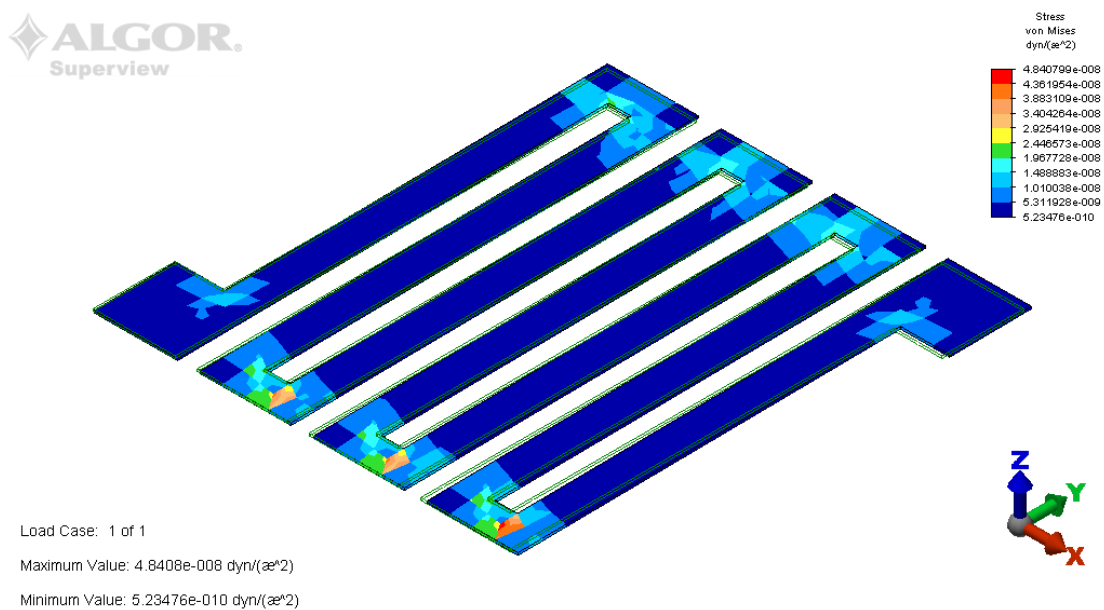


Figura 4.17 Esfuerzo Von Mises.

En la literatura referente a las propiedades mecánicas de superficies micromaquinadas de polisilicio, empleadas en dispositivos MEMS, no se reporta un valor exacto para el esfuerzo σ_Y (punto de fluencia), pues este depende de la geometría de la muestra y del proceso de manufactura. Un valor razonable para considerarlo como referencia en este trabajo es de 1.23 MPa [4.11]. En nuestro caso el esfuerzo σ_{VM} es mucho menor comparado con el esfuerzo σ_Y ($4.84 \times 10^{-23} \ll 1.23$ MPa), en consecuencia el microcalefactor no sufrirá daños.

En la Figura 4.18 se muestran los resultados del esfuerzo máximo principal sobre la estructura del microcalefactor.

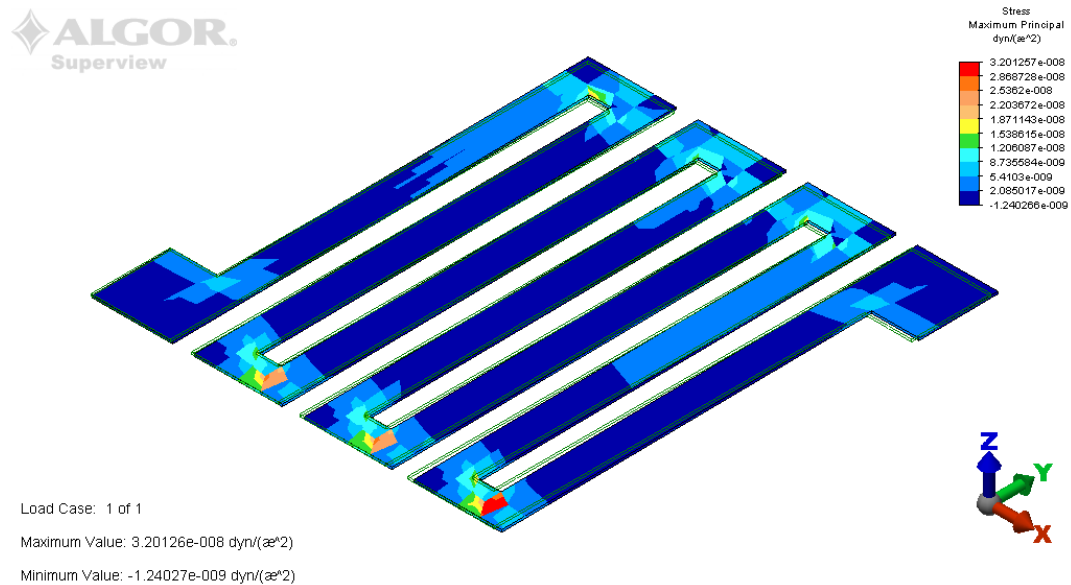


Figura 4.18 Esfuerzo máximo principal.

Los resultados del esfuerzo normal máximo son usados como un criterio para determinar el inicio de fracturas en el material por fragilidad. De acuerdo con ésta teoría la falla, ocurre cuando el esfuerzo máximo principal

en el modelo alcanza el valor del esfuerzo normal de fractura ($\sigma_{\text{últ}}$). El criterio de falla se expresa de la siguiente manera [4.9],

$$|\text{máx}(\sigma_1, \sigma_2, \sigma_3)| \leq \sigma_{\text{últ}} \quad (4.18)$$

en donde $\sigma_1, \sigma_2, \sigma_3$, son los esfuerzos normales máximos en las direcciones x, y, z .

De la Tabla 4.1, se obtiene el valor del esfuerzo de fractura, 1-3 GPa, para efectos de este análisis consideramos el valor mínimo, 1 GPa. De la simulación se obtiene el valor del esfuerzo máximo principal, 3.2×10^{-23} MPa. El esfuerzo máximo principal es mucho menor al esfuerzo de fractura, en consecuencia la estructura no tendrá daños por fragilidad.

4.9 Microestructura membrana-microcalefactor

Una vez diseñado y simulado el funcionamiento del microcalefactor, la siguiente etapa es analizar el funcionamiento del mismo colocado en la membrana. La membrana está compuesta por dos capas, una de nitruro de silicio y la otra de óxido de silicio y sobre éstas se coloca el microcalentador, ver Figura 4.2. La transferencia de calor es por conducción con un valor de $0.0835054 \frac{\text{erg}}{\mu\text{m}^2\text{s}}$. La simulación de la estructura se muestra en la Figura 4.19.

La Figura 4.19 muestra una distribución uniforme de temperatura en el área del microcalefactor. En las capas de la membrana de óxido de silicio la temperatura es menor.

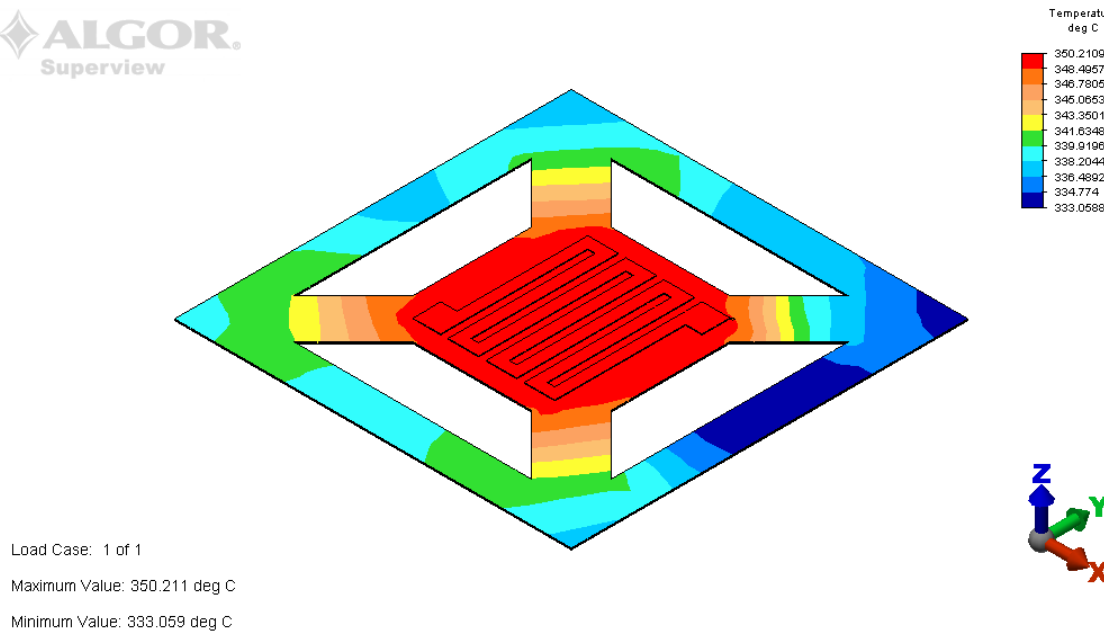


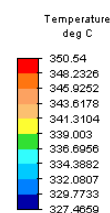
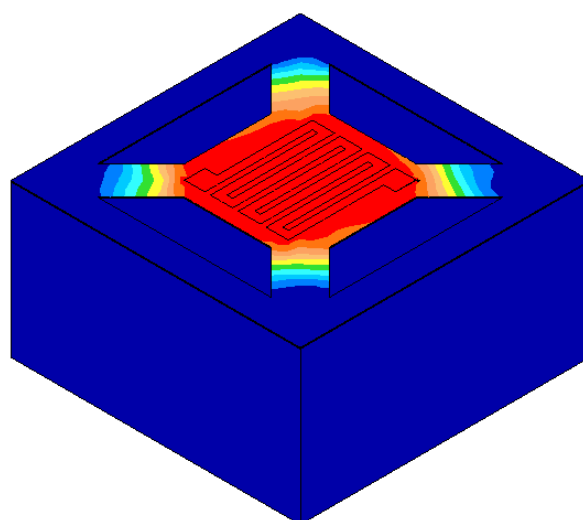
Figura 4.19 Distribución de temperatura en la estructura membrana–microcalefactor.

4.10 Microestructura cavidad-membrana

Una vez simulado el funcionamiento de la membrana, se procede a simular la estructura cavidad-membrana. La transferencia de calor del microcalefactor a la cavidad es por convección con un coeficiente de transferencia de calor por convección de $200 \text{ erg/s } ^\circ\text{C mm}^2$. Los resultados se muestran en la Figura 4.20.

4.11 Análisis de transferencia de calor del contenedor

El contenedor estará colocado en la parte superior de la microestructura cavidad-membrana. La sección del fondo del calefactor es de película de oro con un espesor de $0.5 \text{ }\mu\text{m}$. El área superficial de esta sección es mucho mayor comparada con el espesor de la misma, por ende se puede aproximar a una pared plana grande. Los resultados de la simulación se muestran en la Figura 4.21.

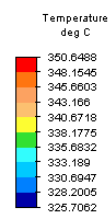
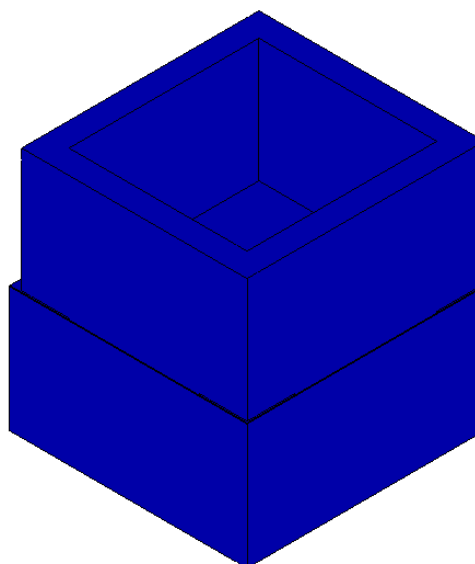


Load Case: 1 of 1

Maximum Value: 350.54 deg C

Minimum Value: 327.466 deg C

Figura 4.20 Distribución de temperatura en la cavidad-membrana.



Load Case: 1 of 1

Maximum Value: 350.649 deg C

Minimum Value: 325.706 deg C

Figura 4.21. Distribución de temperatura en el microdosímetro.

4.12 Conclusiones del capítulo

Se realizó el diseño del microdosímetro considerando las propiedades termoluminiscentes del nanomaterial. En el funcionamiento del MEMS es fundamental el microcalefactor, por esta razón se obtuvo el modelo matemático del mismo.

Los resultados de las simulaciones térmica y estructural, confirman el funcionamiento del calefactor. La simulación térmica muestra distribuciones uniformes de temperatura. La simulación estructural demuestra que la microestructura no sufrirá daños debido a los esfuerzos y tensiones térmicas.

Los resultados numéricos se utilizan para la simulación de los otros elementos. Para el contenedor se obtiene una distribución uniforme de temperatura. Este resultado intuye un buen funcionamiento del microdosímetro.

Bibliografía

- [4.1] Cengel, Yunus A. *Heat and Mass Transfer. A Practical Approach*. 3er Edition. McGraw-Hill Companies, Inc. 2007.
- [4.2] Incropera, Frank P. De Witt, David P. *Fundamentos de Transferencia de Calor*. Prentice Hall. 4ª. Ed. Pág. 52.
- [4.3] Singh, Inderjit. *Gas Sensor Micro-heater Designs and Studies on Sensor Films Deposition*. Indian Institute of Science. India. 2006.
- [4.4] Dibbern, U. *A substrate for thin film gas sensors in microelectronic technology*. Sensors and Actuators B 2 63-70. 1990.
- [4.5] Le, S. M. Dyer, D. C. Garder, J. W. *Design and optimización of a high-temperature silicon microhotplate for nanoporous palladium pellistors*. Microelectronics Journal 34, 115-126. 2003.
- [4.6] Stark, B. *Material Properties*.
- [4.7] Koester, David. Cowen, Allen. Mahadevan, Ramaswamy. Stonefields, Mark. & Hardy, Busbee. *PolyMUMPs Design Handbook*. MEMSCAP. 2003.
- [4.8] Liu, Chang. *Foundations of MEMS*. Prentice Hall. Pearson Education, Inc. 2006.
- [4.9] Vable, Madhukar. *Mechanics of Materials*. Oxford University Press, Inc. 2002.
- [4.10] Chandrupatla, Tirupathi R. Belegundu, Ashok D. *Introduction To Finite Elements in Engineering*. Third Edition. Printice Hall. 2002.
- [4.11] Sharpe Jr., Williams N. Yuan, Bin. Vaidyanathan, Ranji. *New test*

structures and techniques for measurement of mechanical properties of MEMS materials. SPIE Vol. 2880. Pág. 78-91. September 1996.

CAPÍTULO 5

PROCESO DE FABRICACIÓN DEL MICRODOSÍMETRO

5. 1 Previo

En este capítulo se esbozan los procesos de fabricación de los componentes del microdosímetro. Se utiliza la tecnología MEMS para fabricar cada uno de los elementos.

Como se describió en el capítulo 4, sección 4.2, el microdosímetro consta de tres elementos, cavidad, membrana–microcalefactor y contenedor. Para cada elemento se desarrolla su proceso de fabricación.

También se describen los procesos de ensamblado de las obleas para obtener la celda básica y el microdosímetro.

5.2 Procesos de fabricación

Los procesos de fabricación básicos de MEMS, generalmente, constan de tres etapas: deposito de material, transferencia de patrones y grabado. Cada etapa tiene diversas técnicas [5.3]. En el micromaquinado de los elementos constitutivos del microdosímetro, se emplearán las tres etapas.

Las técnicas de depósito propuestas son: deposición química por vapor a baja presión (LPCVD) para capas de sacrificio de óxidos, nitruro de silicio y polisilicio. Para los metales se empleará deposición química por vapor (CVD).

La transferencia de patrones se realiza aplicando litografía. La litografía se efectúa en la secuencia de: depósito de fotoresina, exposición y revelado. El depósito se realizará por el método de “spin-on”. La exposición se ejecuta a través de técnicas óptica de radiación de alta energía, luz ultravioleta a través de una máscara. Para el revelado se emplea tricloroetileno. La fotoresina se retirará usando acetona, la acetona no ataca al óxido o silicio [5.1].

Los procesos de grabado se realizan con diferentes técnicas, en función del modelo. Este proceso se debe realizar sin dañar las capas subyacentes o de enmascaramiento. Para el oro se empleará grabado húmedo con ácido fluorhídrico (HF) [5.3]. El óxido se grabará con hidróxido de potasio (KOH) [5.1]. El polisilicio con ácido fluorhídrico [5.4]. Las capas de sacrificio con ácido fluorhídrico [5.1]. El nitruro de silicio con ácido fluorhídrico. El silicio se graba con etilendiamina pirocatecol (EPD) [5.2].

Las técnicas del grabado húmedo del silicio incluyen decapantes como el KOH, EDP ó NaOH. La razón de grabado del KOH es función de la orientación cristalográfica y es mucho mayor a las soluciones de EDP. Para el silicio se utiliza mascarilla de nitruro de silicio, debido a su razón de grabado en KOH, casi cero respecto a otros materiales como el óxido de silicio.

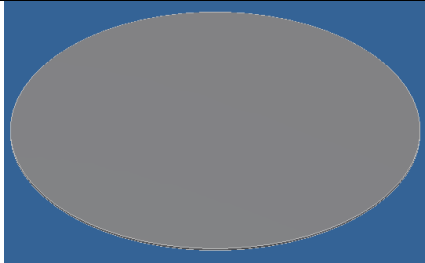
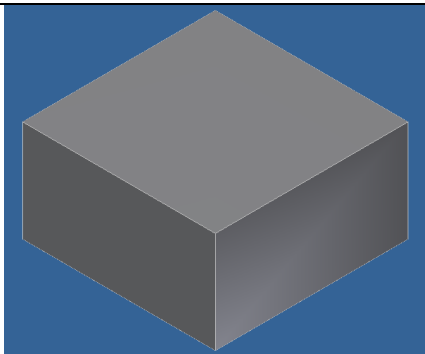
En las siguientes secciones se describe los procesos de fabricación de cada una de los componentes del microdosímetro.

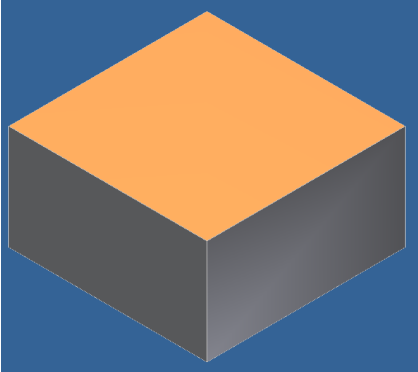
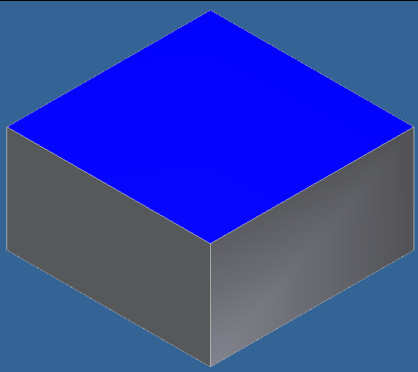
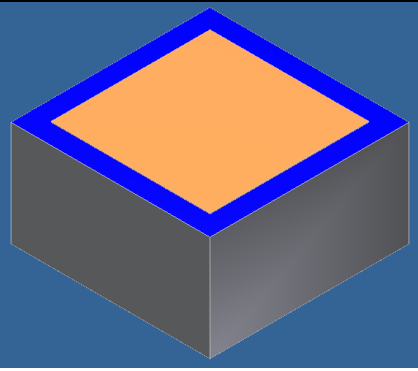
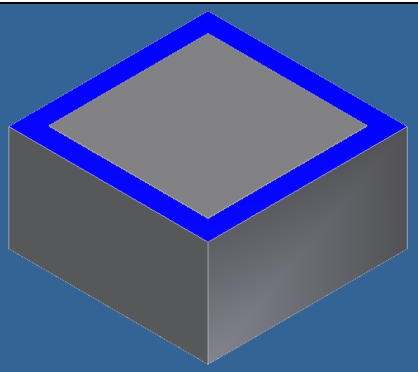
5.3 Proceso de fabricación de la cavidad

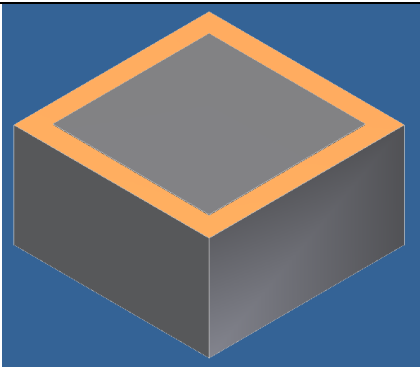
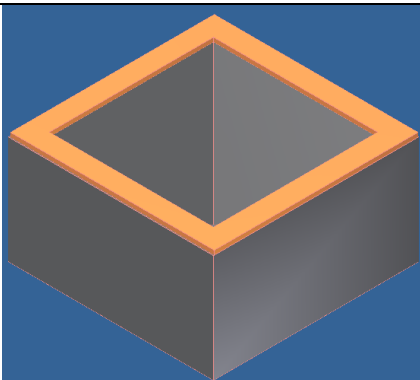
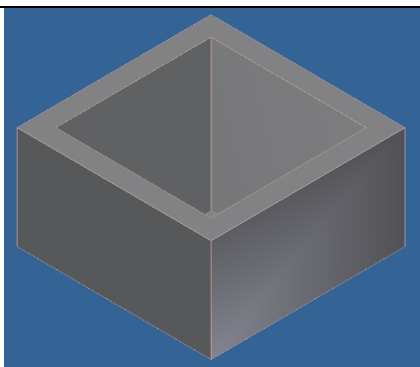
La estructura del sustrato consiste de una cavidad trapezoidal, con paredes inclinadas y fondo plano.

En la Tabla 5.1 se presentan las etapas del proceso de micromaquinado de la cavidad en el sustrato de silicio. Debido a la diferencia de dimensiones los dibujos no están a escala, se incremento la escala del espesor para propósitos de visualización. Todas las figuras corresponden a la vista isométrica del dibujo.

Tabla 5.1 Etapas del proceso de fabricación de la cavidad

ETAPA	DESCRIPCIÓN	FIGURA
Etapa 1. Selección y limpieza de la oblea de silicio.	Oblea de silicio tipo n, diámetro de 100 mm, 525 μm de espesor y orientación <100>.	
Sección de la oblea en donde se fabricará la cavidad de la celda básica.	Cubo de dimensiones, largo 1000 μm , ancho 1000 μm y espesor 525 μm .	

Etapa 2. Deposito de óxido de silicio. Espesor de 1 μm.	Método de deposito: Deposición química por vapor a baja presión (LPCVD) [5.3]. Temperatura de deposito: 450 °C [5.2].	
Etapa 3. Deposito de fotoresina tipo p, con espesor de 2 μm.	Método de deposito: "spin-on". Temperatura de precocido: 90 °C.	
Etapa 4. Litografía de fotoresina.	Método: Exposición óptica de radiación de alta energía, luz ultravioleta a través de una máscara.	
Etapa 5. Grabado del óxido de silicio.	Grabado húmedo: Hidróxido de potasio [5.1]. Relación de grabado: 2300 nm/min. [5.3].	

Etapas 6. Remoción de fotoresina.	Método de limpieza: Solventes orgánicos como acetona.	
Etapa 7. Grabado del silicio.	Método de grabado: Anisotrópico húmedo con etilendiamina pirocatecol (EPD) [5.2]. La cavidad tiene 450 μm de profundidad y ángulo de 54.74°.	
Etapa 8. Remoción del óxido de silicio.	Método de limpieza: Ácido fluorhídrico.	

5.4 Proceso de fabricación de membrana y microcalefactor

Para esta etapa se propone emplear la técnica de unión de obleas. La membrana y microcalefactor se construyen en un sólo sustrato, con una estructura de multicapas y, la cavidad en otro sustrato (desarrollado en la sección 5.3). En la Figura 5.1, se muestra el dibujo de la membrana y

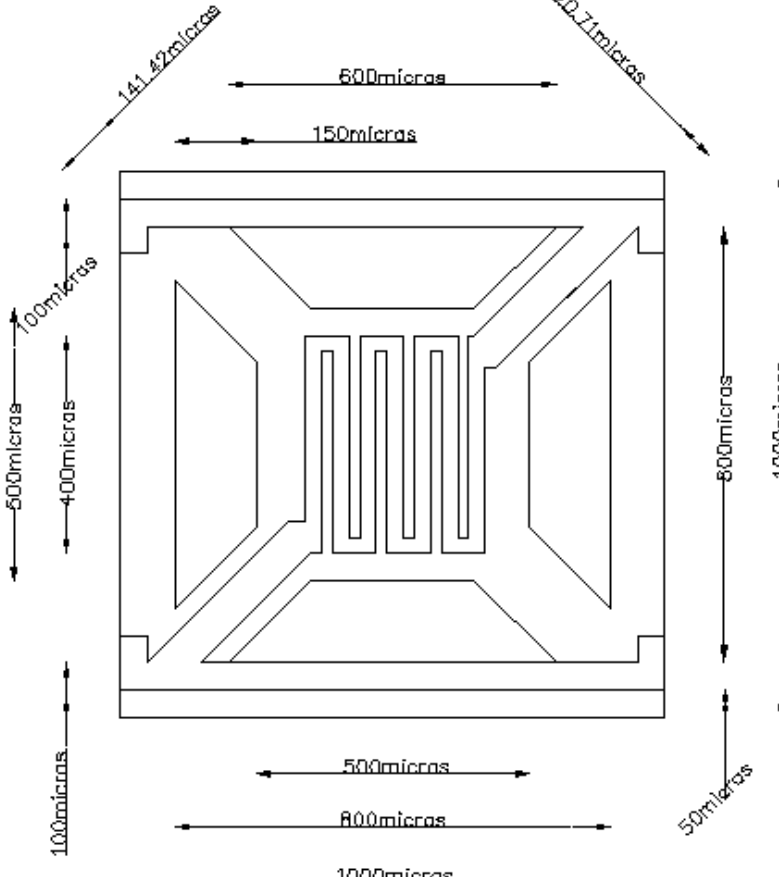
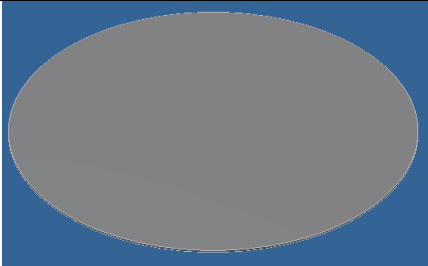
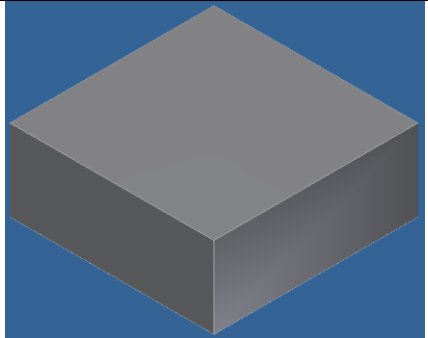
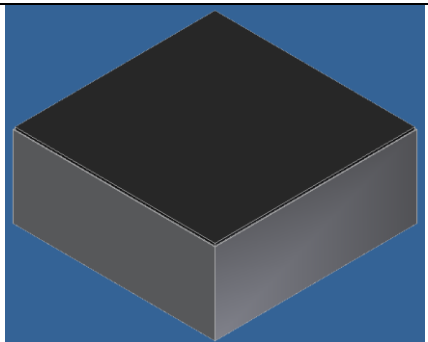
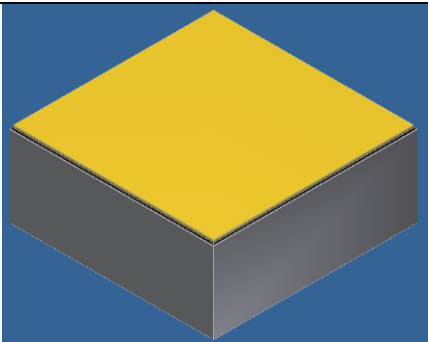


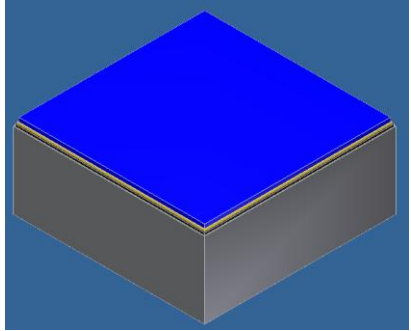
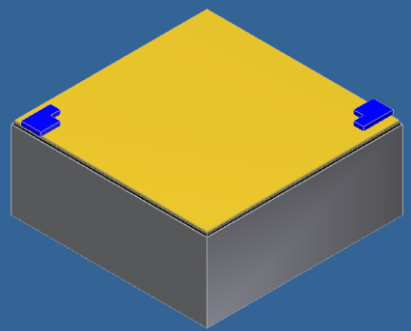
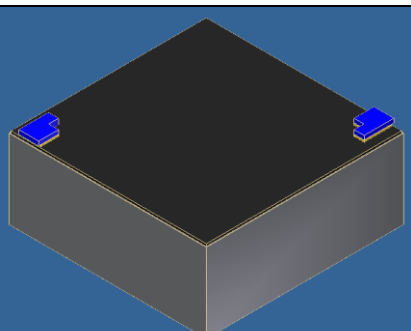
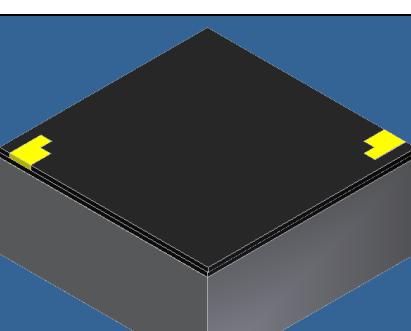
Figura 5.1 Dibujo de membrana y microcalefactor.

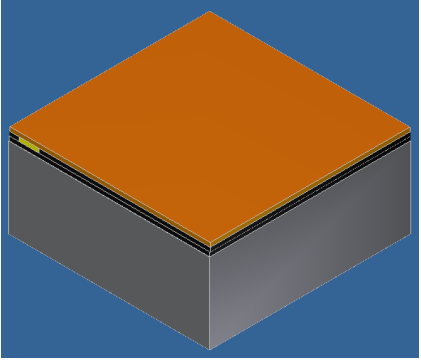
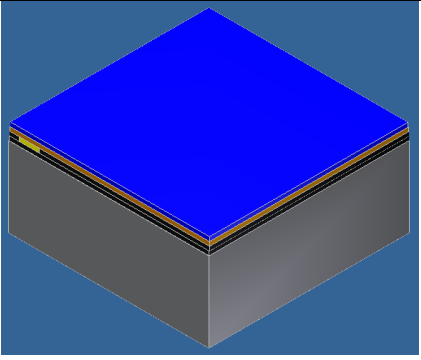
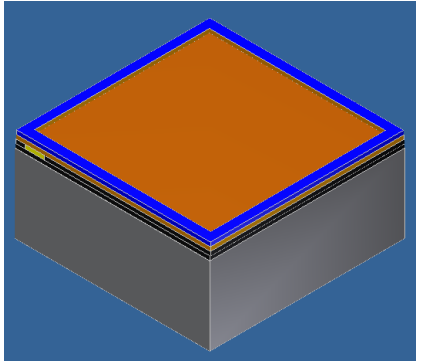
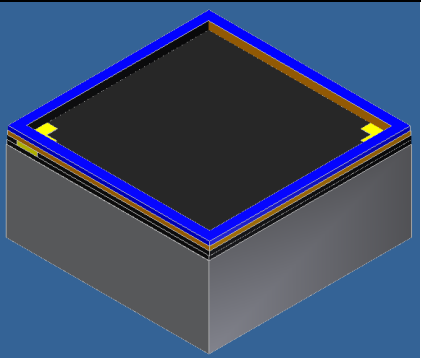
El proceso de fabricación de los elementos de este sustrato no será en el orden convencional, es decir, primero depositar las capas de aislamiento, luego las capas estructurales y, por último las capas metal para conexiones eléctricas. En este caso se procede en orden inverso, se inicia con el deposito y grabado de la capa de metal y se termina con el deposito y grabado de las capas de aislamiento. La razón del cambio en el orden convencional, se debe al proceso de unión de las obleas.

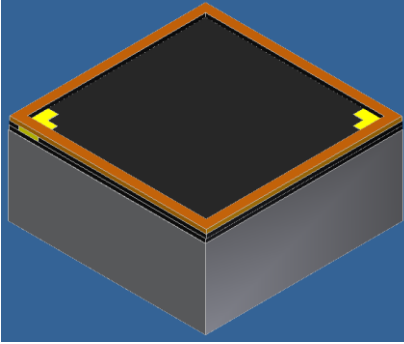
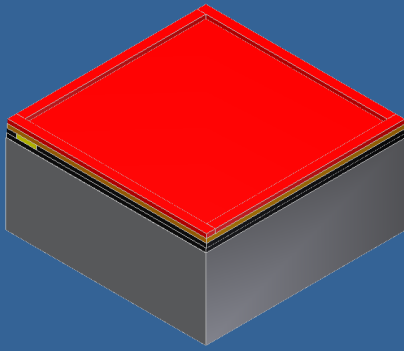
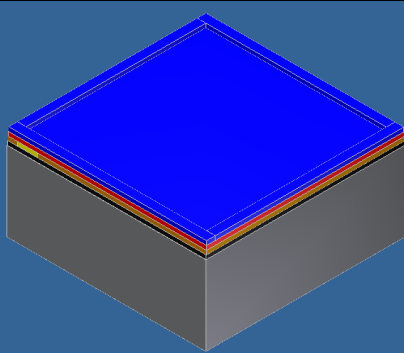
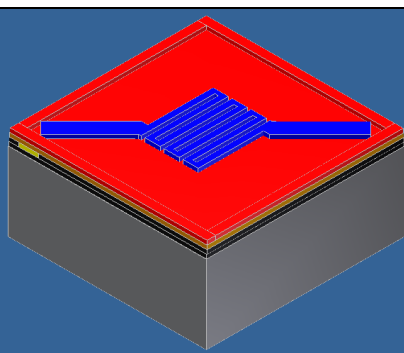
En la Tabla 5.2 se presentan las etapas del proceso de micromaquinado de la membrana y microcalefactor.

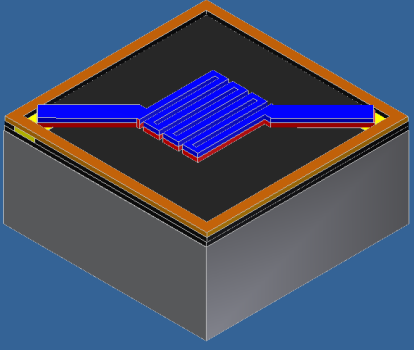
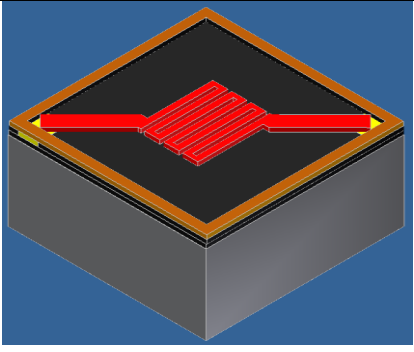
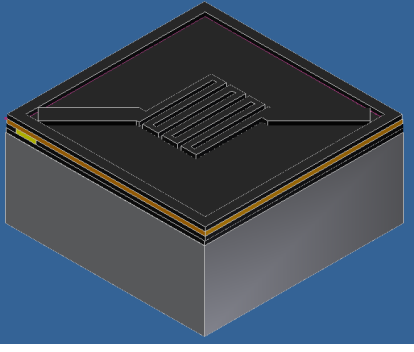
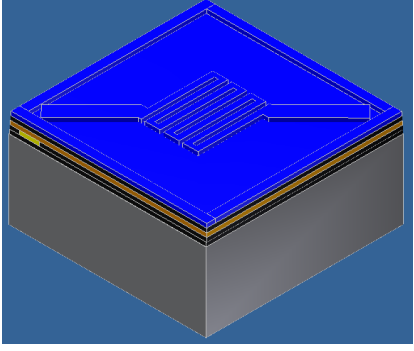
Tabla 5.2 Etapas del proceso de fabricación de membrana y microcalentador

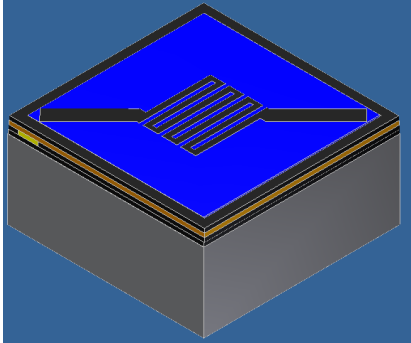
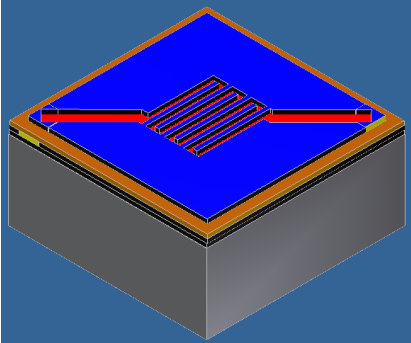
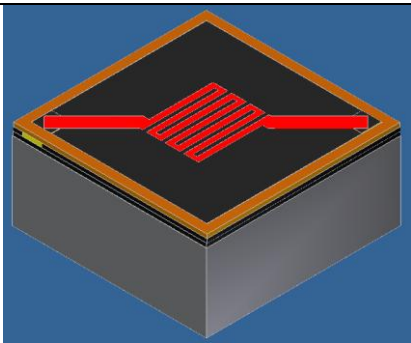
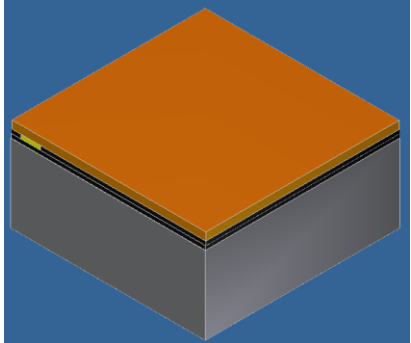
ETAPA	DESCRIPCIÓN	FIGURA
Etapa 1. Selección y limpieza de la oblea de silicio.	Oblea de silicio tipo n, diámetro de 100 mm, 525 μm de espesor y orientación <100>.	
Sección de la oblea en donde se fabricará la membrana y microcalefactor.	Cubo de dimensiones, largo 1000 μm , ancho 1000 μm y espesor 525 μm .	
Etapa 2. Deposito de capa de sacrífico, vidrio fosfosilicato (PSG) con espesor de 1 μm , [5.1].	Método de deposito: Deposición química por vapor a baja presión (LPCVD). Temperatura de deposito: Menor a 550°C.	
Etapa 3. Deposito de oro con espesor de 0.5 μm .	Método de deposito: Deposición química por vapor (CVD). Temperatura de deposito: ambiente [5.1].	

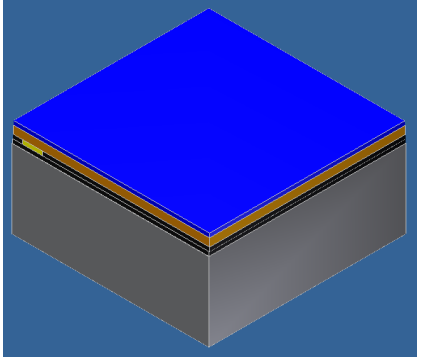
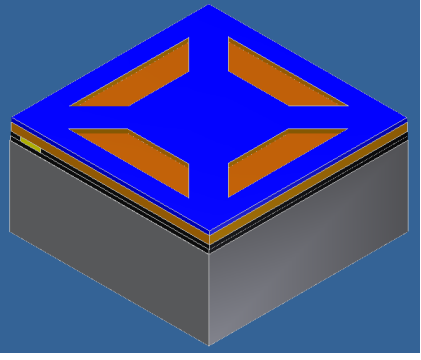
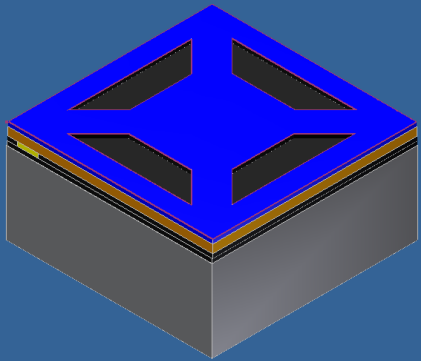
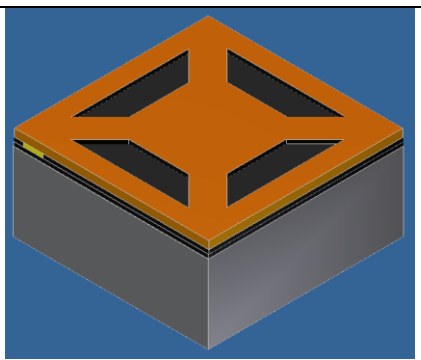
Etapa 4. Deposito de fotoresina tipo p, con espesor de 2 μm .	Método de deposito: "spin-on". Temperatura de precocido: 90 °C.	
Etapa 5. Litografía de fotoresina.	Método: Exposición óptica de radiación de alta energía, luz ultravioleta a través de una máscara.	
Etapa 6. Grabado de oro.	Grabado húmedo: Ácido fluorhídrico [5.3] . Razón de grabado: 660 nm/min.	
Etapa 7. Crecimiento de la capa de sacrificio, vidrio fosfosilicato (PSG), espesor de 0.5 μm . [5.1].	Método de deposito: Deposición química por vapor a baja presión (LPCVD). Temperatura de deposito: Menor a 550°C.	

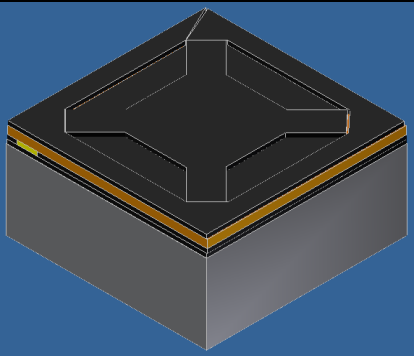
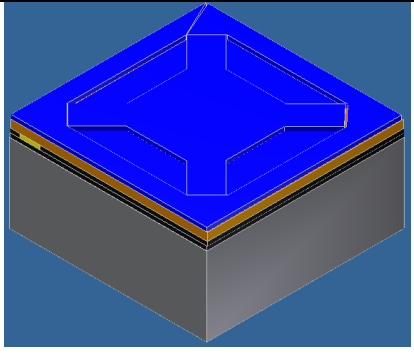
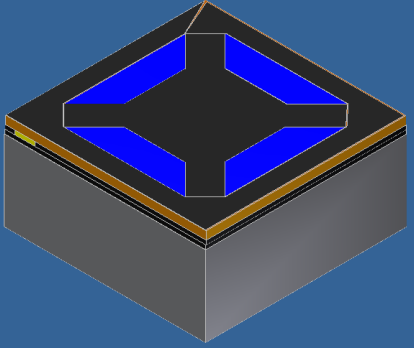
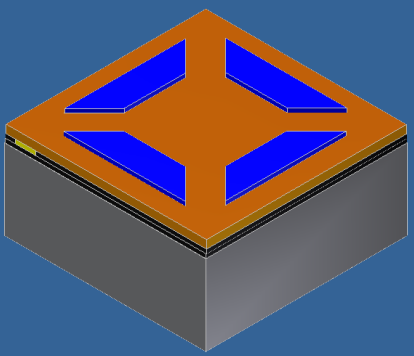
Etapa 8. Deposito de la segunda capa de óxido de silicio con espesor de 1 μm .	Método de deposito: Deposición química por vapor a baja presión (LPCVD) [5.3]. Temperatura de deposito: 450 °C [5.2].	
Etapa 9. Deposito de fotoresina tipo p, con espesor de 2 μm .	Método de deposito: "spin-on". Temperatura de precocido: 90 °C.	
Etapa 10. Litografía de fotoresina.	Método: Exposición óptica de radiación de alta energía, luz ultravioleta a través de una máscara.	
Etapa 11. Grabado del óxido de silicio.	Grabado húmedo: Hidróxido de potasio [5.1]. Relación de grabado: 2300 nm/min. [5.3].	

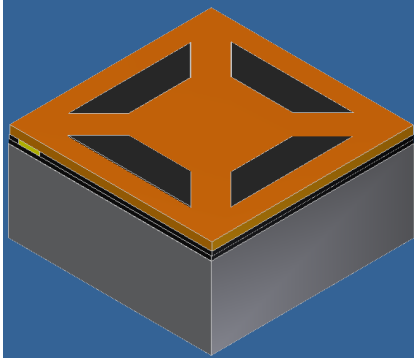
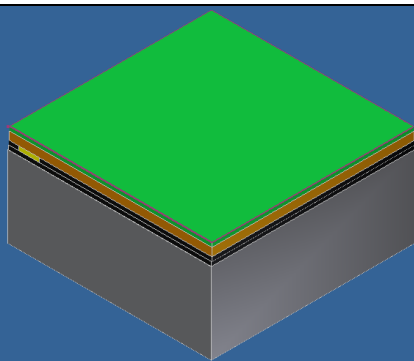
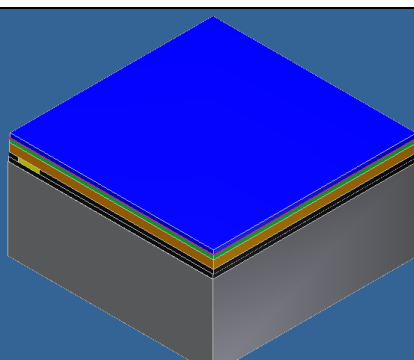
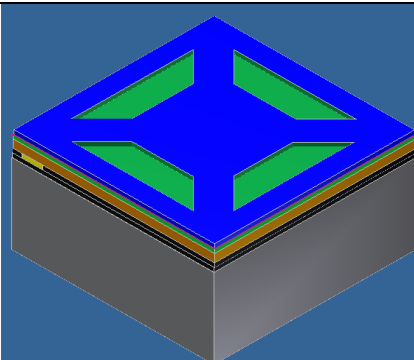
Etapas 12. Remoción de fotoresina.	Método de limpieza: Solventes orgánicos como acetona.	
Etapas 13. Deposito de polisilicio con espesor de 2 μm.	Método de deposito: Deposición química por vapor a baja presión (LPCVD). [5.1]. Temperatura de deposito: 580 – 620 °C [5.1].	
Etapas 14. Deposito de fotoresina tipo p, con espesor de 2 μm.	Método de deposito: "spin-on". Temperatura de precocido: 90 °C.	
Etapas 15. Litografía de la fotoresina.	Método: Exposición óptica de radiación de alta energía, luz ultravioleta a través de una máscara.	

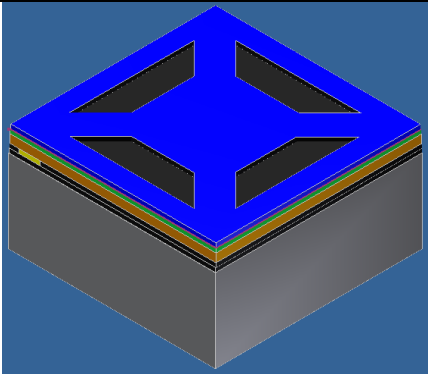
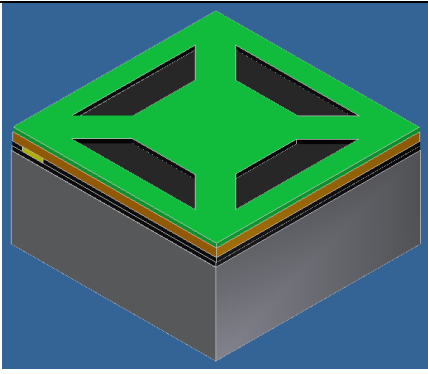
Etapa 16. Grabado de polisilicio.	Grabado húmedo: Ácido fluorhídrico [5.4]. Relación de grabado: 8000 Å/min.	
Etapas 17. Remoción de fotoresina.	Método de limpieza: Solventes orgánicos como acetona.	
Etapa 18. Deposito de capa de sacrífico, vidrio fosfosilicato (PSG) con espesor de 1 µm.	Método de deposito: Deposición química por vapor a baja presión (LPCVD). Temperatura de deposito: Menor a 550°C.	
Etapa 19. Deposito de fotoresina tipo p, con espesor de 2 µm.	Método de deposito: "spin-on". Temperatura de precocido: 90 °C	

Etapa 20. Litografía de fotoresina.	Método: Exposición óptica de radiación de alta energía, luz ultravioleta a través de una máscara.	
Etapa 21. Grabado de la capa de sacrificio.	Grabado húmedo: Ácido fluorhídrico, [5.1]. Relación de grabado: 2300 nm/min [5.3].	
Etapas 22. Remoción de fotoresina.	Método de limpieza: Solventes orgánicos como acetona.	
Etapa 23. Deposito de primera capa de óxido de silicio con espesor de 1 μm.	Método de deposito: Deposición química por vapor a baja presión (LPCVD) [5.3]. Temperatura de deposito: 450 °C [5.2].	

Etapa 24. Deposito de fotoresina tipo p, con espesor de 2 μm .	Método de deposito: "spin-on". Temperatura de precocido: 90 °C.	
Etapa 25. Litografía de fotoresina.	Método: Exposición óptica de radiación de alta energía, luz ultravioleta a través de una máscara.	
Etapa 26. Grabado del óxido de silicio.	Grabado húmedo: Hidróxido de potasio [5.1]. Relación de grabado: 2300 nm/min. [5.3].	
Etapas 27. Remoción de fotoresina.	Método de limpieza: Solventes orgánicos como acetona.	

Etapa 28. Deposito de capa de sacrificio, vidrio fosfosilicato (PSG) con espesor de 1 μm. [5.1].	Método de deposito: Deposición química por vapor a baja presión (LPCVD). Temperatura de deposito: Menor a 550°C.	
Etapa 29. Deposito de fotoresina tipo p, con espesor de 2 μm.	Método de deposito: "spin-on". Temperatura de precocido: 90 °C.	
Etapa 30. Litografía de fotoresina.	Método: Exposición óptica de radiación de alta energía, luz ultravioleta a través de una máscara.	
Etapa 31. Grabado de la capa de sacrificio.	Grabado húmedo: Ácido fluorhídrico, [5.1]. Relación de grabado: 2300 nm/min [5.3].	

Etapas 32. Remoción de fotoresina.	Método de limpieza: Solventes orgánicos como acetona.	
Etapas 33. Deposito de nitruro de silicio con espesor de 2 μm.	Método de deposito: Deposición química por vapor a baja presión (LPCVD) [5.3].	
Etapas 34. Deposito de fotoresina tipo p, con espesor de 2 μm.	Método de deposito: "spin-on". Temperatura de precocido: 90 °C.	
Etapas 35. Litografía de fotoresina.	Método: Exposición óptica de radiación de alta energía, luz ultravioleta a través de una máscara.	

Etapa 36. Grabado de nitruro de silicio.	Grabado húmedo: Ácido fluorhídrico.	
Etapas 37. Remoción de fotoresina.	Método de limpieza: Solventes orgánicos como acetona.	
Etapa 38. Remoción de capa de sacrificio.	Grabado húmedo: ácido fluorhídrico, [5.1].	

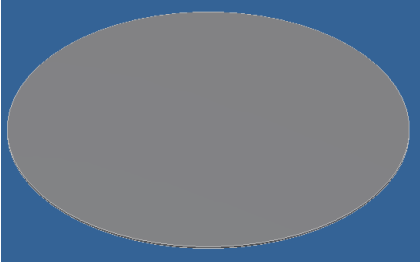
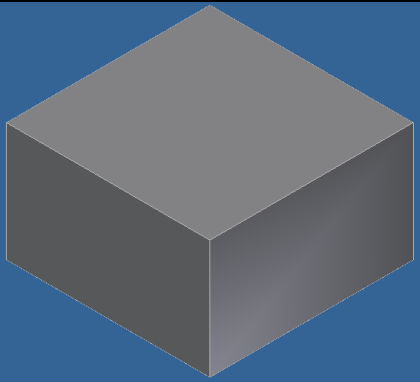
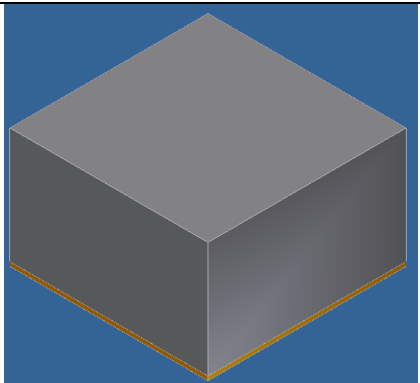
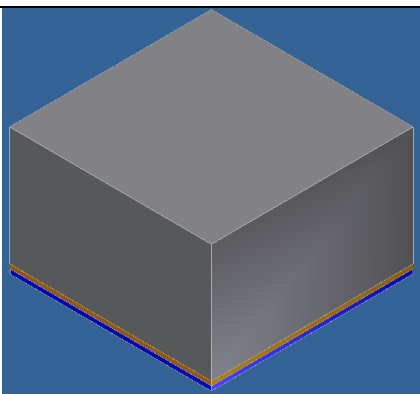
5.5 Proceso de fabricación del contenedor

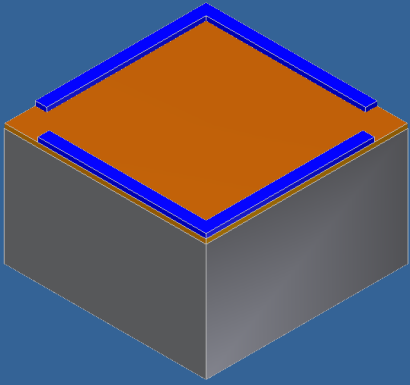
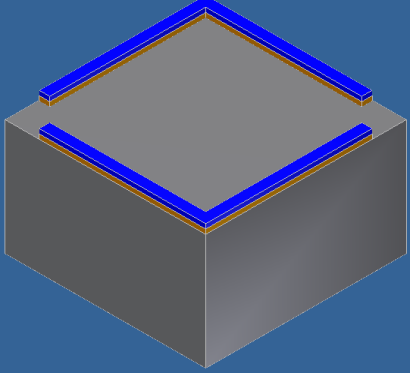
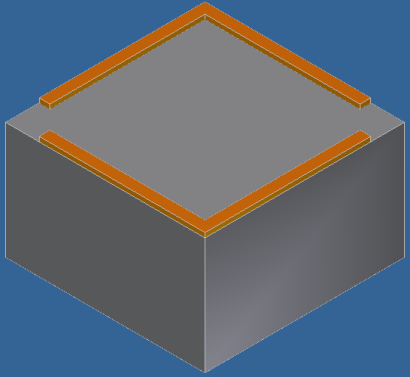
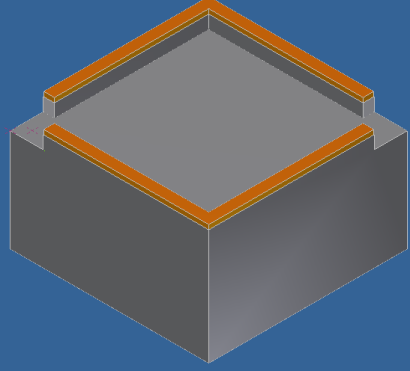
El contenedor es el tercer componente del sistema del microdosímetro. Se construirá en un sustrato de silicio y consiste en una cavidad rectangular, con paredes verticales y con una base de metal.

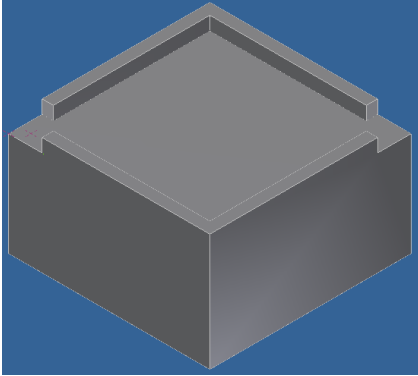
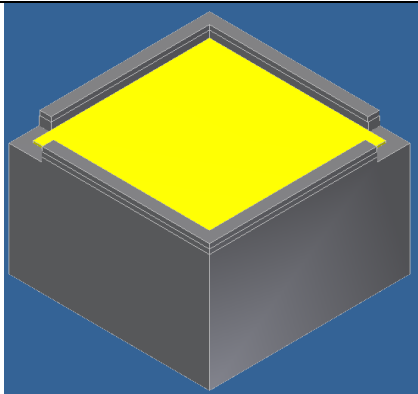
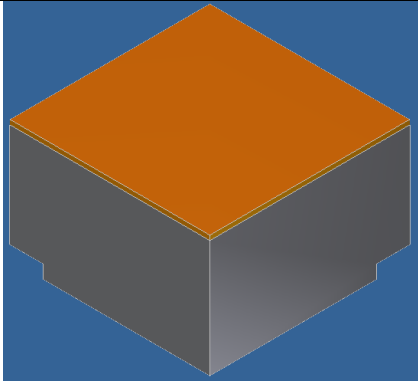
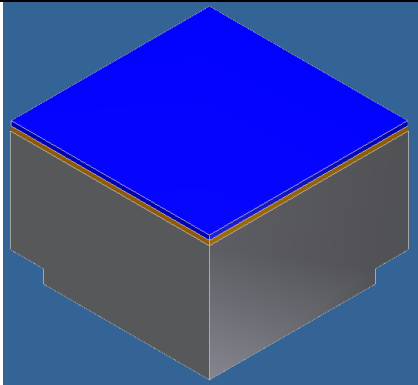
En el contenedor se depositará el nanomaterial en estado gel y se someterá a tratamiento térmico.

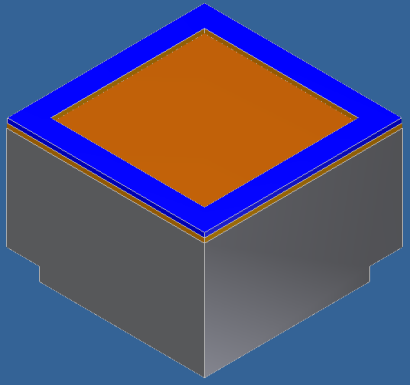
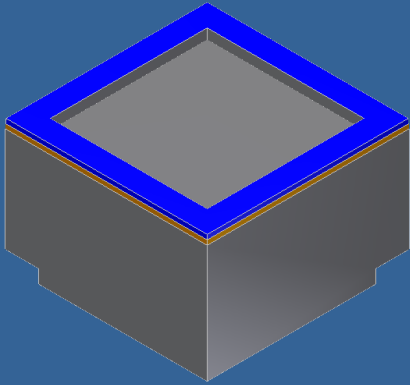
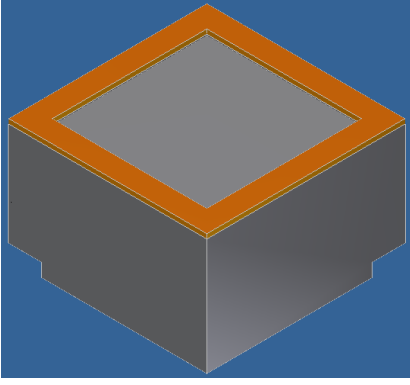
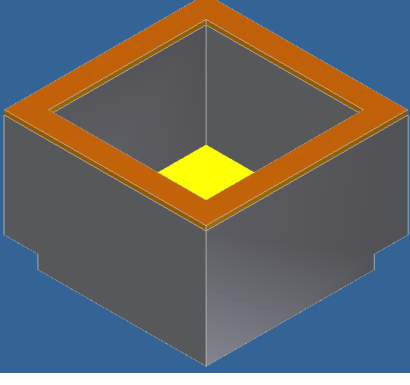
En la tabla 5.3 se describen las etapas necesarias para la fabricación del contenedor.

Tabla 5.3 Etapas del proceso de fabricación del contenedor

ETAPA	DESCRIPCIÓN	FIGURA
Etapa 1. Selección y limpieza de la oblea de silicio.	El tipo de oblea es silicio tipo n, diámetro de 100 mm, 525 micro metros de espesor y orientación <110>.	
Sección de la oblea en donde se fabricará el contenedor.	Cubo de dimensiones, largo 900 μm , ancho 1000 μm y espesor 525 μm .	
Etapa 2. Deposito de óxido de silicio con espesor de 1 μm .	Método de deposito: Deposición química por vapor a baja presión (LPCVD) [5.3]. Temperatura de deposito: 450 °C [5.2].	
Etapa 3. Deposito de fotoresina tipo p, con espesor de 2 μm .	Método de deposito: "spin-on". Temperatura de precocido: 90 °C.	

Etapa 4. Litografía de fotoresina.	Método: Exposición óptica de radiación de alta energía, luz ultravioleta a través de una máscara.	
Etapa 5. Grabado del óxido de silicio.	Grabado húmedo: Ácido fluorhídrico, [5.4]. Relación de grabado: 700-900 Armstrong nm/min.	
Etapas 6. Remoción de fotoresina.	Método de limpieza: Solventes orgánicos como acetona.	
Etapa 7. Grabado del silicio.	Método de grabado: Anisotrópico húmedo con etilendiamina pirocatecol (EPD) [5.2].	

Etapa 8. Remoción del óxido de silicio.	Método de limpieza: Ácido fluorhídrico mezclado con fluoruro de amonio.	
Etapa 9. Deposito de oro con espesor de 0.5 μm .	Método de deposito: Deposición química por vapor (CVD), [5.3]. Temperatura de deposito: Ambiente, [5.1].	
Etapa 10. Deposito de óxido de silicio con espesor de 1 μm .	Método de deposito: Deposición química por vapor a baja presión (LPCVD) [5.3]. Temperatura de deposito: 450 °C [5.2]	
Etapa 11. Deposito de fotoresina tipo p, con espesor de 2 μm .	Método de deposito: "spin-on". Temperatura de precocido: 90 °C.	

Etapa 12. Litografía de fotoresina.	Método: Exposición óptica de radiación de alta energía, luz ultravioleta a través de una máscara.	
Etapa 13. Grabado del óxido de silicio.	Grabado húmedo: Hidróxido de potasio [5.1]. Relación de grabado: 2300 nm/min [5.3].	
Etapas 14. Remoción de la fotoresina.	Método de limpieza: Solventes orgánicos como acetona.	
Etapa 15. Grabado del silicio.	Método de grabado: anisotrópico húmedo con etilendiamina pirocatecol (EPD) [5.2].	

Etapa 16. Remoción del óxido de silicio.	Método de limpieza: Ácido fluorhídrico mezclado con fluoruro de amonio.	
---	--	---

5.6 Celda básica

Para formar la celda básica del microdosímetro, se ensamblarán los tres elementos mediante el proceso de unión de obleas, como se muestra en la Figura 5.2. Las dimensiones de la celda básica serán de 1000 μm x 1000 μm .

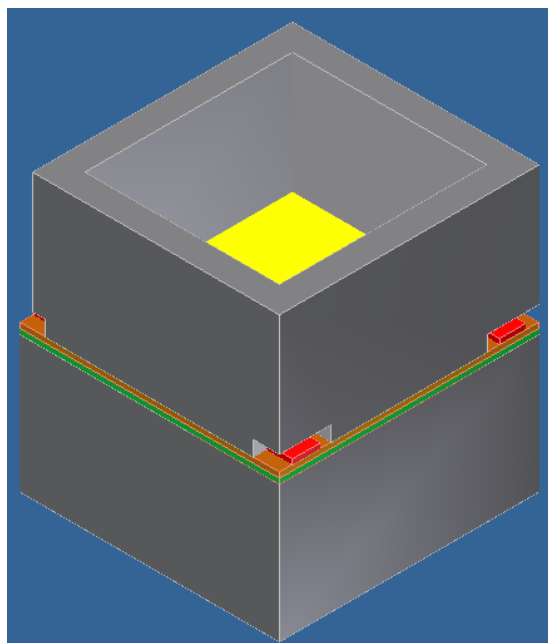


Figura 5.2 Celda básica del microdosímetro.

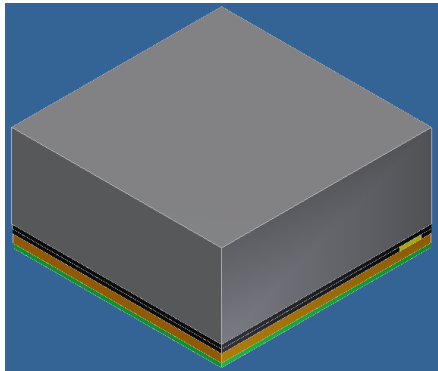
La celda básica se construirá en dos etapas. Primero se unen los componentes cavidad y membrana. Mediante la técnica de unión anódica. Este proceso se realiza a temperaturas menores a 400°C con campos eléctricos presentes [5.1]. Después del proceso de unión, las obleas serán tratadas mecánicamente y químicamente. Se pulirán, mecánicamente, para eliminar el sustrato de silicio de la membrana. Químicamente, serán tratadas para eliminar la capa de sacrificio de la membrana y microcalentador, a través del grabado húmedo con ácido fluorhídrico [5.1]. El proceso se esquematiza en la Figura 5.3.

En la segunda etapa se unirán la estructura cavidad-membrana-microcalefactor con el contenedor, esta unión representa un pegado de óxido y silicio. La técnica a emplear, también, será la de unión anódica.

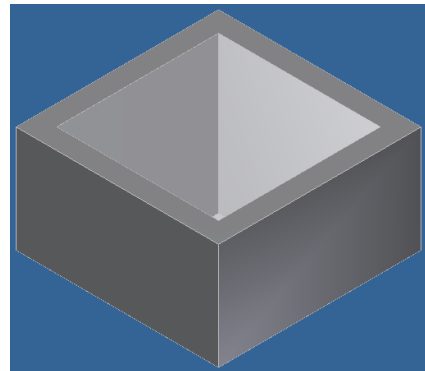
5.7 Microdosímetro

El microdosímetro constará de cuatro celdas básicas, ver Figura 5.4. Sobre esta estructura base se ensamblará el conjunto de contenedores, ver Figura 5.5 Del ensamblado de las dos estructuras anteriores se obtiene el microdosímetro, como se muestra en la Figura 5.6.

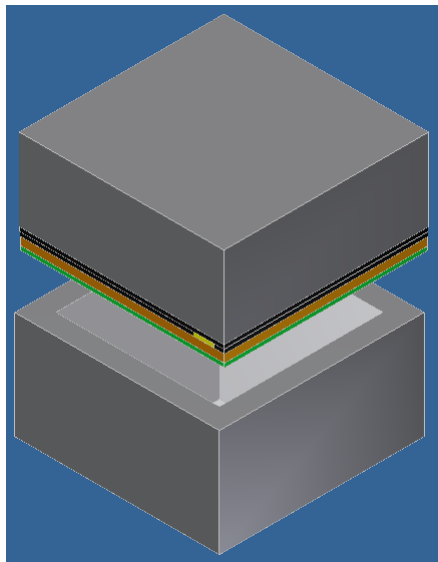
Previo al ensamblado de las estructuras, en los contenedores se depositará el nanomaterial en estado gel y se someterá a tratamiento térmico.



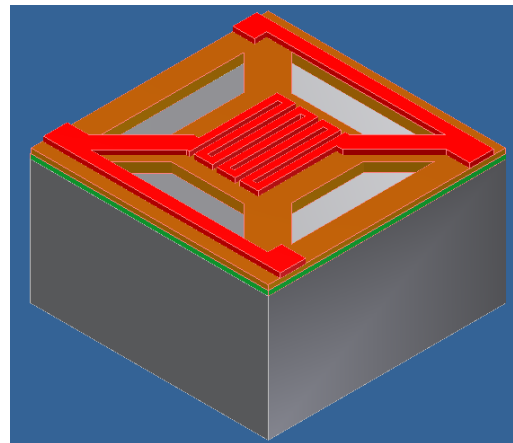
a)



b)



c)



d)

Figura 5.3 Unión de obleas para formar la membrana y microcalentador. a) Oblea con membrana y micro calentador. b) Oblea con cavidad. c) Obleas a unir. d) Obleas unidas y pulidas.

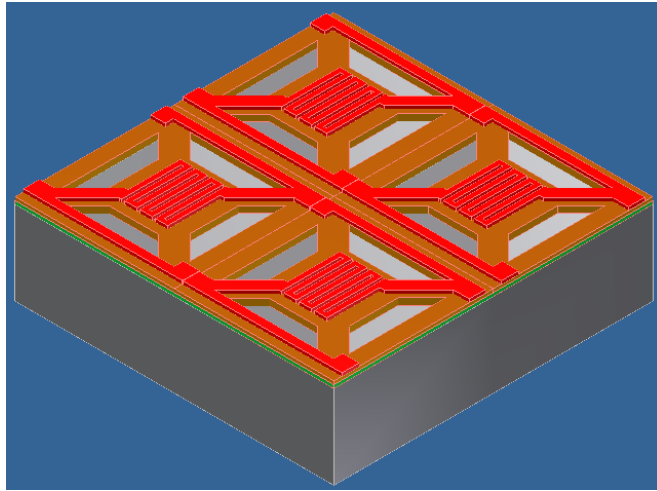


Figura 5.4 Estructura base del microdosímetro.

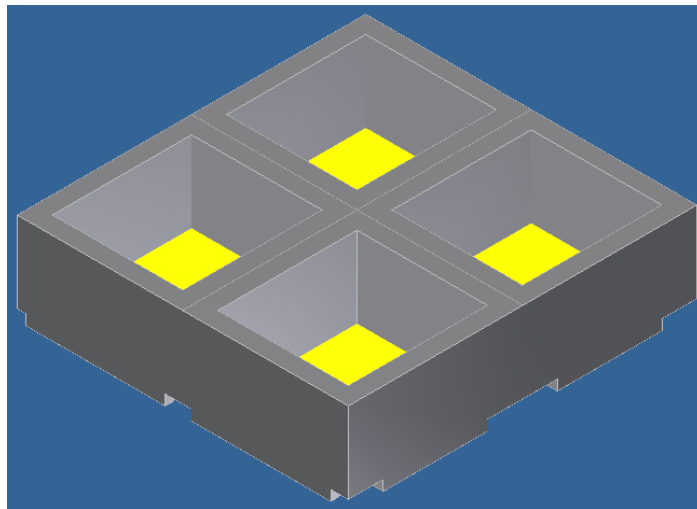


Figura 5.5 Estructura de contenedores.

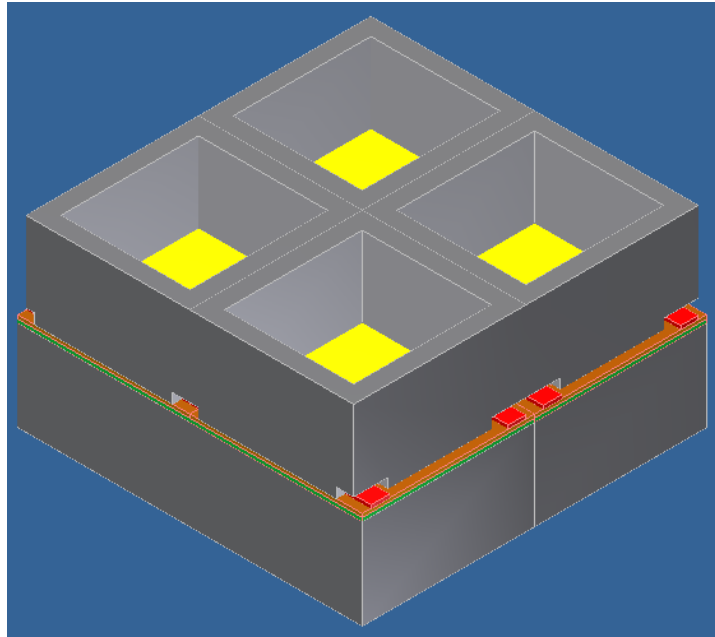


Figura 5.6 Estructura MEMS del microdosímetro.

Bibliografía

- [5.1] Liu, Chang, *Foundations of MEMS*, New Jersey: Pearson Prentice Hall. 2006.
- [5.2] Beeby, Stephen., Ensell, Graham., Kraft, Michael., White, Niel., *MEMS Mechanical Sensor*, Artech House. 2004.
- [5.3] Maluf, Nadim., Williams, Kirt., *An Introduction to Microelectromechanical Systems Engineering*, Second Edition. Artech House. 2004.
- [5.4] Lyshevski, Sergey Edward. *MEMS and NEMS Systems, Devices and Structures*, CRC Press LLC. 2002.

CAPÍTULO 6

CONCLUSIONES Y PERSPECTIVAS

6.1 Previo

Una de las áreas prioritarias en el desarrollo científico y tecnológico actual está enfocada a la nanociencia. La nanociencia y nanotecnología se orientan al estudio de los fenómenos ocurridos en la nanoescala. Este nuevo enfoque es aplicable a los nanomateriales, abriendo nuevas áreas para el diseño, fabricación y aplicación en nanoestructuras. En diversas disciplinas de la ciencia se busca el entendimiento fundamental de la relación entre las propiedades o fenómenos físicos y químicos de los nanomateriales. El tema de investigación de esta tesis se enfoca al estudio de las propiedades termoluminiscentes de un nanomaterial para aplicarlo en la detección de radiación. En este contexto, las contribuciones originales del trabajo desarrollado se dirigen a la aplicación de un material nanoestructurado y el uso de la tecnología MEMS para diseñar un microdosímetro de radiación ionizante.

6.2 Conclusiones

Se prepararon seis series de muestras de nanomaterial, con diferente concentración de cobalto. Cada serie está formada por otras tantas muestras y cada muestra fue sometida a diferentes condiciones de tratamiento térmico. Las muestras de nanomaterial se expusieron a radiación gamma y se obtuvieron sus destellos TL. Los destellos TL de las series 0.06 y 0.08 fueron analizados por el método de tres puntos para determinar su constitución por superposición de picos individuales y, para cada pico se calcularon sus parámetros cinéticos.

Los resultados del análisis de deconvolución de los destellos TL para la serie 0.08, revelan que están formados por dos picos, el cual es menos complejo comparado con los del LiF:Mg,Ti (TLD-100), siendo éste uno de los materiales más utilizados actualmente en DTL. Además, los rangos de temperatura de los picos, 125 a 239 °C, hacen al nanomaterial un candidato potencial como sensor de radiación en DTL.

El segundo objetivo particular se logró al realizar las siguientes actividades: Se diseñó el microcalefactor, sus parámetros de diseño se determinaron considerando el proceso para obtener los destellos TL. Se obtuvo su modelo matemático. Se diseñó su estructura con herramientas computacionales de CAD y se realizaron las simulaciones térmica y estructural del microcalefactor para asegurar su funcionamiento y consistencia estructural.

Los resultados obtenidos fueron empleados para las simulaciones de la celda básica y estructura completa del microdosímetro. Los resultados de

la simulación térmica demuestran una distribución uniforme de temperatura en los elementos del microdosímetro.

Se esbozan los procesos de fabricación, con tecnología MEMS, de los componentes del microdosímetro, con esta acción se dio cumplimiento al tercer objetivo particular.

Las acciones realizadas para cada uno de los objetivos particulares nos permiten lograr el objetivo principal de la tesis, diseñar un microdosímetro de radiación ionizante, con tecnología MEMS y un nanomaterial como sensor.

6.3 Propuesta de extensión de investigación de la tesis

Las potenciales aplicaciones de la nanotecnología y MEMS a dispositivos y bienes de consumo son inmensas. Los avances científicos fundamentales en la nanociencia conducirán a cambios en el entendimiento y desarrollo de materiales, sistemas y dispositivos. Dada la importancia de controlar la materia a la nanoescala en problemas relacionados con el medio ambiente, la salud y casi cualquier tipo de industria.

Los trabajos futuros de la tesis se engloban en las contribuciones tecnológicas y sociales en la aplicación de la nanotecnología y MEMS para crear minúsculos sensores de bajo costo, capaces de medir radiación en procesos industriales o de la vida cotidiana.

Los trabajos futuros relacionados con el nanomaterial se enfocan a encontrar nuevas formas de síntesis que permita ser depositado en un sustrato. También, existe la posibilidad de explorar sus propiedades semiconductoras, con el mismo propósito, medir la radiación ionizante. En el

desarrollo de este trabajo se intentó encontrar una metodología para monitorear las propiedades semiconductoras, a través del análisis de las curvas $I - V$. No se obtuvieron los resultados deseados, el principal problema fue la fragilidad del nanomaterial. Ésta dificulta la conexión de electrodos y la fijación a una estructura MEMS.

En cuanto al microdosímetro, el trabajo futuro inmediato es la fabricación del mismo. De igual manera, construir en el mismo sustrato el sensor del destello termoluminiscente y los circuitos complementarios para la exposición de los resultados.