

# PROYECTO 1 - ALTAS ENERGÍAS:

## CARACTERIZACIÓN DE ESPECTROS DE RAYOS X ASOCIADOS A FUENTES DE TUNGSTENO Y PLATA USANDO UN DETECTOR MEDIPIX3

JUAN CAMILO RAMIREZ - 201312866  
JUAN BARBOSA - 201325901

- **Grupo investigación:** Altas Energías
- **Profesor responsable:** Carlos Ávila
- **Estudiante o técnico de contacto:** Gerardo Roque

## 1. Introducción

### 1.1. Motivación

El laboratorio de Altas Energías adquirió en el 2017 un nuevo tubo de rayos X con ánodo de Plata. El laboratorio también cuenta con un tubo de rayos X con ánodo de Tungsteno. Se desea hacer un estudio de la respuesta de los detectores MEDIPIX3 [1] para los dos tubos de rayos X con los que se cuenta, además de hacer un barrido de energía en el rango de 10 keV hasta 100 keV y verificar el contraste de la imagen que se obtiene para una misma muestra que es irradiada con los diferentes espectros de emisión.

Los distintos tipos de ánodo presentes en las fuentes hacen que el espectro de emisión de las mismas sea distinto, en este sentido es posible observar picos de conteos de distintos tamaños en diferentes regiones del espectro de energías. Esto tiene distintas implicaciones como el cambio en el contraste de las imágenes tomadas, dado que el tamaño de los picos de emisión limita la resolución del sensor, dado que se ha de ajustar los tiempos de adquisición con el fin de evitar la saturación del mismo, lo cual conlleva una menor relación señal a ruido, si se ha de medir en regiones del espectro cercanas a los picos [2].

En adición a esto, la existencia de energías preferenciales de emisión también ha de ser considerada en técnicas como XPS, en la cual se busca medir la composición elemental y tipos de enlace químico presentes en una muestra por medio de los picos de emisión de la misma, dado que los picos de emisión se muestran en el resultado final [3]. Siendo, entonces, necesario conocer detalladamente el espectro de emisión de la fuente para obtener resultados correctos.

A pesar de que existen mediciones de los espectros de emisión de fuentes de rayos X con ánodos de distintos materiales [4], como se evidencia en la Figura 1, no se puede asegurar que las condiciones de operación del sensor usado para medirlos sean las mismas que en el sensor del laboratorio.

En este orden de ideas, se ha de caracterizar las emisiones de las fuentes de rayos X del laboratorio en el espectro de energía y la respuesta del sensor, con el fin de hacer posible un futuro análisis adecuado de las muestras que lleguen al laboratorio.

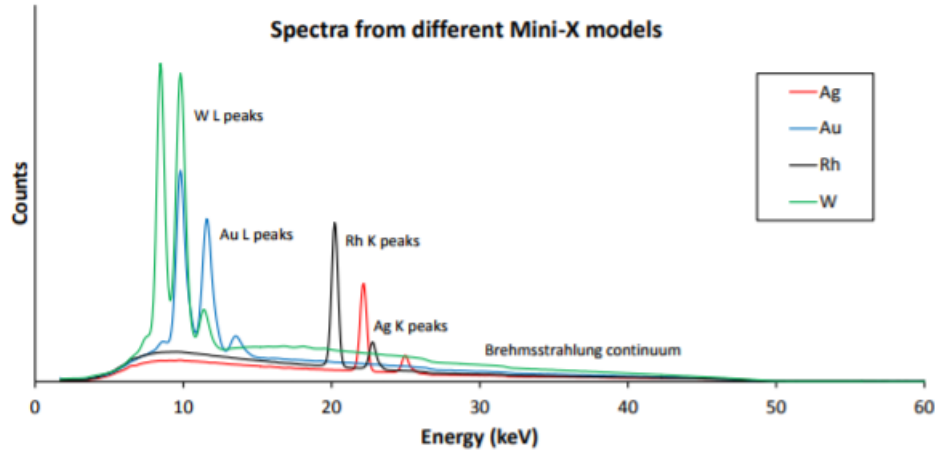


Figura 1: Espectros de fuentes de rayos X [4]

## 1.2. Marco teórico

Los rayos X fueron descubiertos accidentalmente en 1895 por el físico alemán Wilhelm Röntgen, al observar que estos emanaban de los tubos de rayos catódicos. Desde entonces los rayos X han adquirido particular importancia dada su capacidad para causar difracción en gran cantidad de materiales. Desde cristales hasta moléculas individuales. Uno de los descubrimientos más célebres del siglo XX fue la elucidación de la estructura de doble hélice del ADN, la cual fue posible mediante el uso de difracción de rayos X [5].

La forma más común de producción de rayos X es por la incidencia de electrones a alta velocidad sobre una muestra metálica, de tal forma que cuando el electrón incidente interactúa con un átomo, es capaz de expulsar un electrón de la capa interna de energía generando un hueco. Este hueco se llena con un electrón de la capa más externa, generando un fotón con energía dada por:

$$\Delta E = h\nu = \frac{hc}{\lambda} \quad (1)$$

La principal desventaja de esta forma de generación es que únicamente cerca del 1 % de la energía incidente se transforma en rayos X, el porcentaje remanente corresponde con energía térmica, lo cual hace necesaria la refrigeración del tubo. El blanco metálico sobre el que inciden los electrones altamente energéticos puede ser de distintos metales, entre los que se encuentran: plata, oro, rodio, y tungsteno. Dependiendo del material se tienen espectros de emisión de rayos X distintivos, estos se muestran en la Figura 1 [5]. Lo anterior da lugar a que la caracterización de una fuente de rayos X sea de vital importancia para cualquier tipo de experimento que requiera este tipo de radiación electromagnética. Una fuente caracterizada permite entre otras cosas determinar composiciones de muestras, permitiendo conocer la composición elemental relativa de la misma, sin tener que realizar un proceso químico sobre la muestra [6].

Hoy en día, se está trabajando en hacer fuentes más eficientes y de menor tamaño a menores costos, de forma que sean de más fácil acceso e instalación en laboratorios como el Laboratorio de Altas energías de la Universidad de los Andes. Una de estas fuentes es la Mini-X producida por AMP-TEK, la cual es una fuente que no requiere de componentes externos para su funcionamiento, siendo enfriada por aire y teniendo su propia fuente de voltaje y tubo de rayos catódicos [7], haciéndola de fácil uso al requerir únicamente de un computador y un adaptador de AC a 12 VDC [7].

Además de la aplicación antes mencionada, los rayos X, debido a su pequeña longitud de onda ( $1 \times 10^{-2}$  - 10 nm) son usados en múltiples áreas del conocimiento, desde la medicina hasta la electrónica. Incluso más allá de las aplicaciones de investigación, los rayos X son altamente requeridos en el mundo

moderno, ejemplo de esto son los dispositivos de seguridad de los aeropuertos, los cuales a partir de cambios en las densidades del material permiten determinar el contenido del equipaje [5, 6].

En cuanto a toma de imágenes, hoy en día se hace uso de sensores que permitan contar el número de fotones incidentes. En particular, si se desea tener una imagen a color, los sensores cuentan con píxeles con filtros que les permitan captar ciertas longitudes de onda mejor que otras. En el caso de los rayos X esto es un poco más complicado, dado que son de alta energía, lo cual hace que no se puedan usar filtros convencionales para hacer conteos de fotones de distintas energías para así distinguir colores o simplemente separar las emisiones por su energía. Esto es algo que el sensor MEDIPIX3 logra mediante un sistema que le permite tener umbrales de detección para así poder filtrar el espectro de forma selectiva, como se detalla en la Subsubsección 3.1.3

## 2. Objetivos

### 2.1. General

Establecer diferencias en el funcionamiento de la fuente de rayos X de ánodo de Tungsteno y la fuente de rayos X de ánodo de Plata.

### 2.2. Específicos

1. Probar el funcionamiento de la fuente de rayos X con ánodo de plata, recientemente adquirida por el laboratorio de altas energías.
2. Hacer un barrido de voltaje de las fuentes con ánodos de tungsteno y plata para verificar el voltaje y la intensidad de cada fuente que produce la imagen con el mejor contraste, dentro de los rangos de dosis permitidos para este tipo de imágenes.
3. Hacer un estudio de cociente de señal a ruido de las diferentes imágenes obtenidas para cada fuente de rayos X.
4. Sacar conclusiones sobre el modo de operación y tipos de aplicaciones apropiados para ánodo de tungsteno y ánodo de plata.

## 3. Materiales y Métodos

De acuerdo con el funcionamiento del detector, se tienen varios DACs (*Digital to analog converter* por sus siglas en inglés) que permiten controlar el funcionamiento del mismo. En particular, para la energía, existe un DAC que permite controlar el umbral de energía (*TH* - Threshold high) a partir del cual serán considerados los fotones incidentes. Usando lo anterior y con el objetivo de caracterizar el comportamiento de la fuente de rayos X con ánodo de plata, respecto a la fuente de tungsteno, se realizan barridos entre 20 y 250 DAC.

Cuadro 1: Configuración del sensor

<b>Tipo</b>	MPX3RXV1, fine pitch (55um pixel pitch)
<b>Modo de operacion</b>	SPM
<b>Preamp Gain</b>	High Gain Mode
<b>No. serie</b>	W108-I4
<b>Polaridad del sensor</b>	N-on-P
<b>Voltaje (V)</b>	-100V

En ambas fuentes de rayos X es posible controlar tanto el voltaje como la corriente sobre el tubo, de esta forma es posible controlar tanto la energía de los fotones emitidos por la fuente como la cantidad de éstos.

Típicamente una imagen de rayos X es tomada con un montaje como el mostrado en la Figura 2, donde en este caso se omite el objeto con el fin de observar directamente las emisiones de la fuente.

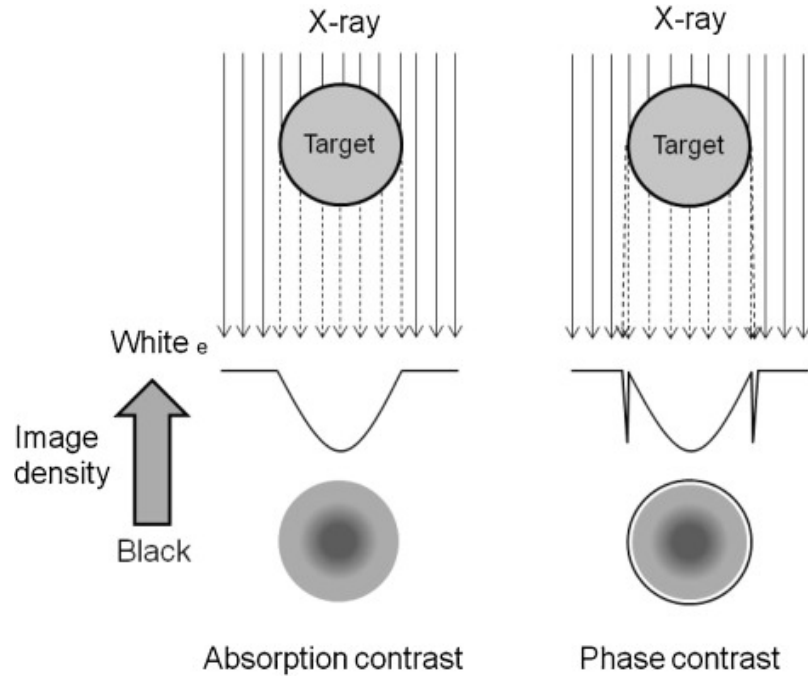


Figura 2: COnfiguración típica para toma de imágenes por absorción o contraste de fase de rayos X [8].

### 3.1. Tiempos de exposición

La imagen inicial corresponde con el valor de voltaje más bajo, que es a su vez el momento en que la fuente emite la menor cantidad de fotones. Se desea que esta toma y todas las demás tengan buena estadística, por lo que se desea que se obtengan espectros tales que el conteo promedio por imagen sea de 500 o más. Se sacan 5 espectros por valor de voltaje de la fuente.

- Para la fuente de W, el tiempo por valor de  $TH$  es de 2.5 segundos.
- Para la fuente de Ag, el tiempo por valor de  $TH$  es, en general, 10.0 segundos, salvo para los voltajes por encima de 23kV, ver Tabla 3.

Cuadro 2: Condiciones fuentes

<b>Marca</b>	Hamamatsu	Amptek
<b>Modelo</b>	L10321	Mini-X
<b>Ánodo</b>	W	Ag
<b>Ventana</b>	Berilio	Berilio
<b>Voltaje (kV)</b>	11.0 - 47.0	11.0 - 47.0
<b>Corriente (<math>\mu A</math>)</b>	150.0	150.0

Cuadro 3: Corrientes y tiempos de exposición para la fuente de plata. Para hacer el ajuste, se calcula el tiempo necesario para emitir 375  $\mu\text{As}$  totales, igual que en todos los casos anteriores con ambas fuentes.

Voltaje (kV)	Corriente ( $\mu\text{A}$ )	Tiempo/TH (s)
11.0	150.0	10.000
17.0	150.0	10.000
23.0	150.0	10.000
29.0	136.0	11.029
35.0	113.0	13.274
41.0	96.0	15.625
47.0	84.0	17.857

### 3.1.1. Fuente de rayos X con ánodo de Tungsteno:

Para este proyecto se usará una fuente de rayos X Hamamatsu L10321 que opera a un voltaje máximo de 100 kV con una corriente máxima de 100  $\mu\text{A}$ .

X-ray tube voltage setting range	0 to 100 kV
X-ray tube current setting range	0 to 200 $\mu\text{A}$ (See "A8. Current adjustable range" in the appendix of this manual for more details.)
X-ray tube voltage setting method (UP/DOWN)	Command input through serial communication interface from external control unit (1 kV step)
X-ray tube current setting method (UP/DOWN)	Command input through serial communication interface from external control unit (1 $\mu\text{A}$ step)
Interlock	External shorting method (Normally closed)
Interlock-1*	DC 24V
Interlock-2	DC 12V
X-ray output window material	Beryllium (thickness: 500 $\mu\text{m}$ )
Focal spot size	5 $\mu\text{m}$ (at 4 W) to 30 $\mu\text{m}$ (at 20 W) (See Appendix A9. Focal spot size –Output relation)
Maximum X-ray emission angle	50 to 55 degrees on one side
Focal length from X-ray output window (FOD)	7.3 mm
Serial interface communication method	Full duplex
Data transfer speed	38400 bps
Data bit length	8 bits
Stop bit	1
Parity	None
Flow control	None

Figura 3: Especificaciones de la fuente de ánodo de Tungsteno [9]

Esta fuente permite hacer barridos de voltaje con una resolución de 1 kV con una relación de puntos focales dependiendo de la potencia de salida como se indica en la Figura 4, distancia focal de 7.3 mm como se observa en las especificaciones en la Figura 3 y ángulo máximo de emisión de 55° [9].

Estos parámetros son de particular interés al momento de hacer mediciones, dado que determinan la dosis de rayos X que recibe una muestra así como las distancias óptimas para la exposición [10].

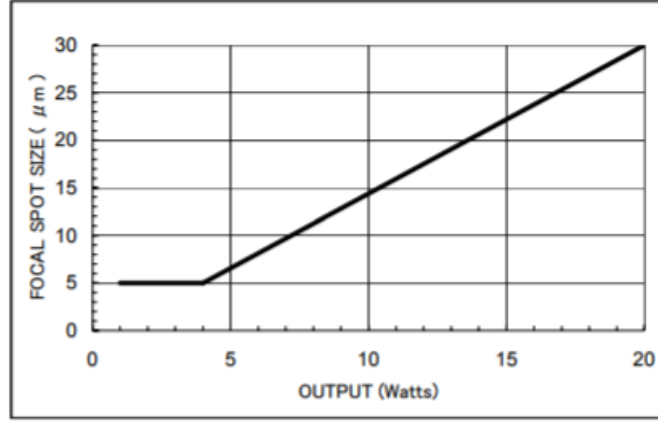


Figura 4: Distancia focal a distintas potencias [9]

### 3.1.2. Fuente de rayos X con ánodo de Plata:

Esta fuente es de menor tamaño que la de ánodo de Tungsteno y su principal ventaja es el hecho de que las líneas características de rayos X de la plata se presenta a más altas energías, por lo cual presenta poca interferencia de metales comunes encontrados en la muestra como se observa en la Figura 1, además cuenta con un tamaño de punto focal de 2 mm constante con el voltaje a diferencia de la fuente de Tungsteno, manejando ángulos máximos de emisión similares a los de la fuente de ánodo de tungsteno [7].

### 3.1.3. Detector MEDIPIX3:

Es un chip basado en píxeles CMOS diseñado para ser conectado a un sensor semiconductor segmentado, el cual se basa en el desplazamiento de electrones al interactuar con electrones presentes en el semiconductor [1]. Su principal característica es el hecho de que permite contar el número de electrones que llegan a los píxeles y además permite tomar imágenes a color. En adición a esto, el detector cuenta con un esquema de suma y locación de cargas el cual le permite hacer *binning*, de forma que se eliminan los efectos de difusión y fluorescencia que se dan dentro del semiconductor, eliminando así el ruido producido por estos fenómenos, mejorando efectivamente el contraste [1].

Con respecto a los conteos, las mediciones pueden ser almacenadas en registros, de forma que se puede hacer lectura y conteo de forma paralela [1].

### 3.1.4. Barridos de voltaje:

Uno de los principales propósitos del proyecto es obtener el espectro de emisión de las dos fuentes y compararlos, como tal se realizará barridos de voltaje de 10kV a 100kV en pasos de 1kV para las dos fuentes sin muestras, de forma que se pueda obtener el espectro de emisión "puro" de cada fuente. Esto será de gran importancia al momento de analizar muestras.

### 3.1.5. Relación señal a ruido:

Después de realizar los barridos de voltaje y de tener distintas medidas para cada espectro es posible hacer un cálculo estadístico de la relación señal a ruido como:

$$SNR = \frac{\mu_{sig}}{\sigma_{sig}} \quad (2)$$

Siendo posible caracterizarla para las distintas energía.

### 3.1.6. Toma de imágenes:

Una vez se haya hecho la caracterización de los espectros de emisión, se tomará imágenes de distintas muestras, de manera que sea posible determinar las diferencias en contraste y resolución logradas con las dos fuentes, tomando además mediciones de las relaciones señal a ruido.

## 4. Cronograma de actividades

### 4.1. Actividades

1. Capacitación del uso de las fuentes y las normas de seguridad del laboratorio.
2. Instalación de soporte para la nueva fuente de ánodo de plata.
3. Medición del espectro de emisión de la fuente de ánodo de tungsteno.
4. Medición del espectro de emisión de la fuente de ánodo de plata.
5. Toma de imágenes con la fuente de ánodo de tungsteno.
6. Toma de imágenes con la fuente de ánodo de plata.
7. Escritura de documento.

### 4.2. Programación

Cuadro 4: Programación

Semanas Actividades	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14
1		x	x											
2				x										
3					x	x								
4							x	x						
5									x	x	x			
6									x	x	x			
7					x		x				x	x	x	x

## 5. Resultados preliminares

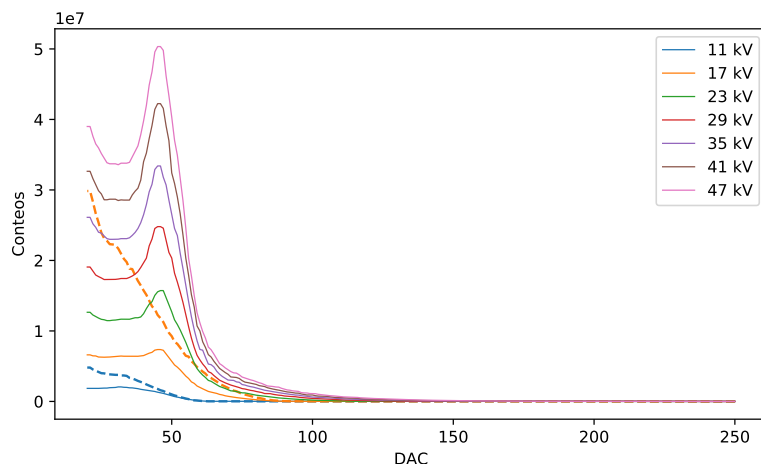


Figura 5: Espectros obtenidos hasta el momento, luego de promediar las 5 tomas por valor de energía. Las líneas continuas corresponden a datos obtenidos para la fuente de tungsteno. Con segmentos, la fuente de plata.

Hasta el momento se encuentran completas las medidas para la fuente con ánodo de tungsteno. Dichos resultados experimentales corresponden con 35 espectros individuales que se encuentran resumidos en la Figura 5. Estos están agrupados por valores de energía y permiten observar que existe un aumento en la luminosidad de la fuente, a pesar que la corriente es la misma en todos los casos. Esto se puede observar más fácilmente en la Figura 6, es importante resaltar que las barras de error en los conteos son 3 órdenes de magnitud inferiores.

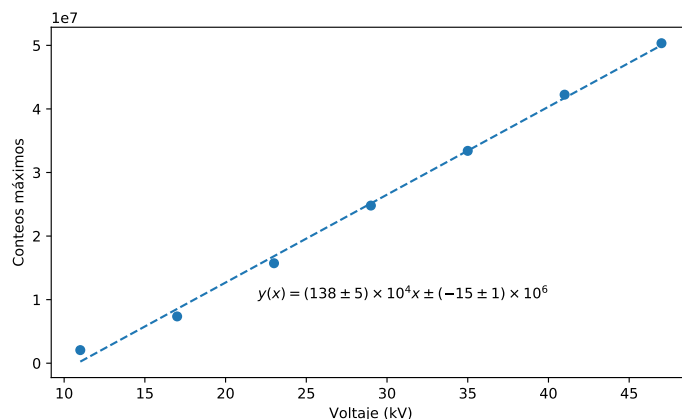


Figura 6: Aumento lineal de la luminosidad de la fuente de tungsteno con el voltaje de aceleración.

Seguramente, este aumento en la luminosidad se debe a que a pesar de que se tenga el mismo número de electrones (dados por la corriente) su eficiencia para emitir rayos X aumenta con su energía, puesto que les es más fácil llegar a los niveles electrónicos más cercanos al núcleo del átomo, generando la caída de un electrón de un nivel superior, aumentando así la producción de rayos X.



Respecto a los errores experimentales se muestra que la incertidumbre para la fuente de tungsteno es completamente aleatoria, mientras que para el caso de la fuente de plata se tiene incertidumbres que siguen el comportamiento de la información espectral. Para este fenómeno no se cuenta con una explicación actualmente y se espera que esto cambie al alcanzar energías más altas.

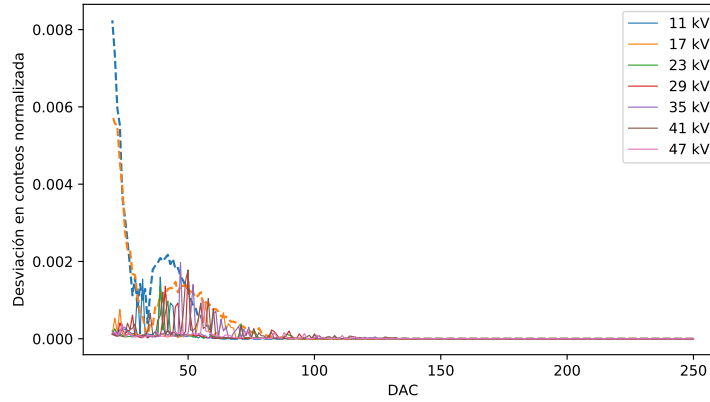


Figura 7: Oscilaciones en las medidas realizadas en el laboratorio. Las líneas continuas corresponden a datos obtenidos para la fuente de tungsteno. Con segmentos, la fuente de plata.

En particular se observa una diferencia significativa en la formación de picos para los distintos voltajes de aceleración, esto se debe en mayor medida a que electrones de baja velocidad no son capaces de arrancar electrones de alta energía, haciendo que haya menos fotones emitidos en los picos que en los casos donde el voltaje de aceleración es mayor.

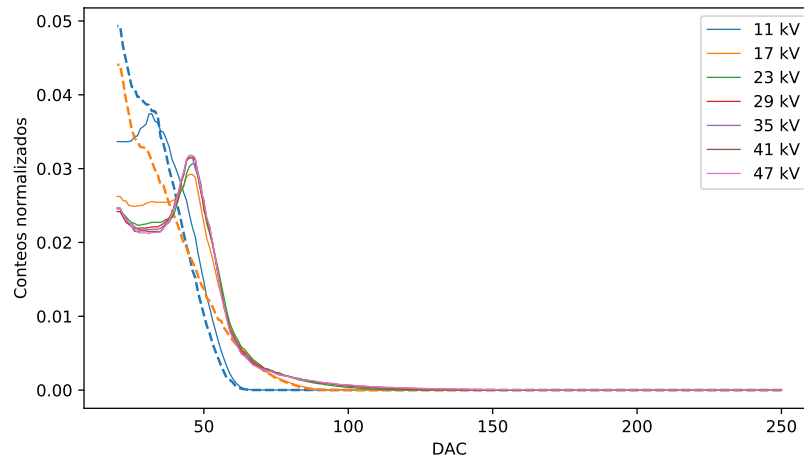


Figura 8: Formas de los espectros obtenidos a distintas energías. Las líneas continuas corresponden a datos obtenidos para la fuente de tungsteno. Con segmentos, la fuente de plata.

## Referencias

- [1] R Ballabriga, M Campbell, E Heijne, X Llopart, L Tlustos, and Winnie Wong. Medipix3: A 64 k pixel detector readout chip working in single photon counting mode with improved spectrometric performance. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*, 633:S15–S18, 2011.
- [2] Savvas G Chamberlain and Jim PY Lee. A novel wide dynamic range silicon photodetector and linear imaging array. *IEEE Journal of Solid-State Circuits*, 19(1):41–48, 1984.
- [3] Jill Chastain, Roger C King, and J Moulder. *Handbook of X-ray photoelectron spectroscopy: a reference book of standard spectra for identification and interpretation of XPS data*. Physical Electronics Division, Perkin-Elmer Corporation Eden Prairie, Minnesota, 1992.
- [4] *Choosing the anode material*, 2017.
- [5] Jens Als-Nielsen and Des McMorro. *Elements of modern X-ray physics*. John Wiley & Sons, 2011.
- [6] DC Koningsberger and Roelof Prins. *X-ray absorption: principles, applications, techniques of EXAFS, SEXAFS, and XANES*. John Wiley and Sons, New York, NY, 1988.
- [7] AMETEK. *Miniature X-Ray Source*, 2017.
- [8] Masanori Miyagi, Yousuke Kawahito, Hiroshi Kawakami, and Takahisa Shoubu. Dynamics of solid-liquid interface and porosity formation determined through x-ray phase-contrast in laser welding of pure al. *Journal of Materials Processing Technology*, 250:9–15, 2017.
- [9] Hammamatsu. *100kV MICROFOCUS X-RAY SOURCE L10321 INSTRUCTION MANUAL*, 2017.
- [10] NN Blinov, A Yu Vasilyev, VB Bessonov, A Yu Gryaznov, KK Zhamova, EN Potrakhov, and NN Potrakhov. Effect of x-ray tube focal spot size on radiovisiograph resolution. *Biomedical Engineering*, 48(2):58, 2014.