

Especialidad II: Caracterización de materiales con FRX y EPMA

Práctico de laboratorio nº 3 - 10 de mayo de 2024

Actividad 1. Calibración de la relación canal-energía

En un detector de rayos x de estado sólido, por ejemplo, un Si(Li) o un SDD, el proceso de detección de cada fotón incidente y la asignación de la energía correspondiente, atraviesa por sucesivas etapas que dan como resultado una relación lineal entre el número de canal i del espectro y la energía E asociada a ese canal, es decir, es posible escribir

$$E=Gi+Z ,$$

donde G es la ganancia del espectrómetro y Z , un corrimiento de la proporcionalidad denominado *cero* de la calibración.

El propósito de esta actividad es determinar los parámetros G y Z del espectrómetro; para ello se obtendrán varios espectros con energía incidente de 20 keV. A continuación se detallan los patrones a medir, junto con las líneas características de cada uno de ellos que se considerarán para la calibración.

1. BN.....B-K α , N-K α

Los elementos de esta muestra son B y N.

2. Albita.....Na-K $\alpha_{1,2}$, O-K α , Al-K $\alpha_{1,2}$, Si-K $\alpha_{1,2}$

Los elementos de esta muestra son O, Na, Al, Si y Ca.

3. Calcita.....C-K α , Ca-K $\alpha_{1,2}$, Ca-K $\beta_{1,3}$

Los elementos de esta muestra son C, O y Ca.

4. Pentlandita.....S-K $\alpha_{1,2}$, Fe-K $\alpha_{1,2}$, Fe-K $\beta_{1,3}$, Ni-K $\alpha_{1,2}$, Ni-K $\beta_{1,3}$

Los elementos de esta muestra son S, Fe y Ni.

5. GaP.....P-K $\alpha_{1,2}$, Ga-K $\alpha_{1,2}$, Ga-K $\beta_{1,3}$

Los elementos de esta muestra son Ga y P.

Una vez registrados todos los espectros y exportados en formato EMSA, se procederá a graficarlos. A partir de estos espectros se elaborará una tabla de dos columnas: en la primera se escribirá la energía E correspondiente a cada transición, conforme a los datos tabulados en bibliografía, y en la segunda, el número de canal i correspondiente al máximo.

Sugerencia: antes de graficar los espectros, elimine del archivo EMSA todos los datos cuya primera columna tengan valores negativos o cero; es decir, llame canal 1 ($i=1$) al canal que corresponde al valor 0,01.

Luego, con los datos tabulados, se confeccionará un gráfico E vs. I y se ajustará una recta, obteniéndose así los parámetros buscados G y Z . Con estos parámetros se recuperará la energía de alguna línea no usada para la calibración, cuyo valor se comparará con datos de la bibliografía.

Actividad 2. Calibración de la relación ancho de pico-energía

Se denomina respuesta del espectrómetro a la salida que entrega el sistema de detección cuando ingresa cierta distribución de fotones con la energía. En particular, nos referiremos a la función respuesta que caracteriza el ensanchamiento que introduce el sistema cuando ingresa un pulso de fotones monoenergético.

Si bien las líneas características tienen un ancho natural, este es despreciable (de alrededor de 1 eV) frente al ensanchamiento instrumental (de alrededor de 100 eV), por lo cual pueden considerarse monoenergéticas. Sin embargo, el resultado a la salida del sistema de detección es un pico de forma aproximadamente gaussiana, con una asimetría hacia el lado de bajas energías. Este último efecto se debe a la colección incompleta de cargas dentro el detector. En cuanto al ensanchamiento gaussiano, se debe a cuestiones estadísticas relacionadas con la creación de portadores de carga (pares electrón-hueco) en el cristal de Si del detector. Como puede verse en el apéndice, es posible relacionar el ancho energético ΔE de una línea característica (medido a la altura mitad del pico) con la energía E de la transición mediante la expresión

$$\Delta E^2 = \Delta E_n^2 + \Delta E_{stat}^2 = \Delta E_n^2 + 2,355^2 \in FE ,$$

donde ΔE_n es el ruido electrónico, $\epsilon = 3,76$ eV/par es la energía promedio necesaria para crear un par electrón-hueco en Si a 77 K y F es el factor de Fano. Sustituyendo ΔE^2 por y , ΔE_n^2 por b y $2,355^2 \in F$ por a , la ecuación anterior queda más claramente expresada como una función lineal de la energía:

$$y = b + aE .$$

El propósito de esta actividad es determinar el ruido electrónico y el factor de Fano, para lo cual se determinará, a partir de los espectros graficados durante la actividad 1, los anchos de pico ΔE en función de la energía y se realizará un ajuste lineal usando la última expresión. A partir de la ordenada al origen b se obtendrá el ruido electrónico, y usando la pendiente a , el factor de Fano.

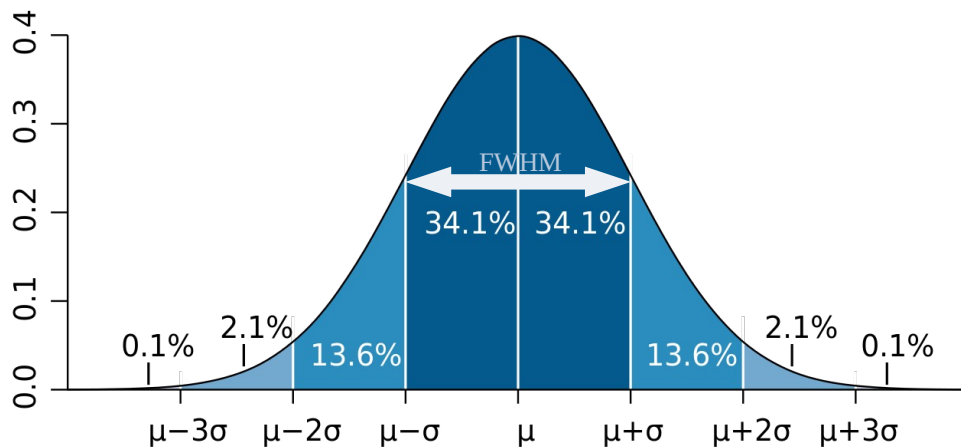
Apéndice

Si ϵ es la energía media necesaria para crear un par electrón-hueco, el número medio $\langle N \rangle$ de estos pares producidos por un fotón de energía E será $\langle N \rangle = E/\epsilon$. A lo largo del proceso de creación de portadores de carga, parte de la energía que traía el fotón es disipada en colisiones no ionizantes (agitación térmica, agitación colectiva de la red, etc.). Si solo una pequeña parte de la energía E fuera a parar a colisiones ionizantes, éstas ocurrirían aleatoriamente; entonces, la desviación estándar σ de $\langle N \rangle$ sería $\sigma = \langle N \rangle^{1/2}$; por otro lado, si toda la energía E se destinara a colisiones ionizantes, no habría fluctuaciones en el número de pares creados y sería $\sigma = 0$. La realidad está entre estos dos extremos, de manera que:

$$\sigma = \sqrt{F \langle N \rangle} ,$$

donde el factor de Fano F es una medida de cuán aleatoriamente ocurren las colisiones ionizantes. Típicamente, $F \approx 0,1$ para detectores de Si(Li). Por otra parte, cabe señalar que en detectores basados en silicio, $\epsilon = 3,76$ eV/(par iónico) a temperatura de nitrógeno líquido, es decir, 77 K.

En una distribución gaussiana, el ancho a la mitad de la altura, FWHM, se relaciona con σ mediante la expresión $FWHM = 2,355 \sigma$ (ver la figura para una distribución normal o gaussiana de semiancho σ alrededor de un valor medio μ).



Entonces, el ancho en energía a la mitad de la altura de un pico estará dado por:

$$\Delta E_{stat} = \epsilon FWHM = 2,355 \epsilon \sigma = 2,355 \epsilon \sqrt{F \langle N \rangle} = 2,355 \epsilon \sqrt{FE / \epsilon} = 2,355 \sqrt{\epsilon FE}$$

Vemos que la estadística en la producción de pares electrón-hueco conduce a picos con un ancho creciente con la energía E del fotón característico. Otras fuentes de incerteza o pérdida de resolución energética son la corriente de pérdida en el detector y el ruido térmico en el preamplificador. Estas dos fuentes no dependen de E , sino que son fuentes de ruido aleatorio que debe sumarse en cuadratura con la contribución debida a la estadística de las ionizaciones dentro del cristal de silicio:

$$\Delta E^2 = \Delta E_n^2 + \Delta E_{stat}^2 = \Delta E_n^2 + 2,355^2 \epsilon FE ,$$

donde el subíndice n se refiere al ruido (*noise*) electrónico o aleatorio.