

# Úloha č. 8 - Měření tloušťky pomocí absorpce rtg. záření

## 1 Úvod

Hlavním cílem této úlohy bude měření absorpce a tloušťky vzorků. Tyto vzorky budou vyrobeny z různých materiálů a vrstvením několika stejných vzorků na sebe se získají různé tloušťky. Výstupem bude porovnání naměřených spekter s tabulkovými hodnotami [1] a měření neznámé tloušťky.

Rentgenové záření je krátkovlnná vysoce energetická část spektra elektromagnetického záření. Vztah mezi energií a vlnovou délkou rtg. záření je definován jako  $E = hc/\lambda$ . Za rtg. oblast se považuje záření s energiemi řádově v jednotkách až stovkách keV.

Malá vlnová délka rtg. záření a jeho „tvrdost“ určuje základní vlastnosti tohoto záření: schopnost pronikat látkami, působit na fotografickou emulzi, vyvolat ionizaci látky, kterou záření prochází.

Prochází-li toto záření látkou, pohlcuje se a jeho energie se mění ve vnitřní energii látky. Pohlcování záření značně závisí na protonovém čísle  $Z$  chemického prvku, kterým je látka tvořena. Čím vyšší protonové číslo  $Z$  prvek má, tím více záření pohlcuje, čehož se hojně využívá v lékařství, v průmyslu atd.

Zdrojem rtg. záření je obvykle elektronka, nazývaná rentgenka. Z rozžhavené záporné katody vyletují elektrony směrem ke kladné anodě. Mezi katodou a anodou je připojeno vysoké napětí, které uděluje elektronům vysokou rychlost. Při dopadu elektronů na anodu se většina jejich energie mění v teplo. Část energie dopadajících elektronů se mění na energii brzdného záření. Rtg. záření ionizuje vzduch, vyvolává světélkování některých látek, způsobuje zčernání fotografického filmu a působí také na živé organismy. Záření prochází různými látkami, ale je jimi více nebo méně pohlcováno.

## 2 Pojmy a definice

### Interakce rtg. záření v materiálu

Průchod rtg. záření materiálem (neuvažujeme krystal) je ovlivňován třemi základními efekty (Michette & Buckley, 1993):

- Fotoefekt,
- Comptonův rozptyl,
- Thomsonův rozptyl.

Pro potřeby měření a výpočtů lze interakci rtg. záření s materiálem popsat komplexním indexem lomu  $n$ :

$$n = 1 - \delta - i\beta = 1 - \frac{1}{2\pi} N r_0 \lambda^2 (f_1 + if_2)$$

kde  $N$  je numerická hustota materiálu (počet atomů na jednotku objemu),  $r_0 = 2.817 \times 10^{-15}$  m je klasický poloměr elektronu,  $\lambda$  je vlnová délka záření,  $f_1$  a  $f_2$  jsou tzv. „atomové rozptylové faktory“, což jsou funkce závislé na energii záření (resp. vlnové délce) a zároveň jsou charakteristické pro daný materiál. Hodnoty  $f_1$  a  $f_2$  lze nalézt například v nejrůznějších online tabulkách (CXRO, 1995-2008;

NIST, 2010). Je důležité si uvědomit, že reálná část indexu lomu bývá typicky menší než jedna i když velmi blízká jedničce (proto –  $\delta$ ). Tato část může za lom paprsků na rozhraní, lze ho spočítat pomocí klasických Fresnelových vzorců (např. [http://cs.wikipedia.org/wiki/Fresnelovy\\_rovnice](http://cs.wikipedia.org/wiki/Fresnelovy_rovnice)). Imaginární část indexu lomu pak může za transmitanci v materiálu:

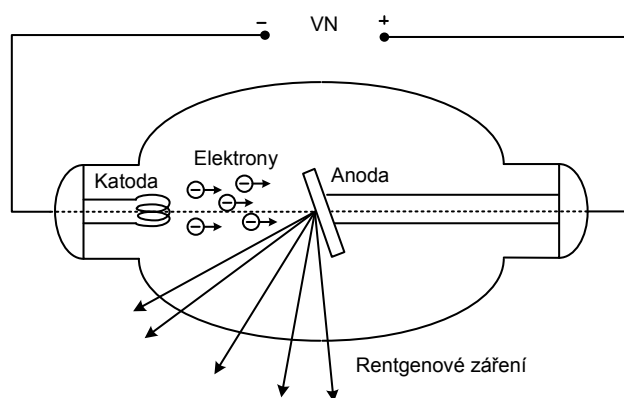
$$T = e^{-2\text{Re}(\lambda f_2 d)} = e^{-\mu d}$$

Kde  $d$  je tloušťka materiálu,  $\mu$  je tzv. lineární absorpční koeficient (závisí na hustotě, materiálu a energii fotonů, často se uvádí i tzv. hmotnostní absorpční koeficient, což je  $\mu_M = \mu/\rho$  pak  $T = e^{-\rho\mu_M d}$ ). Je důležité si uvědomit, že:

- Množství záření prošlého materiálem klesá exponenciálně s tloušťkou
- Transmitance (a tedy  $\mu$ ) závisí na materiálu, na hustotě materiálu a na energii fotonů

## Rentgenka

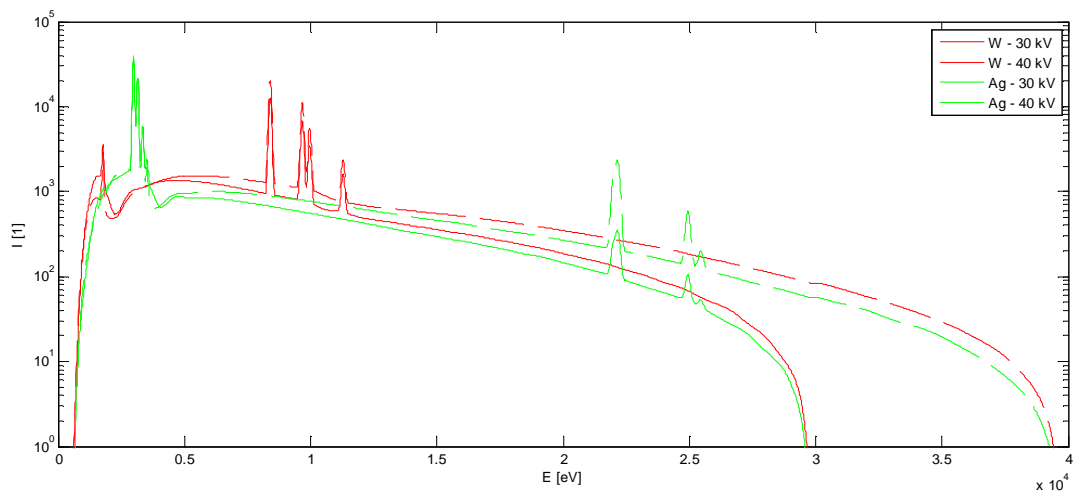
Jako zdroj rentgenového záření se používá speciální trubice - rentgenka. Její základní části jsou katoda K (obvykle žhavená), která emituje elektrony, a anoda A (zhotovená např. z wolframu). Mezi katodou a anodou je velký potenciálový rozdíl, takže se emitované elektrony pohybují se značným zrychlením. Velkou rychlostí dopadají na plochu anody a vzniká rentgenové záření. Vzhledem k tomu, že se anoda při tom silně zahřívá, je třeba ji za provozu chladit.



Typické spektrum je znázorněno na Obrázku 1. Toto spektrum se skládá ze dvou částí – kontinua (spojité spektrum – brzdné záření) a několika píků (čárové spektrum). Spektrální čáry lze pozorovat při přechodech mezi energetickými hladinami atomů. Tyto čáry jsou jedinečné pro každý prvek z chemické tabulky prvků.

Změny parametrů:

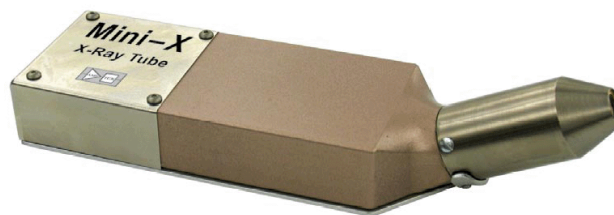
- **Napětí V** – při změně napětí na rentgence se změní i tvar spektra. Emitované rtg. záření (brzdné) bude mít energie od 0 eV (teoretická hodnota, prakticky je limitována vlastnostmi okýnka) do tolika eV, jaké napětí ve voltech nastavíme na rentgence. Pokud bude napětí (a tedy i maximální energie) nižší než energie, na kterých se vyskytují charakteristické čáry daného materiálu, tyto čáry vůbec nebudou přítomny.
- **Proud I** – při změně proudu se celé spektrum pouze přeskáluje co se intenzity týče, tvar spektra zůstane zachován. Jinými slovy, při zvýšení proudu bude rentgenka emitovat více fotonů, avšak se stejným spektrem.
- **Materiál** – materiál na rozdíl od V a I nelze typicky u rentgenky měnit, můžeme však srovnávat dvě různé rentgenky. Volba materiálu má výrazný vliv na polohu píků charakteristického záření (např. Cu – 9 keV, Ag – 25,5 keV, W – 69,5 keV ...) a dále na účinnost přeměny energie elektronů na rtg. záření (např. čistě diamantová anoda bude mít výtěžnost cca 10x nižší než wolframová).



**Obrázek 1:** Ukázky spekter W a Ag rentgenky. Poloha píků charakteristického záření se se změnou napětí nemění. Stejně tak záření pod cca 5 keV je absorbováno různými okénky (v rentgence, v experimentu, základními filtry atd.).

## Minirentgenka

Minirentgenka [2] je komplexní zdroj rtg. záření skládající se z rentgenové trubice, vysokonapěťového zdroje, řídicí elektroniky a USB portu. Využívá se pro aplikace zaměřené na analýzu pomocí rentgenové fluorescence (XRF), nahrazuje tak potřebu radioizotopů. Uzemněná anoda, variabilní nastavení proudu a napětí (ovládané přes USB) a snadné ovládání přináší značné zjednodušení měření.

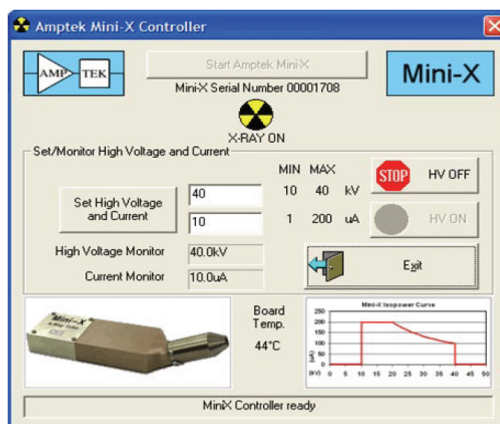


Součástí minirentgenky je měděný kolimátor usnadňující manipulaci při měření spekter pro různé aplikace (analýza prvků, kulturní dědictví atd.). Na výstupu kolimátoru je otvor o průměru 2 mm.

### Charakteristika:

- USB řadič pro snadné zapojení
- 40 kV / 100  $\mu$ A
- Ag anoda
- beryliové okénko (1 mil = 25  $\mu$ m)

Minirentgenka se jednoduše ovládá softwarově přes USB rozhraní pomocí programu Amptek Mini-X Controller. Tento software dovoluje uživateli nastavit napětí a proud a zároveň oba parametry kontrolovat.



## Detektor

Detektor X-123 [3] je ruční kompaktní systém pro detekci rtg. záření skládající se z vlastního Si driftového detektoru, předzesilovače, digitálního pulzního procesoru DP5, MCA (multikanálový analyzátor) a PC5 napájení (Power Commander 5)) a komunikačního rozhraní. Pro provoz tohoto zařízení je potřeba pouze 2 propojení – pro +5 VDC napájení a standardní RS-232 nebo USB sběrnici. S X-123 lze snadno a rychle získat vysoce kvalitní rtg. spektra.

Detektor tvoří Si-PIN fotodiody: rtg. záření dopadá na křemíkovou vrstvičku. K vygenerování jednoho páru elektron-díra (výstupní signál) je potřeba energie 3.62 eV. Nadetekovaný signál je v předzesilovači zesílen a analogově filtrován pro následné digitalizování. Digitalizace probíhá v A/D převodníku a poté v tvarovacím obvodu pulsů. Tvarovaný impuls je čistě digitální entita. Hodnota píku pro každý puls je určena obvodem detekce pulsu. Nově příchozí puls je tříděn do jednoho z kanálků v multikanálovém analyzátoru. Načtením jednotlivých událostí (countů) s korespondující hodnotou píku vzniká histogram. Toto vzniklé spektrum je přeneseno přes sériové rozhraní do PC.

Součástí detektoru je termoelektrický chladič, který snižuje hladinu elektronického šumu v detektoru a předzesilovači. Navzdory nutnosti chlazení, je toto zařízení schopné pracovat při pokojové teplotě.

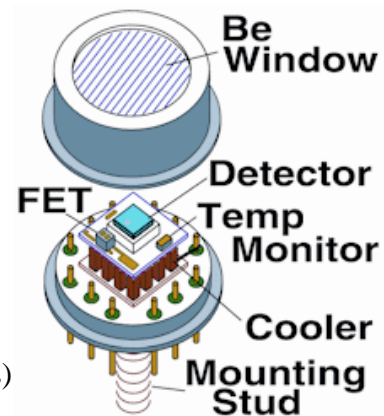


### Detektor:

- Si-PIN pro detekci rtg.
- dvoustupňový termoelektrický chladič
- plocha: 7 mm<sup>2</sup>
- tloušťka: 450 μm

### Vlastnosti:

- rozlišení: 145 - 260 eV FWHM při 5.9 keV
- optimální rozsah energií: 1 - 40 keV
- maximální vyčítací rychlost: až 2 x 10<sup>5</sup> cps (počet countů/s)



### 3 Zadání úlohy

#### Cíle úlohy

Cílem úlohy je získat praktické zkušenosti se spektry materiálů, umět určit materiál daného vzorku z naměřeného spektra, určit koeficient útlumu, určit rozdíly mezi změřenými a tabulkovými hodnotami. Naučit se zacházet se zdrojem rentgenového záření a detektorem. Porozumět principům detekce rentgenového záření.

Úloha je rozdělena do následujících kroků:

#### 1. Měření absorpce v materiálech

- a) Seznámení se s minirentgenkou a rtg. spektrometrem.
- b) Kalibrace spektrometru.
- c) Měření spekter pro různé tloušťky alespoň 2 materiálů.
- d) Vyhodnocení měření:
  - Změna spektra s tloušťkou – tvrdnutí svazku, indukovaná nelinearita.
  - Určení lineárního absorpčního koeficientu pro různé energie.
  - Identifikace vzorků.

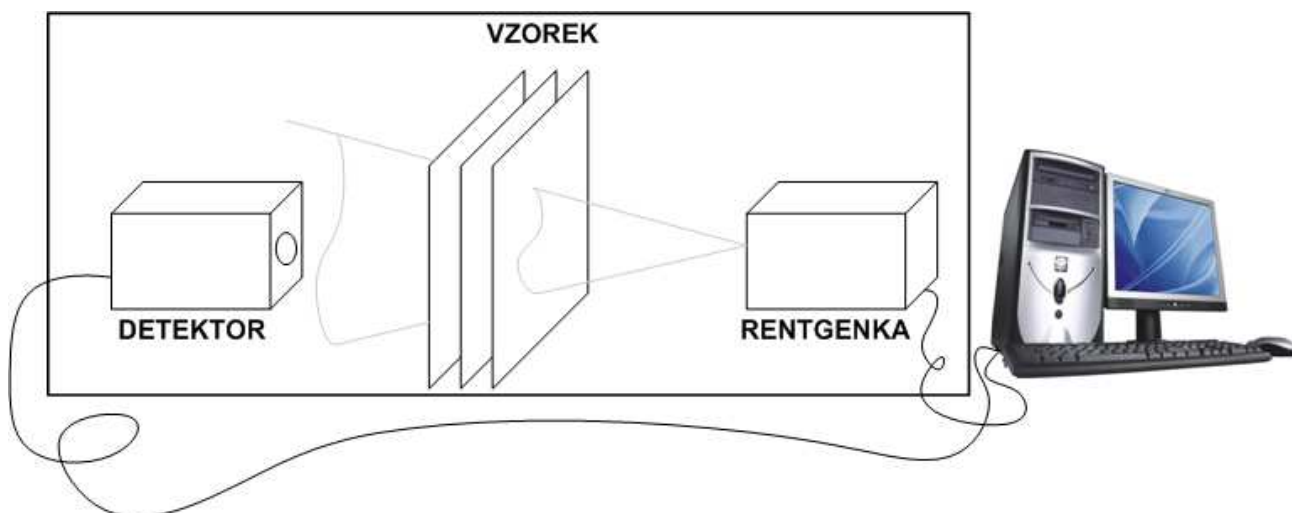
#### 2. Měření tloušťky vzorku

- a) Změření spekter pro jeden vybraný materiál a různé tloušťky kvůli kalibraci.
- b) Změření spektra pro neznámou tloušťku.
- c) Určení tloušťky pomocí kalibračních měření:
  - Pomocí celkového signálu (včetně tvrdnutí svazku).
  - Pomocí lineárního absorpčního koeficientu pro nějakou konkrétní energii (nebo energie).
  - Srovnání dat.

#### Pomůcky

Rentgenka [2], detektor (účinnost detektoru je uvedena v příloze č. 1) [3], enclosure, vzorky různých materiálů (Al, Ti, plast), držák na vzorky, PC.

#### Experimentální uspořádání



## Postup měření – 1. část

1. Podle návodu popsaného níže zprovozněte rentgenku a spektrometr:
  - a) Připojte spektrometr ke zdroji a přes USB k počítači, sundejte plastovou krytku. Připojte rentgenku ke zdroji a přes USB k počítači, odjistěte rentgenku (zelená pojistka je zasunutá).
  - b) V počítači spusťte software pro ovládání rentgenky (Mini-X Controller).
  - c) Umístěte rentgenku se spektrometrem do stínícího boxu tak, aby se „dívali“ na sebe.
  - d) Ověřte si, že je stínící box zavřen.
  - e) Nastavte na rentgence  $U = 30 \text{ kV}$ ,  $I = 5, 10, 15 \mu\text{A}$  (dle materiálu vzorku).
  - f) Spusťte rentgenku stisknutím tlačítka [Start Amptek Mini-X], čímž aktivujete tlačítka [HV OFF] a [HV ON]. Stiskněte tlačítko [HV ON], potvrďte spuštění rentgenky a zkontrolujte, zdali dochází ke generaci kontrolního zvukového signálu. Rentgenku zastavte pomocí tlačítka [HV OFF].
  - g) Spusťte software pro ovládání spektrometru (ADMCA).
  - h) Zvolte DP5 procesor a stiskněte tlačítko [Connect].
  - i) Ověřte, zda došlo k připojení detektoru (v pravém dolním rohu svítí zelený symbol připojení).
  - j) Z menu DPP vyberte položku DPP Setup. V okně konfigurace na záložce General vyberte ze seznamu konfigurací „7mm2/500um“ a zkontrolujte, zdali došlo k jejímu načtení (textové okno nad tímto seznamem). Na záložce Shaping nastavte hodnotu Peking Tim na „1.0 uS“.
  - k) Potvrďte tlačítkem [OK].
  - l) Z menu DPP vyberte položku Tune Slow/Fast thresholds a vyčkejte na automatické nastavení obou úrovní.
  - m) Stiskněte klávesu „A“ pro vymazání předcházejícího spektra.
  - n) Spusťte rentgenku (tlačítko [HV ON]).
  - o) Spusťte detektor (mezerník) a ověřte, zda spektrometr získává nějaká data.
  - p) Po 30s vypněte rentgenku (tlačítko [HV ON]) a detektor (mezerník).
  - q) Pokud je potřeba roztáhněte pomocí gainu spektrum na celou škálu. Z menu DPP vyberte položku DPP Setup. V okně konfigurace na záložce Gain & Pole Zero změnit hodnotu Coarse.
2. Okalibrujte spektrometr dle návodu popsaného níže:
  - a) Pro kalibraci použijte načtené a roztažené spektrum z bodu 1.
  - b) Pomocí myši a levé/pravé šipky umístěte vodítko na střed prvního (levého) píku.
  - c) Z menu Analyze vyberte položku Calibrate.
  - d) Opětovným kliknutím na vodítko se nače hodnota kanálu. Tomuto kanálu přiřaďte hodnotu 22,1.
  - e) Stiskněte tlačítko [Add].
  - f) Stejně přiřaďte hodnotu 24,9 pro kanál druhého (pravého) píku.
  - g) Stiskněte tlačítko [Add] a poté [OK].
3. Nastavte čas snímání detektoru:
  - a) Z menu DPP vyberte položku DPP Setup. V okně konfigurace na záložce MCA vyberte v seznamu Preset Time (sec) hodnotu „1 min“.
  - b) Stiskněte tlačítko [Apply].
4. Zvolte si 3 materiály, zvolte napětí  $U = 30 \text{ kV}$  a proud  $5, 10, 15 \mu\text{A}$  (dle materiálu vzorku), postupně je vkládejte plátky materiálu mezi rentgenku a spektrometr. Pro každou tloušťku materiálu si uložte spektrum, expoziční čas, proud a napětí.
5. Zpracujte data:

- a) Opravte změřená spektra o citlivost spektrometru (tabulka kvantové účinnosti spektrometru v závislosti na energii fotonů je v příloze) a úroveň Dead Time.
- b) Pro každý materiál vynesete všechny spektra do jednoho grafu tak, aby byly nanormovány na jednotkovou plochu (tedy jednotkový celkový počet fotonů). Vysvětlete, proč se grafy liší.
- c) Vynesete pro každý materiál do grafu závislost celkového signálu na spektrometru (integrováním spektra po opravě) v závislosti na tloušťce materiálu. Vysvětlete, proč po zlogaritmování nevychází přímka (souvisí s předchozím bodem).
- d) Zvolte si několik různých energií (alespoň 3)  $E_i$  a pro každý materiál vynesete do grafu závislost signálu na spektrometru (po opravě) na tloušťce pro dané  $E_i$ . Pomocí vztahu:

$$I = I_0 e^{-\mu d},$$

kde  $I$  je intenzita záření,  $d$  je tloušťka absorbující vrstvy a  $\mu$  je lineární absorpční koeficient závislý na hustotě elektronů prostředí a energii záření, určete pro daný materiál a energii lineární absorpční koeficient (po zlogaritmování lineární fit).

- e) Protože znáte seznam používaných materiálů, ale nevíte, který vzorek je který materiál, použijte tabulky a lineární absorpční koeficienty výše spočtené k identifikaci vzorků.

## Postup měření – 2. část

1. Vyberte si jeden konkrétní materiál. Pro ten změřte spektra pro co největší množství různých tloušťek, případně použijte ji změřené z předchozího úkolu.
2. Změřte spektrum pro vzorek stejného materiálu, avšak neznámé tloušťky.
3. Není třeba provádět opravu o citlivost detektoru.
4. Vypočtete tloušťku neznámého vzorku pomocí integrálního signálu (takto fungují reálné měřáky tloušťky materiálů v průmyslu):
  - a) Zintegrujte spektra kalibrační i pro vzorek. To odpovídá detektoru, který měří integrální tok (např. fotonásobič, klasická pin-diody, plynový detektor atd.).
  - b) Vyneste logaritmus celkových signálů (po zintegrování) jako funkci tloušťky. Výsledek je nelineární křivka, fitněte ji pomocí vhodné křivky (např. polynom 5. stupně).
  - c) Fit lze použít pro zjištění tloušťky neznámého vzorku. Logaritmus integrálu spektra z neznámého vzorku je roven fitu v hledané tloušťce.
5. Vypočtete tloušťku neznámého vzorku pomocí signálu na jedné konkrétní energii. Zde se chová logaritmus signálu jako funkce tloušťky lineárně. Stačí tedy určit lineární absorpční koeficient a z něj tloušťku. Odhadněte rovněž chybu měření. Srovnajte s „integrálním“ přístupem.

## 4 Požadované výsledky

Po provedení experimentu na základě uvedeného postupu sepište protokol o měření. Protokol musí mimo jiné obsahovat následující údaje:

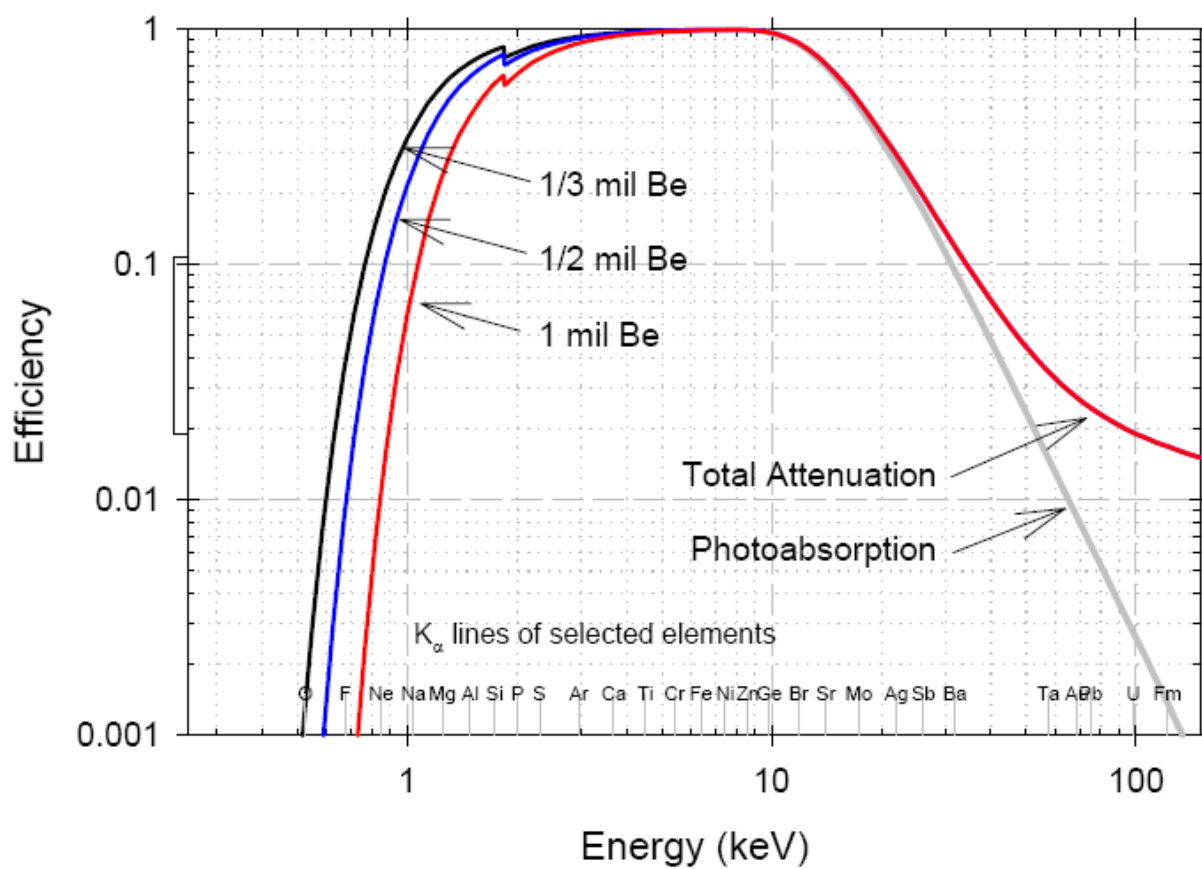
1. Popis schématu.
2. Graf závislost intenzity na tloušťce vzorku a to jak pro intenzitu na nějaké konkrétní energii, tak pro celé spektrum.
3. Určení koeficientu útlumu z naměřených hodnot pro konkrétní energii záření a daný materiál a srovnání s tabulkovými hodnotami. Vysvětlení případných rozdílů.
4. Určení neznámé tloušťky jednoho materiálu na základě proměřených spekter vzorků stejného materiálu.



## Reference

- [1] CXRO. (1995-2008). *X-Ray Interactions With Matter*. Načteno z Center for X-Ray Optics: [http://henke.lbl.gov/optical\\_constants/](http://henke.lbl.gov/optical_constants/)
- [2] *Specifikace rentgenky*: <http://id3456.securedata.net/amptek/pdf/minix.pdf>
- [3] *Specifikace detektoru*: <http://www.amptek.com/pdf/x123.pdf>
- [4] Michette, A. G., & Buckley, C. J. (1993). *X-ray Science and Technology*. Bristol: IOP Publishing Ltd.
- [5] NIST. (2010). *X-Ray Form Factor, Attenuation, and Scattering Tables*. Načteno z National Institute of Standards and Technology: <http://www.nist.gov/physlab/data/ffast/index.cfm>

## Příloha č. 1 – účinnost detektoru Amptek SDD (1 mil)



XLS datový soubor je možné si stáhnout na: [http://xuv.kfe.fjfi.cvut.cz/amptek\\_sdd\\_efficiency.xls](http://xuv.kfe.fjfi.cvut.cz/amptek_sdd_efficiency.xls)