

Scuola di Scienze
Dipartimento di Fisica e Astronomia
Corso di Laurea Magistrale in Fisica

SVILUPPO HARDWARE E SOFTWARE
DI UN SISTEMA A MULTIRIVELATORE
PER SPETTROSCOPIA A RAGGI X
FINALIZZATA ALLO STUDIO DI BENI
CULTURALI

Relatrice:

Prof.ssa Maria Pia Morigi

Presentata da:

Enrico Ravaioni

Co-Relatori:

Dott.ssa Caroline Czelusniak

Prof. Lorenzo Giuntini

Anno Accademico 2015 - 2016

Alla mia famiglia

[...] Every year is getting shorter,
never seem to find the time
Plans that either come to naught
or half a page of scribbled lines
Hanging on in quiet desperation
is the english way
The time is gone,
the song is over,
thought I'd something more to say.

Time (Pink Floyd)

Abstract

Questo lavoro di tesi, svolto al *Laboratorio di tecniche nucleari per l'Ambiente e i Beni Culturali (LABEC)* della Sezione di Firenze dell'*Istituto Nazionale di Fisica Nucleare (INFN)*, è dedicato allo sviluppo di un sistema di acquisizione multirivelatore. Il punto di partenza è stato il sistema di acquisizione monorivelatore precedentemente sviluppato al LABEC ed utilizzato per l'acquisizione sugli *scanner* XRF basati sulla spettrometria a fluorescenza X (*XRF*). Il nuovo sistema, a parità di tempo, consente attualmente di ottenere un maggior numero di informazioni utilizzando la stessa tecnica ed inoltre di utilizzare simultaneamente due tecniche complementari.

Dopo una parte introduttiva sugli strumenti e sulle tecniche utilizzate, verrà presentato in dettaglio il nuovo codice sviluppato per controllare l'acquisizione e la scansione sia della linea di microfascio esterno a scansione dell'acceleratore *Tandetron* che per gli *scanner*, spiegando ogni scelta e presentando le prove sperimentali svolte.

Questo prototipo è stato prima testato coi due rivelatori *PIXE* della linea di microfascio e successivamente sul nuovo *scanner* XRF a due rivelatori sviluppato proprio nell'ambito di questa tesi. Nella fase finale, il nuovo sistema di acquisizione è stato usato anche per misure su disegni a punta metallica di interesse per i Beni Culturali.

Il sistema di acquisizione funziona correttamente, come mostrato dai risultati dei numerosi test svolti. Il prodotto di questo lavoro di tesi è di notevole impatto perché consente di avere sistemi di acquisizione completamente sviluppati all'interno del LABEC con *software open source* e che lavorano con un sistema operativo anch'esso *open source*. Inoltre questo lavoro di tesi, con la realizzazione dell'acquisizione/scansione a due rivelatori, ha aperto la strada a strumenti multirivelatore e multitecnica, che verranno testati a breve.

Infine, va sottolineata l'importanza di questo lavoro anche in prospettiva, dato che quello che è stato realizzato sarà il nuovo sistema di acquisizione per tutte le linee di fascio esistenti al LABEC e per i nuovi *scanner* multitecnica attualmente in fase di sviluppo nei laboratori della rete italiana dei Beni Culturali (*CHNet - Cultural Heritage Network*).

Indice

Introduzione	1
1 Principi fisici	3
1.1 Interazione della radiazione elettromagnetica ionizzante e delle particelle cariche con la materia	3
1.1.1 Effetto fotoelettrico	3
1.1.2 <i>Scattering</i> Compton	5
1.1.3 <i>Scattering</i> Rayleigh	6
1.1.4 Particelle cariche	8
1.2 Descrizione delle tecniche <i>PIXE</i> e <i>XRF</i>	9
1.2.1 <i>PIXE</i> (<i>Particle Induced X-ray Emission</i>)	11
1.2.2 <i>XRF</i> (<i>X-Ray Fluorescence</i>)	13
2 L'acceleratore di particelle <i>Tandetron</i> da 3 MV	19
2.1 Sorgente 358 DUOPLASMATRON	20
2.2 L'acceleratore <i>Tandetron</i>	23
2.3 Trasporto del fascio	28
2.3.1 Dipoli elettrostatici	28
2.3.2 Dipoli magnetici	28
2.3.3 <i>Einzel lenses</i>	30
2.3.4 Sistema di focheggiamento del fascio	31
2.3.5 Elementi focheggianti: i quadrupoli magnetici	33
2.3.6 Il campo magnetico del quadrupolo	33
2.4 Elementi di diagnostica	35
2.5 Metodi per la misura della corrente di fascio al LABEC	35
2.6 Cristalli di quarzo	38
2.7 <i>Beam Profile Monitors</i> (<i>BPMs</i>)	39
2.8 Il canale del microfascio	39
3 Lo scanner <i>XRF</i> sviluppato al LABEC	43
3.1 Lo scanner <i>XRF</i> sviluppato al LABEC	43

3.2	Digitalizzatore DT5780M	48
3.3	Rivelatori di raggi X	53
3.3.1	Catteristiche generali	53
3.3.2	<i>Silicon Drift energy dispersive X-ray Detectors (SDD)</i> . . .	55
3.3.3	I rivelatori <i>Amptek XR-100SDD</i> e <i>Ketek AXAS-A</i>	57
4	Il <i>Software</i>	61
4.1	<i>Software</i> di acquisizione e scansione del sistema monorivelatore . .	61
4.2	L'interfaccia utente del <i>software</i> preesistente	66
4.3	Finestra di visualizzazione dello spettro	72
4.4	<i>Upgrade</i> del <i>software</i>	74
4.5	Test preliminari	79
5	Applicazioni sperimentali e analisi dei risultati ottenuti	81
5.1	Prove sperimentali con microfascio	82
5.2	Prove sperimentali con lo <i>scanner</i> XRF	86
5.3	Analisi ed interpretazione dei risultati ottenuti	88
5.3.1	Stima dello <i>spot</i> del fascio e della risoluzione spaziale . . .	89
5.3.2	Risultati ottenuti al microfascio	92
5.3.3	Risultati ottenuti con lo <i>scanner</i> XRF	101
6	Conclusioni e prospettive	107
A	Immagini supplementari	113
B	Memoria condivisa (<i>Shared memory</i>)	117
C	Energie di emissione caratteristiche degli elementi	119
D	Risoluzioni spaziali dello <i>standard Edmund Optics</i>	125
	Bibliografia	130

Introduzione

Negli ultimi decenni, è diventata sempre più stretta la relazione tra scienza e mondo umanistico. Questo è vero, in particolare, per i Beni Culturali, per i quali le analisi chimico-fisiche sono diventate sempre più importanti per la loro conservazione e lo studio sia storico che artistico [1] [2]. L'importanza di tale connubio, oggi, è diventata così grande che prima di un qualsiasi intervento su un'opera d'arte, viene sempre svolto un qualche tipo di analisi tecnico-scientifica, che sia essa di tipo chimico o di tipo fisico. L'applicazione di tecniche atomiche e nucleari non si limita soltanto ai Beni Culturali, ma anche a campi come la geologia [3] e la ricerca in materia ambientale con l'analisi del particolato atmosferico che influisce pesantemente sulla salute dell'uomo e, su larga scala, del pianeta intero [4]. La direzione verso cui stanno andando la maggior parte dei laboratori che lavorano con le tecniche di *Ion Beam Analysis (IBA)*, tra i quali il LABEC (*Laboratorio di tecniche nucleari per l'Ambiente e i Beni Culturali*) dell'*INFN (Istituto Nazionale di Fisica Nucleare)* di Sesto Fiorentino (FI), è quella di sviluppare sistemi con più rivelatori. I vantaggi di questo tipo di approccio sono:

- Possibilità di utilizzare tecniche complementari [5] [6] [7]
- Riduzione del tempo di irraggiamento del campione [1] [3] [8]
- Aumento dell'angolo solido di rivelazione
- Possibilità di rivelare simultaneamente elementi leggeri e pesanti [5] [2] [8]
- Possibilità di rivelare elementi in traccia [2] [3] [8]

Considerando l'importanza dell'approccio multirivelatore, al LABEC è attiva una linea di sviluppo di sistemi multirivelatore/multitecnica di interesse sia per le misure IBA che XRF (*X-Ray Fluorescence*). Il lavoro qui presentato si inquadra in questa attività di ricerca e tratta dello sviluppo e realizzazione di un prototipo di un sistema di acquisizione multirivelatore e del suo uso per misure PIXE (*Particle Induced X-ray Emission*) e XRF su campioni di interesse storico-artistico.

Queste due tecniche consentono di determinare la composizione elementare di un campione [5]. Ad esempio, quando si studia un dipinto od un affresco, grazie a

queste tecniche, è possibile identificare i pigmenti, discriminare le parti originali da falsi, integrazioni successive e restauri e anche scoprire correzioni o pentimenti [9].

Come vedremo meglio nel Capitolo 1, l'XRF si basa sulla rivelazione dei raggi X caratteristici del campione indotta da un fascio primario di radiazione X. La *PIXE* differisce dalla *XRF* per il fatto che l'eccitazione e ionizzazione degli atomi è indotta da un fascio di particelle cariche invece che da raggi X.

La tesi si articola in sei capitoli. Nel primo viene presentato un *excursus* sui principi fisici alla base delle tecniche IBA ed XRF, in particolare sull'interazione sia della radiazione elettromagnetica ionizzante sia delle particelle cariche con la materia. Quindi sono descritte la tecnica *PIXE* ed *XRF*.

Nel secondo capitolo si trova una descrizione dell'acceleratore di particelle del LABEC: dalla sorgente *Duoplasmatron* di particelle, alla *tank* di accelerazione, al canale di microfascio ed infine alla finestra di estrazione del fascio.

Lo *scanner XRF* viene presentato nel terzo capitolo. Qui si descrivono i principali componenti *hardware*: il tubo a raggi X, il digitalizzatore DT5780M, i rivelatori di raggi X ed il sistema di motorizzazione che permette di muovere il bersaglio (nel caso della *PIXE*) o la testa di misura (nel caso dello *scanner XRF*).

Il cuore della tesi si trova al capitolo quattro: il *software* che controlla l'acquisizione e la scansione. Qui viene mostrato come era il *software* di acquisizione prima dell'inizio di questo lavoro e quali sono stati gli sviluppi implementati per gestire più rivelatori (due in questo primo prototipo). Si descrive come i dati sono acquisiti, messi in memoria e come poi vengono manipolati. Sono poi illustrati i test preliminari svolti per verificare il funzionamento del *software* prima delle misure sui campioni.

Nel capitolo cinque sono riportate le misure fatte con le tecniche *PIXE* e *XRF*, con discussione e analisi dei risultati ottenuti.

Nell'ultimo capitolo si traggono le conclusioni del lavoro e si espongono gli sviluppi previsti.

Capitolo 1

Principi fisici

In questo capitolo verranno sinteticamente riportate le basi utili alla comprensione dei capitoli successivi. In particolare, si parlerà dei fenomeni fisici che caratterizzano l'interazione tra radiazione elettromagnetica ionizzante e particelle cariche con la materia [10]. Verranno inoltre descritte le tecniche *PIXE* [11] [12] [13] [14] [9] [15] e *XRF*.

1.1 Interazione della radiazione elettromagnetica ionizzante e delle particelle cariche con la materia

La spettroscopia a raggi X si basa sulla rivelazione della radiazione X caratteristica emessa dagli elementi chimici che compongono il campione analizzato. Tale radiazione è dovuta all'interazione tra gli atomi del campione ed un fascio primario che può essere composto da radiazione ionizzante o da particelle cariche e nei paragrafi di questa sezione si descrivono i principali tra i vari meccanismi di interazione.

1.1.1 Effetto fotoelettrico

In questo processo, l'energia del fotone incidente viene assorbita dall'atomo con conseguente emissione di un elettrone di energia pari a

$$E_{e^-} = h\nu - E_{bound}$$

dove E_{bound} è l'energia di legame dell'elettrone nell'atomo e $h\nu$ è l'energia del fotone.

La sezione d'urto dell'effetto fotoelettrico è legata al numero atomico Z del materiale assorbitore e all'energia dei fotoni X dalla relazione:

$$\sigma_{EF} \propto \frac{Z^{4.5}}{(h\nu)^{3.5}}$$

dunque, più è bassa l'energia ($E = h\nu$) del fotone incidente e maggiore è la sezione d'urto.

La rimozione di un elettrone dall'orbita atomica dà luogo ad una *lacuna*, che viene colmata da un elettrone di un'orbita periferica, dando luogo così ad una sorta di effetto a cascata con la conseguente emissione di fotoni caratteristici dell'elemento con cui ha interagito il fotone primario. Questa radiazione caratteristica è formata da più righe corrispondenti alle varie transizioni e l'energia dei raggi X caratteristici è pari alla differenza tra le energie di legame delle *shell* coinvolte nelle transizioni.

Le righe spettrali sono generalmente indicate con una lettera (K, L, M, \dots) che indica la *shell* nella quale si è prodotta la lacuna elettronica, con una lettera greca che indica progressivamente il salto di *shell* che un elettrone ha compiuto per riempire la lacuna (α una *shell*, β due *shell*, γ tre *shell*, ...) e con un numero che indica fra quali sottolivelli delle due *shell* è avvenuta la transizione, come mostrato in Figura 1.1.

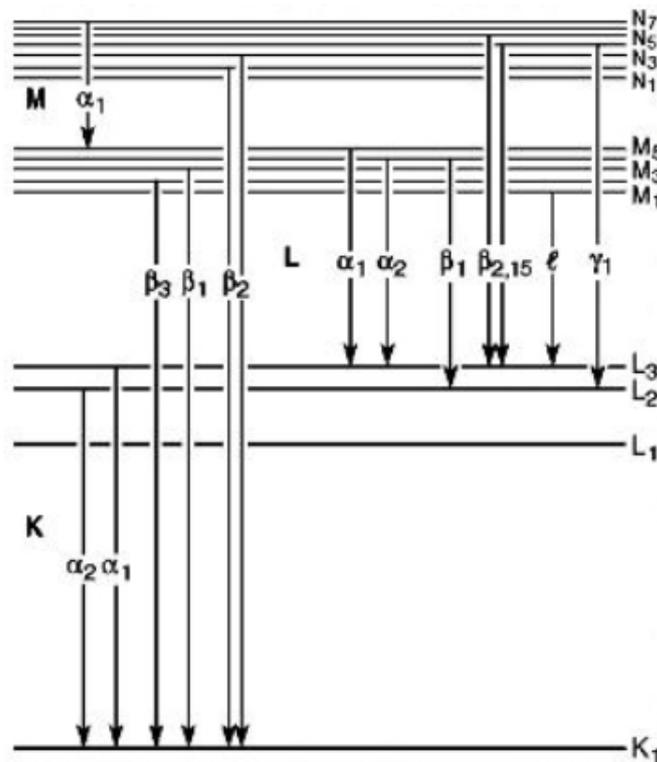


Figura 1.1: Notazione di Siegbahn delle righe di emissione.

Non tutte le transizioni di elettroni nelle *lacune* più interne danno luogo all'emissione della radiazione caratteristica. A volte, l'energia disponibile viene utilizzata per strappare un elettrone dalle orbite più esterne. Questo fenomeno è detto *Effetto Auger* e riduce l'efficienza di produzione X.

Come vedremo nel seguito, sia la tecnica PIXE che XRF si basano sulla rivelazione della radiazione X caratteristica emessa dal campione durante il bombardamento col fascio di particelle nel caso della PIXE e di raggi X nel caso della XRF.

1.1.2 Scattering Compton

Lo scattering Compton (schematizzato in Figura 1.2) è interpretabile come un urto elastico tra un fotone ed un elettrone libero. Si conservano dunque sia la quantità di moto che l'energia cinetica.

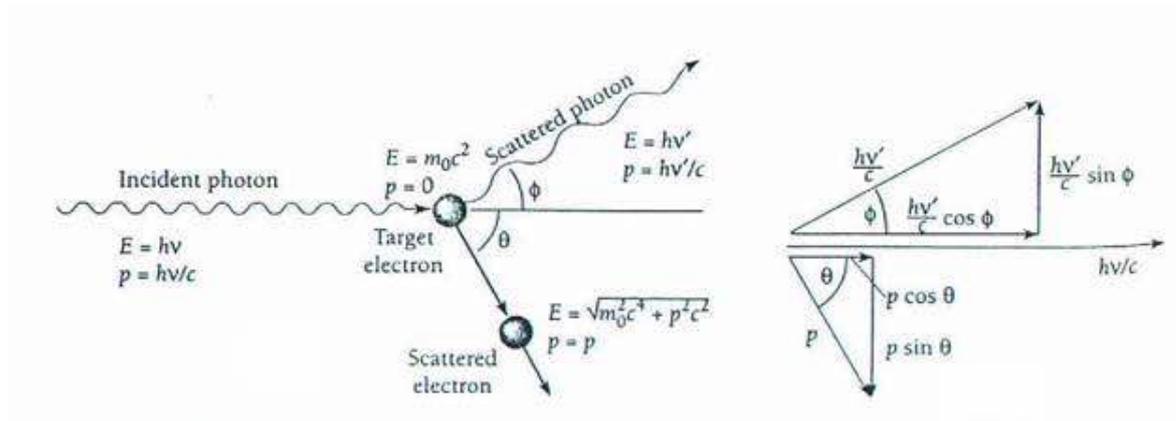


Figura 1.2: Schematizzazione dell'Effetto Compton.

Per quanto riguarda gli elettroni atomici, assumendo $h\nu \gg E_{bound}$ e quindi considerandoli liberi, si ricava l'energia del fotone diffuso:

$$h\nu' = \frac{h\nu}{1 + \left[\frac{h\nu}{mc^2}(1 - \cos \Phi)\right]}$$

e dell'elettrone:

$$E_{e^-} = h\nu - h\nu' = h\nu \frac{(1 - \cos \Phi) \frac{h\nu}{mc^2}}{1 + \frac{h\nu(1 - \cos \Phi)}{mc^2}}$$

La probabilità che un fotone interagisca per effetto Compton con un elettrone libero può essere calcolata con la *Formula di Klein-Nishina*. La sezione d'urto differenziale $\frac{d\sigma}{d\Omega}$ è data da:

$$\frac{d\sigma}{d\Omega} = Zr_0^2 \left[\frac{1}{1 + \alpha(1 - \cos \Phi)} \right]^2 \left[\frac{1 + \cos^2 \Phi}{2} \right] \left\{ 1 + \frac{\alpha^2(1 - \cos \Phi)^2}{(1 + \cos^2 \Phi)[1 + \alpha(1 - \cos \Phi)]} \right\}$$

dove r_0 è il raggio classico dell'elettrone ($r_0 = \frac{e^2}{m_0 c^2} = 2.82 \cdot 10^{-15} \text{ m}$) e $\alpha = \frac{h\nu}{m_0 c^2}$. L'energia trasferita all'elettrone di rinculo dipende dall'angolo Φ . Utilizzando la formula di Klein-Nishina si può calcolare la probabilità di ciascun trasferimento di energia e quindi determinare la frazione media dell'energia incidente impartita all'elettrone, come mostrato in Figura 1.3.

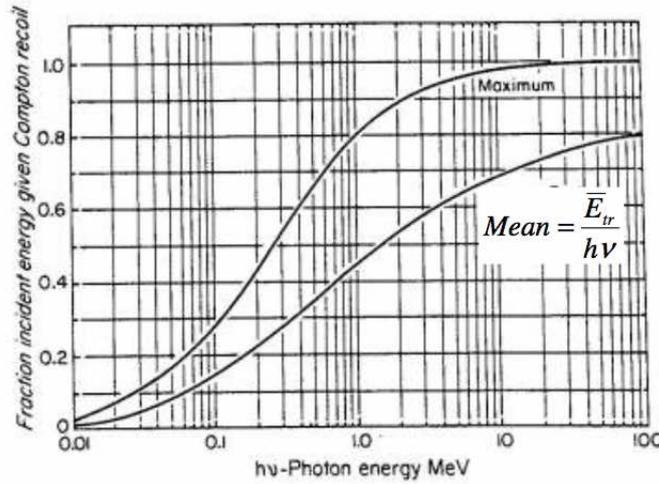


Figura 1.3: Energia media ed energia massima, espresse come frazione di energia incidente, trasferite all'elettrone di rinculo in un processo di *scattering* Compton.

Dall'equazione precedente si vede come l'energia media trasferita per effetto Compton aumenti all'aumentare dell'energia del fotone incidente. Quindi, per assorbire il fascio a basse energie, sono necessarie molte interazioni, invece quando l'energia del fotone è molto elevata, la maggior parte dell'energia viene trasferita all'elettrone di rinculo e dunque il fenomeno diventa molto più efficace nell'assorbire l'energia del fascio incidente.

1.1.3 *Scattering* Rayleigh

Scattering, di tipo elastico, avviene in particolare per radiazione meno energetica dell'energia di legame dell'elettrone atomico di un fotone provocato da particelle piccole rispetto alla lunghezza d'onda del fotone stesso. Dopo l'interazione, l'energia del fotone non cambia, come invece avviene nel caso dello *scattering* Compton. Dunque il fotone diffuso ha la stessa energia del fotone incidente. La sezione d'urto dello *scattering* Rayleigh è così esprimibile:

$$\sigma_R = \frac{2\pi^5}{3} \frac{d^6}{\lambda^4} \left(\frac{n^2 - 1}{n^2 + 2} \right)^2$$

dove d e n sono rispettivamente il diametro e l'indice di rifrazione della particella. A questo punto, in Figura 1.4, è possibile vedere quali sono le interazioni dominanti al variare del numero atomico Z e dell'energia dei fotoni E_γ ¹.

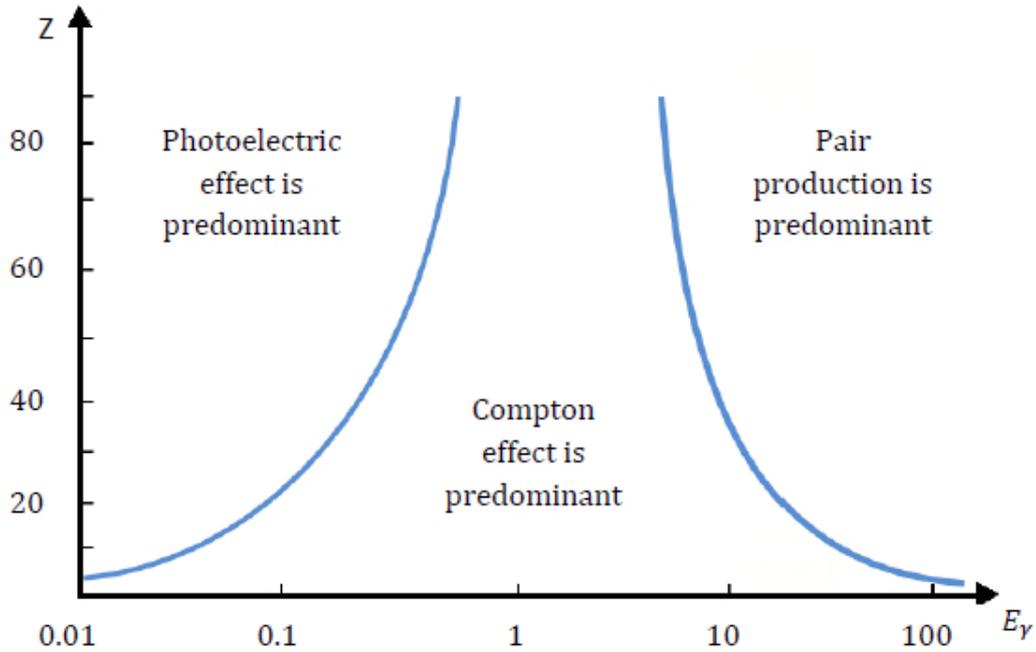


Figura 1.4: Grafico che mostra quali sono le interazioni che dominano al variare del numero atomico Z e dell'energia E_γ del fotone.

La somma delle sezioni d'urto degli effetti descritti ($\sigma_{Tot} = \sigma_{Phe} + \sigma_C + \sigma_R$) fornisce la probabilità che un fotone sia assorbito dal mezzo assorbente. Nell'interazione con la materia, il fascio primario, di intensità iniziale I_0 , viene attenuato secondo la legge di attenuazione esponenziale

$$I = I_0 e^{-\mu \rho x}$$

dove I è l'intensità del fascio trasmessa attraverso un materiale con densità ρ , spessore x e coefficiente di attenuazione di massa μ . Quest'ultimo termine è proporzionale alla sezione d'urto totale:

$$\mu = k(\sigma_{Phe} + \sigma_C + \sigma_R)$$

In Figura 1.5 sono riportati i contributi dei coefficienti di attenuazione di massa per un elemento pesante come il Pb. Nello specifico, $\frac{\mu}{\rho}$ è il coefficiente di

¹Per energie $E_\gamma > 1 \text{ MeV}$ domina un effetto detto produzione di coppie, che qui non è trattato perchè non rilevante nel nostro caso, dato che le energie tipiche dei fotoni sono dell'ordine di qualche decina di keV .

attenuazione di massa dell'effetto fotoelettrico, $\frac{\sigma}{\rho}$ dell'effetto Compton, $\frac{\sigma_R}{\rho}$ dello scattering Rayleigh, $\frac{k}{\rho}$ della produzione di coppie e $\frac{\mu}{\rho}$ è quello totale.

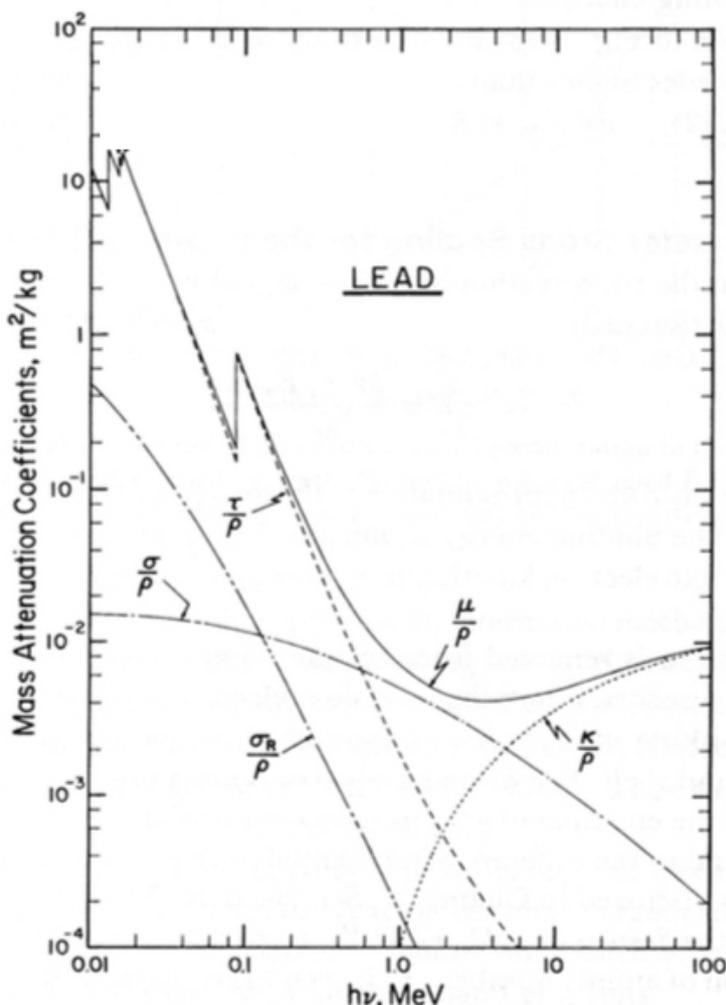


Figura 1.5: Grafico che mostra il coefficiente di attenuazione di massa totale del Pb. Sono esplicitati i contributi dati dai vari effetti che caratterizzano l'interazione della radiazione elettromagnetica con la materia.

1.1.4 Particelle cariche

Secondo l'elettrodinamica classica, una particella carica che viene sottoposta ad un'accelerazione a , emette radiazione in modo proporzionale ad a^2 . Per una particella che passa vicino ad un nucleo, $a \propto \frac{Z}{M}$ dove Z è la carica e M è la massa della particella. La radiazione emessa è dunque proporzionale a $(\frac{Z}{M})^2$. Da qui si vede che, dato il termine $\frac{1}{M^2}$, l'emissione di radiazione, detta *bremstrahlung*², risulta particolarmente significativa per gli elettroni e molto meno per i protoni,

²Termine tedesco che significa "radiazione di frenamento".

data la differenza di massa in gioco.

Per una particella carica pesante, invece, la perdita di energia è dovuta essenzialmente agli urti con gli elettroni atomici e si può esprimere in forma approssimata con la *Formula di Bethe-Bloch*:

$$-\frac{dE}{dx} = \frac{4\pi e^4 z^2 Z N B}{m_e v^2}$$

dove

$$B = \ln \left[\frac{2mv^2}{I(1 - \beta^2)} \right] - \beta^2$$

$$\beta = \frac{v}{c}$$

I = potenziale medio di ionizzazione degli atomi del materiale assorbitore

ze = carica della particella

Z = numero atomico del mezzo

N = numero di atomi per cm^3 del materiale assorbitore

Questa formula è indipendente dalla massa della particella. L'aumento della perdita media di energia e quindi della ionizzazione in prossimità della fine del percorso, come mostrato in Figura 1.6, si spiega con la dipendenza della formula di Bethe-Bloch dal termine v^{-2} .

Come si può notare, all'inizio la ionizzazione specifica si mantiene quasi costante per poi aumentare gradualmente al diminuire della velocità sino in prossimità del punto di arresto della particella, dove dà origine al cosiddetto *picco di Bragg*.

1.2 Descrizione delle tecniche *PIXE* e *XRF*

Il laboratorio *LABEC* svolge da anni un'attività di ricerca in fisica applicata, basata sull'impiego delle tecniche IBA. Queste tecniche sono utilizzate per l'analisi elementare dei materiali. Devono il loro nome al fatto che si usa un fascio di ioni (con energia tipica di qualche *MeV*) per bombardare il materiale investigato. I prodotti dell'interazione del fascio con gli atomi presenti nel bersaglio (raggi γ e X , particelle del fascio diffuse a differenti angoli, particelle secondarie emesse) vengono rivelati e analizzati in energia. Una schematizzazione di tali interazioni è riportata in Figura 1.7.

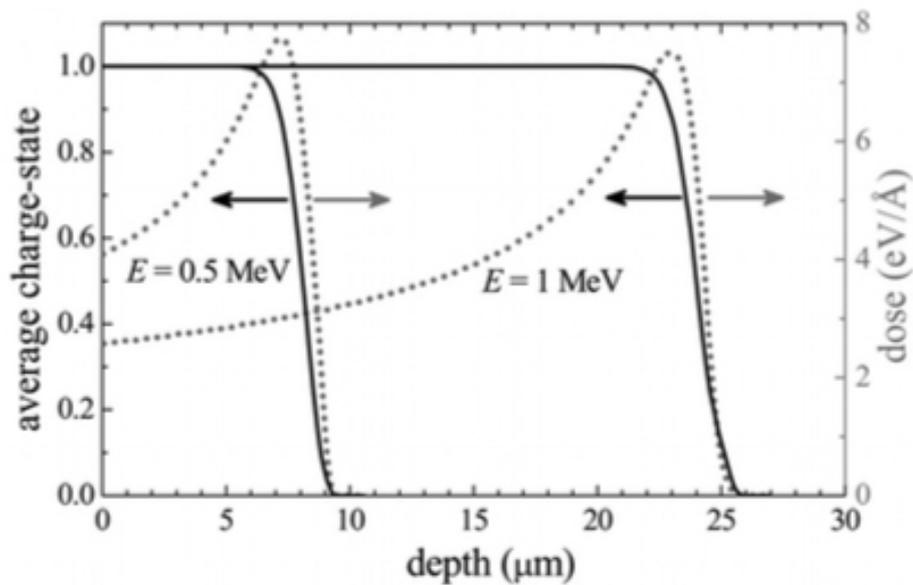


Figura 1.6: La curva tratteggiata (asse delle ordinate di destra) mostra la perdita media di energia per due fasci di protoni di energia dello stesso ordine di quella di protoni da noi usati. È ben evidente il picco di Bragg a fine range dei protoni.

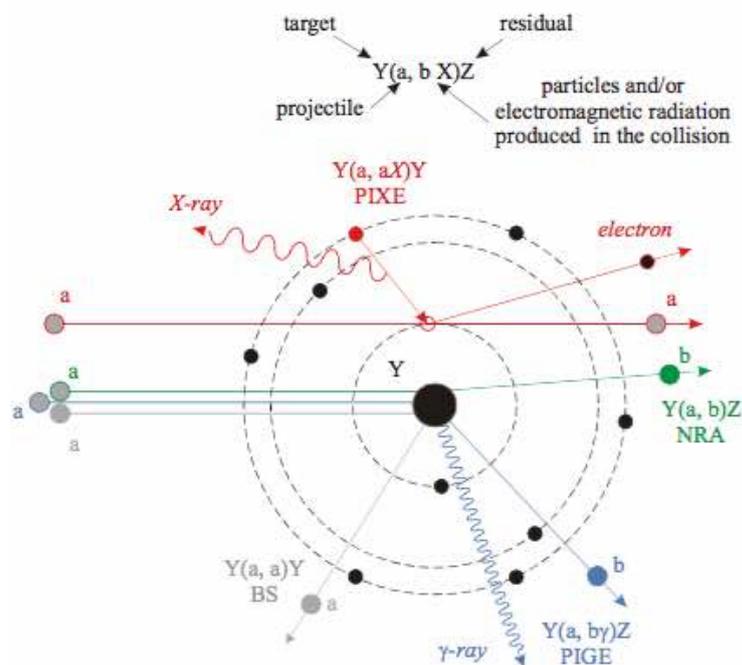


Figura 1.7: Schematizzazione di alcune interazioni che possono avvenire all'interno di un campione "bombardato" con particelle cariche. Accanto ad ogni prodotto è indicato l'acronimo della tecnica corrispondente, limitandosi a quelle più diffuse; PIXE: *Particle Induced X-ray Emission*; PIGE: *Particle Induced Gamma-ray Emission*; NRA: *Nuclear Reaction Analysis*; RBS: *Rutherford Backscattering Spectrometry*.

Queste tecniche permettono di ricavare informazioni qualitative e quantitative sulla composizione del campione analizzato. Caratteristiche comuni delle tecniche

IBA sono:

- la velocità di analisi;
- la possibilità di rivelare più elementi in contemporanea;
- l'elevata sensibilità, che per alcune tecniche può essere migliore della parte per milione (*ppm*);
- l'assenza di danno indotto nel campione;
- la possibilità di misurare "in esterno", cioè con il fascio di ioni estratto dalle linee di vuoto dell'acceleratore;
- la capacità di analizzare la composizione superficiale del campione tipicamente dell'ordine di qualche decina di μm .

Di seguito, si riportano le descrizioni delle tecniche utilizzate per questo lavoro di tesi: la *PIXE* e la *XRF*.

1.2.1 *PIXE (Particle Induced X-ray Emission)*

È la tecnica IBA più utilizzata [16] [11]. Si basa sulla rivelazione dei raggi X emessi dal bersaglio bombardato con un fascio di particelle.

Quando gli ioni che incidono sul campione rimuovono gli elettroni dalle *shell* più interne degli atomi del *target*, tali atomi ionizzati si trovano in uno stato instabile e si diseccitano in tempi molto brevi ($\sim 10^{-16}$ s) per raggiungere una nuova condizione di stabilità.

Questo avviene, come già spiegato nella sezione 1.1.1, mediante un riarrangiamento degli elettroni negli orbitali atomici: un elettrone esterno va ad occupare la lacuna creata nella *shell* più interna. Tra i possibili processi che accompagnano questa transizione c'è, appunto, l'emissione di un raggio X di energia uguale alla differenza tra le energie dei due livelli elettronici. Poiché le energie dei livelli elettronici sono caratteristiche di ogni specie atomica, le energie dei raggi X sono caratteristiche dell'elemento che li ha emessi. Quindi è possibile dedurre la composizione elementare rivelando i raggi X emessi dal campione irradiato con un fascio di particelle.

La maggior parte delle applicazioni *PIXE standard* sono realizzate con: fasci di protoni con energie fino a 3 *MeV*, correnti sul bersaglio che possono variare tra 100 *pA* e qualche decina di *nA* e dimensioni minime del fascio sul bersaglio variabili tra la decina di micron e qualche centinaio di micron [13].

Con la tecnica *PIXE* è possibile eseguire un'analisi qualitativa e quantitativa su ogni bersaglio con l'unico limite dato dalla rivelabilità degli elementi ($Z > 11$),

dovuto a fenomeni di assorbimento degli X meno energetici come spiegato meglio in seguito. Nel caso particolare dei *target* sottili, la relazione tra la concentrazione superficiale ρt e la *yield* (Y_Z) degli X rivelati per un dato elemento Z nel bersaglio assume una forma particolarmente semplice:

$$Y_Z = \sigma_X \left(\frac{N_{Avog}}{A_Z} \rho_Z t \right) \frac{Q}{e} \frac{\Omega}{4\pi} \varepsilon_{det} \alpha_Z$$

dove σ_X è la sezione d'urto di produzione dei raggi X; $\frac{N_{Avog}}{A_Z} \rho_Z t$ è il termine che indica il numero di atomi dell'elemento Z per unità di superficie nel *target* ed in particolare t è lo spessore del *target*; $\frac{Q}{e}$ è il numero di particelle del fascio incidenti, con Q carica di fascio fluiva durante la misura ed e carica elementare; $\frac{\Omega}{4\pi}$ è la frazione di angolo solido ed indica quindi l'efficienza geometrica; ε_{det} è l'efficienza intrinseca del rivelatore; α_Z è un coefficiente che indica la trasmissione attraverso possibili assorbitori tra il punto di emissione dei raggi X ed il rivelatore. Raggruppando i termini, la relazione precedente diventa

$$Y_Z = \eta_Z(\rho_Z t) Q$$

che mette direttamente in relazione quantità misurabili (*yield* osservata e carica del fascio durante la misura) con la concentrazione incognita $\rho_Z t$. Il termine η_Z è il cosiddetto "fattore di efficienza" per la determinazione dell'elemento Z e dipende dalla fisica dell'interazione (tramite la sezione d'urto σ_X) e dalla efficienza di rivelazione complessiva.

Quando lo spessore del campione è tale per cui la perdita di energia del fascio e l'assorbimento dei raggi X all'interno del campione stesso non sono effetti trascurabili, l'estrazione di informazioni quantitative è molto più complicata e la *yield* dei raggi X è data dall'integrazione di tutti i contributi dati dai vari strati all'interno del *target*. Per ognuno di questi strati, infatti, bisogna considerare la sezione d'urto di produzione di radiazione X ed il fatto che, per gli strati più profondi, la probabilità di auto-assorbimento degli X caratteristici è maggiore [13].

Supponiamo che il fascio incida perpendicolarmente sul bersaglio e definiamo θ l'angolo tra la direzione del fascio e la direzione di rivelazione, allora l'intensità dei raggi X sarà affetta da un fattore di trasmissione dato da

$$T(x) = e^{-\mu \frac{x}{\cos \theta}}$$

dove x è la profondità a cui sono stati emessi i raggi X e μ è il coefficiente di attenuazione, che è funzione dell'energia dei raggi X e della composizione elementare

del campione.

L'integrazione su tutti i contributi dello spessore T fornisce la *yield* totale:

$$Y_Z = \frac{Q}{e} \cdot \frac{\Omega}{4\pi} \cdot \left(\frac{N_{Avog}}{A_Z} \right) \cdot \varepsilon_{det} \cdot \rho_Z \cdot \int_0^T \sigma_X(Z, E_p(x)) \cdot e^{-\mu \frac{x}{\cos \theta}}$$

Considerando anche il potere frenante $S = \frac{dE_p}{\rho \cdot dx}$ si può evincere che la *yield* dei raggi X relativa all'elemento Z è proporzionale alla concentrazione C_Z dell'elemento stesso. Quindi, misurando la *yield* degli X di un elemento attraverso l'efficienza del rivelatore ε_{det} , la carica Q del fascio sul campione e l'angolo solido Ω di rivelazione, ci si può ricavare la relativa concentrazione C .

È importante specificare che, dal punto di vista pratico, l'analisi quantitativa si può fare solo per quegli strati dei campioni che presentano una composizione omogenea in modo tale da considerare ρ e μ costanti lungo tutto il percorso analizzato. Nel caso, come il nostro, dei protoni da 3 MeV, questa condizione di solito la si può considerare verificata visto il loro basso *range* di penetrazione, che è dell'ordine di qualche decina di μm .

I limiti principali della tecnica *PIXE* [17] [6] sono:

- “cecità” agli elementi con numero atomico $Z < 11$, quindi, in particolare, agli elementi organici. In questo caso, infatti, le energie dei raggi X prodotti sono talmente piccole che questi vengono assorbiti prima di poter interagire con il rivelatore.
- non fornisce informazioni dirette sui legami chimici
- non fornisce informazioni immediate sulla stratigrafia e la distribuzione in profondità degli elementi

1.2.2 XRF (*X-Ray Fluorescence*)

La fluorescenza a raggi X (*X-Ray Fluorescence* - *XRF*) è una tecnica volta allo studio della composizione elementare di un dato campione. Come la *PIXE*, è molto utile nel campo dei Beni Culturali poichè può fornire importanti informazioni sull'opera d'arte, come l'identificazione dei pigmenti e lo stato di conservazione [9].

Nella tecnica *XRF* il fascio di radiazione X primaria induce l'emissione di raggi X caratteristici nel bersaglio essenzialmente in seguito ad assorbimento fotoelettrico, come schematizzato in Figura 1.8.

Quindi la produzione di radiazione X caratteristica sarà molto più efficiente per gli elementi ad alto Z , dato che la sezione d'urto di assorbimento della

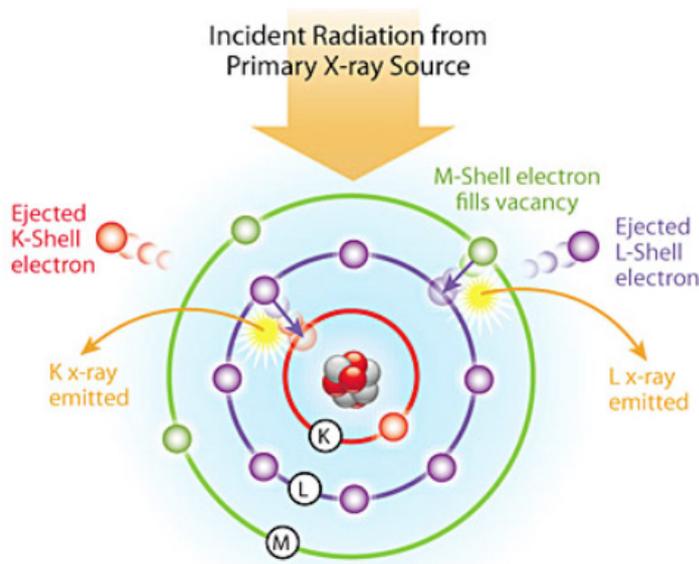


Figura 1.8: Schematizzazione dell'emissione di radiazione caratteristica dovuta all'interazione di un atomo con un fascio di radiazione primaria.

radiazione primaria nel bersaglio ha una dipendenza dal numero atomico proporzionale a $Z^{4\div 5}$, come mostrato nel paragrafo 1.1.1. Questo comportamento è sostanzialmente l'opposto di quanto avviene con la PIXE, dove il fascio primario è composto da particelle cariche, con le quali la probabilità di produzione degli X caratteristici decresce al crescere del numero atomico del bersaglio.

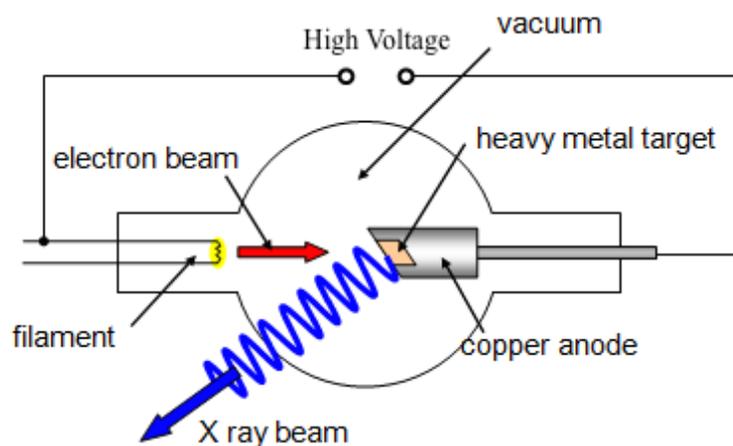
La XRF permette di svolgere analisi andando più in profondità nel campione (almeno per campioni composti da elementi ad alto Z^3) grazie al fatto che il fascio di raggi X primario è più penetrante degli ioni utilizzati per la tecnica PIXE.

Un altro importante fattore che discrimina tra la scelta della tecnica XRF e la tecnica PIXE è l'impossibilità, spesso, di spostare l'opera d'arte dal luogo in cui si trova fino al laboratorio per essere sottoposta ad analisi PIXE tramite l'utilizzo dell'acceleratore di particelle. Quindi, il fatto che il sistema XRF sia portatile, offre un enorme vantaggio in quanto può essere facilmente portato direttamente nei luoghi d'interesse quali, ad esempio, musei e chiese.

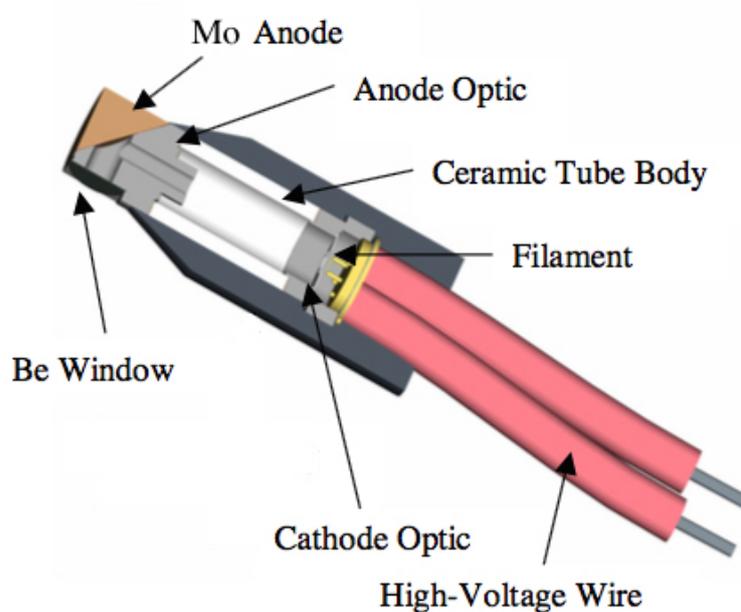
La sorgente di radiazione più comunemente utilizzata per l'XRF è il *tubo a raggi X*, una cui schematizzazione è mostrata in Figura 1.9.

Un tubo a raggi X consiste in due elettrodi posti in una camera a vuoto ed il principio di funzionamento è piuttosto semplice [9]. Ad un estremo c'è il *catodo*, normalmente fatto da un filamento di tungsteno (W), mentre all'estremo opposto c'è l'*anodo*, fatto da un metallo caratterizzato da un'elevata temperatura

³Questo è dovuto al fatto che gli elementi a basso numero atomico emettono raggi X di bassa energia. Quindi, anche se possono essere eccitati atomi che si trovano più in profondità, i raggi X emessi vengono praticamente assorbiti tutti quanti dal materiale stesso. Possono essere rivelati soltanto quelli emessi dagli atomi che si trovano sulla superficie del campione.



(a)



(b)

Figura 1.9: (a) schema di un generico tubo a raggi X; (b) rappresentazione del tubo a raggi X utilizzato per questa tesi.

di fusione, quale ad esempio tungsteno, molibdeno (*MO*), titanio (*Ti*) cromo (*Cr*) e cobalto (*Co*). Quando la corrente scorre nel filamento, la sua temperatura aumenta sensibilmente e vengono emessi elettroni per effetto termoionico. Questi vengono accelerati verso l'anodo da una differenza di potenziale tipicamente di qualche decina di *kV*. Dato che le collisioni riscaldano l'anodo, va raffreddato.

Quando gli elettroni veloci interagiscono con il materiale dell'anodo, una parte della loro energia è convertita in radiazione elettromagnetica, detta *bremstrahlung*.

Questa radiazione è dovuta all'accelerazione di un elettrone che attraversa il

campo coulombiano di un nucleo atomico:

$$a \propto \frac{Ze^2}{m_e x^2}$$

dove Z è il numero di protoni nel nucleo, e la carica elementare, m_e la massa dell'elettrone e x l'effettiva distanza tra l'elettrone ed il nucleo.

Un'altra parte di energia, se sufficiente a ionizzare gli atomi del *target*, è convertita in raggi X caratteristici dell'elemento di cui è composto l'anodo. Sia la *bremstrahlung* che la radiazione X sono emesse in tutte le direzioni. Il fascio primario prodotto esce attraverso una finestra di berillio, il cui spessore è tipicamente di qualche centinaio di μm . Il fascio primario di raggi X che arriva al campione, lo eccita così da produrre una radiazione secondaria che verrà rivelato.

Mentre i meccanismi che inducono l'emissione della radiazione nel *target* sono diversi per PIXE e XRF, entrambe le tecniche si basano sulla rivelazione della radiazione X nello stesso *range* spettrale ed infatti anche i rivelatori sono dello stesso tipo (in questo lavoro di tesi sono stati usati proprio gli stessi rivelatori sia nel *setup* PIXE che in quello XRF). Quindi, di seguito, si descrivono congiuntamente le caratteristiche salienti e i vari contributi agli spettri X, indipendentemente dal fascio primario con cui sono stati prodotti:

- Linee caratteristiche degli elementi di cui è composto il campione.
- Nel caso dell'XRF, allo spettro secondario contribuisce la radiazione primaria grazie allo *scattering* Rayleigh. Si possono riconoscere infatti le linee di emissione caratteristiche del materiale dell'anodo, sovrapposte ad un continuo dovuto alla *bremstrahlung* degli elettroni e solo se la differenza di potenziale applicata è sufficientemente elevata.
- Contributi dovuti allo *scattering Compton*.

Inoltre si possono trovare degli artefatti dovuti all'interazione con il rivelatore dei raggi X prodotti dal campione:

- Picchi di fuga (*Escape peaks*). Quando i raggi X del campione interagiscono con il cristallo di silicio del rivelatore, possono indurre emissioni successive di radiazione X caratteristica del Si ($E_{Si} = 1.74 \text{ keV}$). Se questo fenomeno avviene in un punto molto vicino alla superficie del cristallo, il fotone può fuggire dal rivelatore e viene così rivelata solo l'energia residua data dalla relazione $E_{Res} = E_0 - E_{Si}$ dove E_0 è l'energia del fotone incidente. Questo effetto produce i cosiddetti picchi di fuga ad energia E_{Res} , che è inferiore a

quella del fotone “primario” che ha subito l’effetto fotoelettrico sempre della stessa quantità, pari a $E_{Si} = 1.740 \text{ keV}$.

- Picchi somma. Se due fotoni di energia E_1 ed E_2 arrivano sul cristallo separati da un tempo talmente breve che l’elettronica di acquisizione non riesce a rivellarli come due eventi separati, allora vengono registrati come un unico picco di energia $E_{Sum} = E_1 + E_2$.

Capitolo 2

L'acceleratore di particelle *Tandetron* da 3 MV

Uno degli strumenti principali presenti al LABEC di Sesto Fiorentino è sicuramente l'acceleratore di particelle *Tandem* da 3 MV costruito dalla ditta High Voltage Engineering Europe, la cui schematizzazione è riportata in figura 2.1. Esso è dotato di tre sorgenti indipendenti: una dedicata alla Spettrometria di Massa (*AMS - Accelerator Mass Spectrometry*) e le altre due, rispettivamente *single-sample Cs-sputtering* e *Duoplasmatron*, utilizzate per produrre qualsiasi tipo di fascio (dagli ioni più pesanti la prima ai semplici protoni la seconda), principalmente per applicazioni *IBA (Ion Beam Analysis)*, ma anche, ad esempio, per studi sui danni subiti dai materiali esposti a dosi accuratamente controllate di radiazione o per testare la risposta dei rivelatori di radiazione.

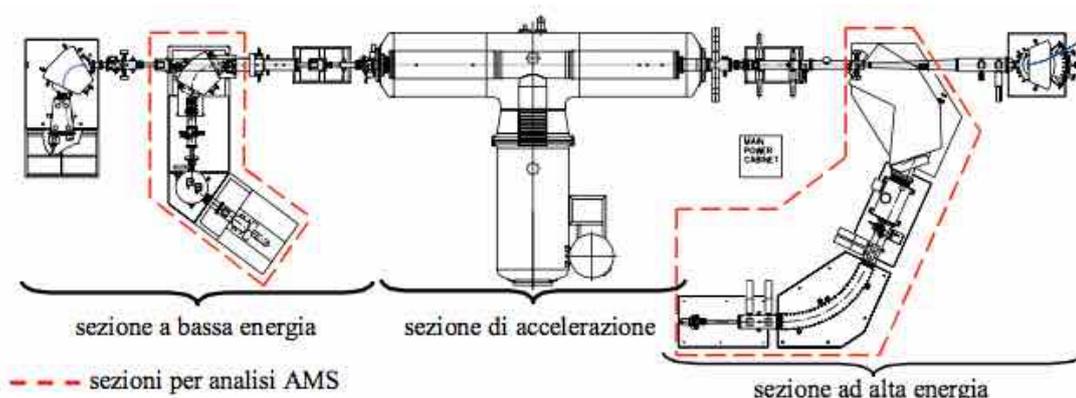


Figura 2.1: Schema generale dell'acceleratore di particelle.

Dalla parte finale dell'acceleratore si diramano sette diverse linee di estrazione del fascio, ognuna delle quali ha un utilizzo specifico. La linea ad alta energia, quella relativa alla Spettrometria di Massa (AMS), è dotata di rivelatori in grado di rivelare isotopi rari come ^{14}C , ^{10}Be , ^{26}Al e ^{129}I . In realtà, al momento la mag-

gior parte delle misure che si effettuano su questa linea riguardano il radioisotopo ^{14}C nell'ambito della datazione di reperti archeologici. Nei piani futuri del LABEC c'è l'intenzione di fare misure anche con ^{129}I per il monitoraggio ambientale e con ^{10}Be per la datazione di reperti geologici.

In alternativa alla linea ad alta energia ci sono altre linee sulle quali vengono estratti fasci di protoni, particelle α o qualsiasi altro tipo di ione. Questi fasci vengono utilizzati per le tecniche IBA che permettono di determinare la composizione elementare di un materiale utilizzato come *target* attraverso lo studio delle interazioni che avvengono tra il fascio di ioni e gli atomi (o i nuclei) del materiale stesso. Al LABEC si utilizzano alcune delle tecniche IBA: *PIXE* (*Particle-Induced X ray Emission*), *PIGE* (*Particle-Induced Gamma ray Emission*), *PESA* (*Particle Elastic Scattering Analysis*, in particolare la *RBS - Rutherford Backscattering Spectrometry*), *NRA* (*Nuclear Reaction Analysis*). La peculiarità della maggior parte dei *setup* utilizzati per le tecniche IBA è la possibilità di utilizzare un fascio esterno, cioè estratto in aria. Questa caratteristica, porta grandi vantaggi soprattutto nell'ambito delle applicazioni ai Beni Culturali: le opere d'arte, spesso molto preziose, possono essere analizzate senza essere poste in un ambiente dove viene fatto il vuoto (cosa che potrebbe causare numerosi danni).

Una delle linee più interessanti ai fini di questo lavoro è la linea nella quale c'è la possibilità di estrarre un microfascio, le cui dimensioni arrivano fino a $10\ \mu\text{m}$ e che permette di scansionare un'area del campione con l'obiettivo di creare delle mappe sulle quali è riportata la distribuzione superficiale degli elementi costituenti il campione analizzato. In particolare, è possibile ottenere delle *micro-PIXE maps*.

2.1 Sorgente 358 *DUOPLASMATRON*

L'acceleratore è dotato di tre sorgenti in grado di produrre ioni. La prima è utilizzata per l'estrazione di ioni da materiali solidi come, ad esempio, litio, silicio o carbonio; la seconda, permette di estrarre ioni da materiali solidi, ma differisce dalla prima per motivi di tipo costruttivo ed è usata per svolgere attività di datazione con il radiocarbonio; la terza (*358 DUOPLASMATRON*), che è quella utilizzata per la prima parte di questo lavoro di tesi, consente di produrre protoni a partire da elementi gassosi, in questo caso dall'idrogeno. Quest'ultima viene descritta di seguito.

Nella Figura 2.2 si può vedere la sorgente 358 nel suo insieme. Il numero (1) indica la piccola bombola contenente il gas (in questo caso H_2). Il numero (2) indica una valvola termosensibile. Questa, a temperatura ambiente, è composta da due membrane adiacenti. Quando vengono scaldate, queste si separano a

causa della differente risposta alla dilatazione termica. Si apre così un passaggio (le cui dimensioni più o meno grandi possono essere regolate agendo sul calore che si fornisce e quindi sulla dilatazione) attraverso il quale fluisce il gas. Questa valvola serve a dosare con grande precisione il flusso di gas in modo tale che nella camera che lo andrà a contenere (che è a vuoto) la pressione non aumenti troppo velocemente. All'interno della camera, infatti, si ha una pressione di $10^{-4} - 10^{-5}$ mbar, ma, con l'ingresso del gas, si arriva ad una pressione di circa 10^{-2} mbar.



Figura 2.2: Vista globale della sorgente *DUOPLASMATRON*.

Una volta oltrepassata la valvola termosensibile, il gas fluisce attraverso una piastra che contiene un foro decentrato (prima immagine in Figura 2.3) ed entra in una camera (contraddistinta dal numero (3) nella seconda immagine di Figura 2.3) al cui centro c'è un cono forato sulla punta. A questo punto il gas entra all'interno del cono e finisce in una seconda camera che si trova dietro la prima (contraddistinta dal numero (4) in Figura 2.4). Qui, il gas incontra un filamento di platino attraversato da una corrente variabile tra i 20 e i 25 A (Figura 2.4) che si surriscalda ed emette elettroni per termoemissione. Inoltre, al fine di aumentare la produzione di e^- , il filamento è ricoperto da una pasta di bario in quanto la funzione di estrazione del bario presenta una barriera di potenziale molto bassa rispetto a quella di molti altri metalli e quindi, a parità di temperatura, ci sarà una maggior emissione di e^- .

Il gas che interagisce con gli elettroni prodotti dal filamento viene ionizzato e compresso dal campo magnetico prodotto da un solenoide posto attorno alla



Figura 2.3: Nella prima immagine è visibile la piastra con un foro decentrato attraverso il quale fluisce il gas. La seconda immagine rappresenta la parte interna della camera dove si raccoglie il gas. Al centro di questa, si vede anche il cono con il foro che permette al gas di raggiungere una seconda camera che si trova sul lato posteriore.



Figura 2.4: Nella prima immagine è riportata la seconda camera posta dietro al cono. La seconda immagine mostra il filamento di platino ed il conduttore al quale è collegato.

camera (posizione (5) in Figura 2.4), diventando così un plasma.

Va sottolineato che si vogliono estrarre ioni negativi e *non* positivi. Ma come è possibile fare ciò se all'interno della camera (4) gli atomi vengono ionizzati?

Ricordiamo che all'interno della camera c'è un gran numero di elettroni. Quindi gran parte degli atomi verrà ionizzata assumendo una carica positiva, ma una piccola percentuale, invece, tenderà ad acquistare elettroni diventando così ioni negativi. Questi verranno poi estratti.

Applicando una differenza di potenziale con il polo positivo al cono di estrazione presente dopo la piastra forata mostrata in Figura 2.3, gli ioni negativi vengono estratti passando di nuovo attraverso il foro del cono presente nella camera (3) e possono così essere trasportati lungo tutto l'acceleratore.

In Figura 2.5 è possibile vedere alcuni degli elementi descritti, raggruppati insieme: la piastra forata, la parte anteriore della camera in cui fluisce il gas, il solenoide (che invece è collocato nella parte posteriore) ed il conduttore su cui viene posizionato il filamento di platino.



Figura 2.5: Alcuni degli elementi principali presenti all'interno della sorgente 358 *Duoplasmatron*.

2.2 L'acceleratore *Tandetron*

Il cuore vero e proprio della strumentazione presente al LABEC è l'acceleratore *Tandem* prodotto dalla ditta olandese *High Voltage Engineering Europe* (Amersfoort, Olanda). Questo è un tipo di acceleratore elettrostatico la cui configurazione provoca l'accelerazione delle particelle cariche in due successive fasi (motivo per cui è chiamato *Tandem*). Una schematizzazione è visibile in Figura 2.6.

I tubi di accelerazione sono collocati all'interno di una *tank* di acciaio e piombo che ha la forma di una *T* (visibile in Figura 2.8). A metà è collocato il terminale

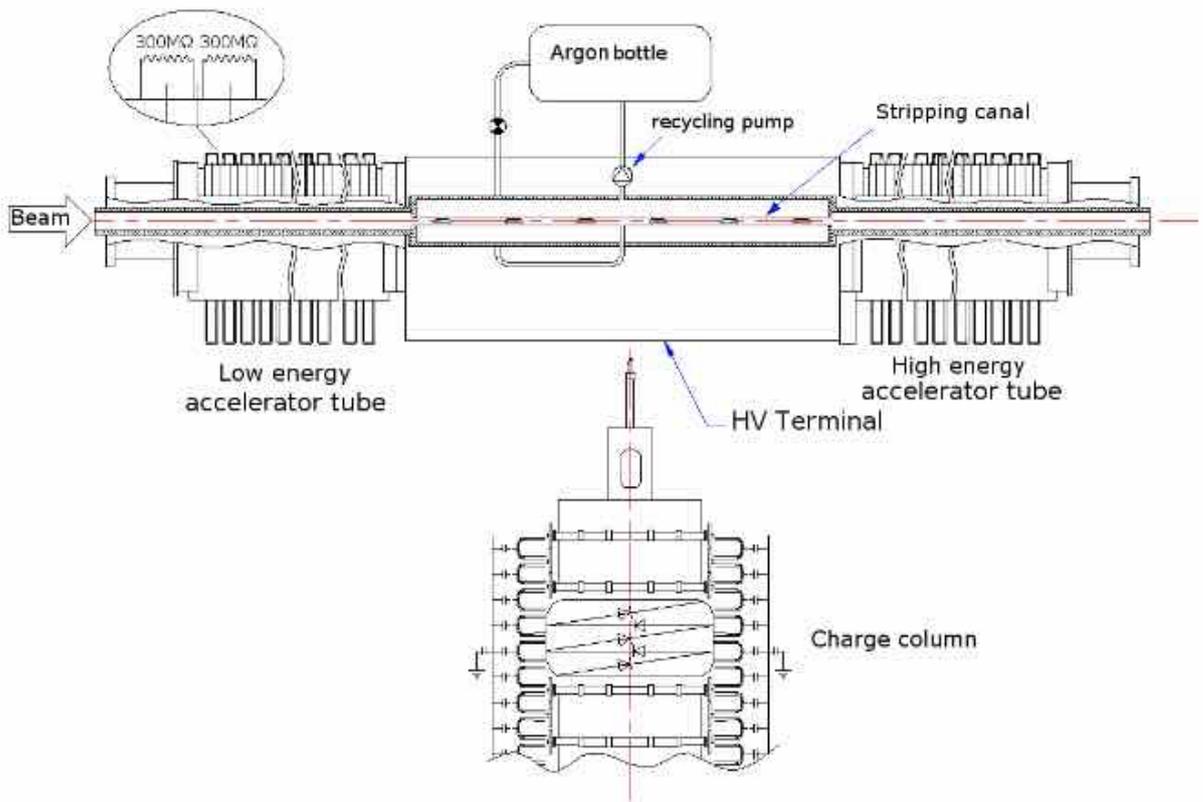


Figura 2.6: Schematizzazione della *tank* di accelerazione.

di alta tensione che genera una differenza di potenziale positiva che va da 500 kV fino a 3 MV . Questa è ottenuta utilizzando un moltiplicatore di tensione a più stadi basato sul *principio Cockroft-Walton*. Tale strumento permette di convertire della corrente elettrica alternata a bassa tensione in corrente continua ad alta tensione. Per comprenderne il funzionamento, prendiamo come esempio il caso del moltiplicatore a stadio singolo con due condensatori di uguale capacità C e due diodi D_1 e D_2 , mostrato in Figura 2.7.

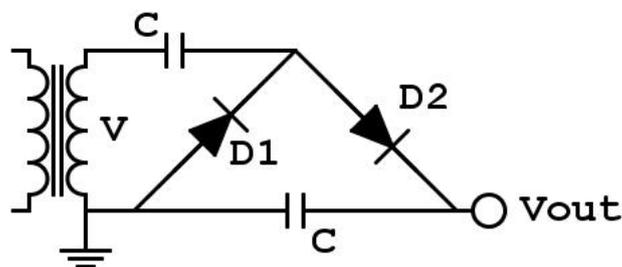


Figura 2.7: Moltiplicatore di tensione a singolo stadio.

Se il trasformatore inizialmente fornisce $V < 0$, la corrente scorre solo attraverso D_1 , andando a caricare il condensatore in alto nella figura, fino al potenziale

di picco V_p . Quando la corrente si inverte, D_1 è bloccato e la corrente transita per D_2 , andando a caricare il condensatore C in basso ad un potenziale che è la somma di quello del trasformatore e di quello sul condensatore C in alto. In questo modo la tensione finale sul condensatore in basso è $V_{out} = 2V_p$, che è appunto la tensione in uscita dal moltiplicatore.

Se si aggiunge un ulteriore stadio, iterando il ragionamento, si ottiene: $V_{out} = 4V_p$ e in generale, per un moltiplicatore a n stadi, vale l'equazione $V_{out} = 2nV_p$. Nella colonna di alta tensione presente nell'acceleratore di Sesto Fiorentino si ha $n = 80$.

In realtà, ci sono crescenti distorsioni nel segnale in uscita all'aumentare del numero di stadi usati nel moltiplicatore, fino al punto che V_{out} non può più essere approssimata come tensione continua. Ciò limita nella pratica la possibilità di costruire dispositivi con un numero di stadi troppo elevato, a meno di prendere particolari accorgimenti. Ad esempio, invece di prendere condensatori con capacità tutte uguali, la scelta di mettere condensatori con capacità grandi alla base del circuito permette di attutire questo effetto distorsivo.

Il nome *Tandetron* associato a questi tipi di acceleratori *Tandem* è dovuto al fatto che l'alta tensione è generata in modo elettronico e non con il trasporto di carica, come invece succede sulle cinghie rotanti del *generatore Van De Graaff*.

Sul lato sinistro, la *tank* di accelerazione (Figura 2.8), prendendo come riferimento sempre la Figura 2.6, è preceduta da un canale di *bassa energia* ed è seguita, sul lato destro, da un tubo di *alta energia*.



Figura 2.8: Vista dall'alto della *tank*, con la caratteristica forma a T , all'interno della quale le particelle cariche vengono accelerate. In primo piano la parte che contiene la colonna di carica.

Le estremità di entrambi i tubi, opposte al terminale di alta tensione, sono tenute ad un potenziale di $0 V$ (potenziale di terra). La caduta di potenziale è graduale lungo tutti e due i tubi. Ciò è possibile grazie alla loro configurazione.

Sono infatti formati da dei dischi incollati uno dopo l'altro alternando un disco di materiale isolante ad un disco di materiale conduttore (metallo). Sia sul canale a bassa energia che su quello ad alta energia, sono presenti dei resistori da $300\text{ M}\Omega$ (schematizzati nel canale a bassa energia in Figura 2.6), i quali sono applicati tra i dischi metallici. La funzione di tali resistori è duplice: si è visto che è molto più conveniente erogare corrente in modo continuo anziché fornirla solo quando la tensione cala e le resistenze fanno sì che il campo elettrico si distribuisca in modo costante lungo tutto il canale di accelerazione; la tensione accumulata deve essere scaricata ma tali scariche non si sa dove e quando potrebbero avvenire, quindi la seconda funzione delle resistenze è quella di far in modo che l'alta tensione venga scaricata in modo controllato. In Figura 2.9 è possibile vedere l'interno della parte centrale della T che forma la tank ed il terminale di alta tensione.

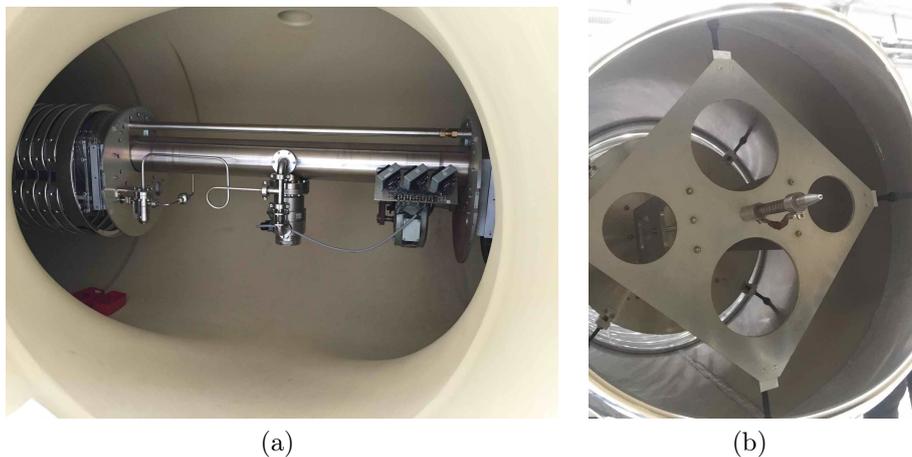


Figura 2.9: Nell'immagine (a) è possibile vedere la parte centrale dell'acceleratore. Sulla sinistra si intravede il tubo di bassa energia e, proprio al centro, il sistema di flussaggio e pompaggio dell'*argon* (la bombola di questo gas non si vede perchè è nascosta nella parte sinistra). Nell'immagine (b) si può vedere il terminale di alta tensione.

Vediamo ora di capire brevemente il processo di doppia accelerazione delle particelle all'interno dell'acceleratore. Gli ioni negativi entrano nella prima parte del tubo, sentono la differenza di potenziale positiva presente nel terminale di alta tensione e subiscono così una prima accelerazione. Arrivati nella parte centrale avviene il processo di *stripping*, ovvero di cambio della carica. Infatti, in una piccola zona del tubo di accelerazione viene iniettato dell'*argon* a bassissima pressione in modo tale da non peggiorare drasticamente il vuoto all'interno del tubo. Gli ioni negativi, interagendo con questo gas, perdono uno o più elettroni diventando ioni positivi. L'*argon* utilizzato viene recuperato da una pompa e reimesso in circolazione: con questo meccanismo di ricircolo una piccola bom-

bola di argon può durare per un tempo superiore ai 10 anni. A questo punto, i suddetti ioni positivi vengono respinti dal terminale ad alta tensione (che ricordiamo avere carica positiva) e ulteriormente accelerati verso il successivo terminale che è a messa a terra e si trova nella zona di alta energia. Nella seconda metà dell'acceleratore, infatti, il campo elettrico ha verso opposto a quello della prima parte (andamento simmetrico rispetto alla zona dello *stripper*). Usciti dall'acceleratore, seguiranno il canale sotto vuoto conservando inalterata la loro velocità fino al magnete di *switching*. Questo, li reindirizzerà poi nel canale desiderato. L'energia delle particelle così accelerate la si può ricavare attraverso la seguente formula

$$E = |q_0| V_0 + (|q_0| + q) V_{Ter}$$

dove

E è l'energia delle particelle dopo le due accelerazioni

q_0 è lo stato di carica iniziale

V_0 è la tensione di estrazione dalla sorgente

q è lo stato di carica dopo lo *stripping*

V_{Ter} è la tensione applicata al terminale

Prendiamo come esempio il caso che riguarda più da vicino questo lavoro, ovvero quello dei protoni. Il valore della carica iniziale q_0 sarebbe -1 perchè abbiamo ioni negativi, quindi $|q_0| = 1$; la tensione di estrazione V_0 della sorgente *Duoplasmatron* vale $\sim 20 \text{ keV}$; dopo il cambio di carica che avviene durante il processo di *stripping* si ha $q = 1$; la tensione di terminale V_{Ter} è stata mantenuta costante ad un valore di 1.5 MV . Sostituendo questi valori nella formula si ottiene

$$E = 0.02 + 2 \cdot 1.5 = 3.02 \text{ MeV}$$

La parte esterna al tubo di accelerazione, ma comunque interna alla *tank*, è riempita con *esafluoruro di zolfo* (*SF6*), un gas isolante tenuto ad una pressione di circa 6 bar , il cui compito è quello di limitare le scariche elettriche. Si utilizza un isolante gassoso perchè se si utilizzasse un isolante solido questo verrebbe segnato dalle scariche che, pur essendo rare, sono impossibili da evitare. Ogni scarica traccerebbe una sorta di solco che diventerebbe una specie di corsia preferenziale per le scariche successive. A lungo andare, questo processo porterebbe alla rottura dell'isolante solido facendo così aumentare il numero di scariche.

2.3 Trasporto del fascio

Lungo tutto il canale di accelerazione e poi nelle successive linee di fascio, sono collocati degli elementi “attivi” (deflettori magnetici ed elettrostatici, elementi di focheggiamento) il cui scopo è quello di guidare il fascio lungo la direzione desiderata, ed elementi “passivi” il cui compito, invece, è quello di monitorare i risultati delle operazioni svolte mano a mano dall’operatore.

I campi magnetici ed elettrici trasversi producono una deflessione degli ioni senza però alterare la loro energia. Va tenuto a mente, però, che i campi elettrostatici non separano le differenti specie di ioni che hanno la stessa energia. Gli elementi magnetici, invece, inducono una deflessione che dipende dal rapporto massa-carica m/q e questo consente la separazione di specie diverse di particelle con uguale energia. Quest’ultima caratteristica è molto importante nel trasporto del fascio: durante la produzione di ioni si potrebbero generare altre particelle e/o molecole che però non sono di interesse e dunque si ha la necessità di selezionare solo gli isotopi di un certo tipo prodotti dalla sorgente.

Di seguito verranno brevemente descritti tutti questi elementi partendo da quelli “attivi”.

2.3.1 Dipoli elettrostatici

Un metodo comune per deflettere ed indirizzare il fascio, senza però cambiare l’energia delle particelle, consiste nell’utilizzo di un paio di placche metalliche alle quali viene applicata una differenza di potenziale [12]. Coppie di *steering elements* sono usate sia nella direzione orizzontale che in quella verticale per indirizzare il più possibile il fascio lungo quella che è la direzione ideale. Questi elementi si trovano lungo tutto il canale, anche sulla parte ad alta energia, dove ovviamente la differenza di potenziale richiesta è molto maggiore.

2.3.2 Dipoli magnetici

Negli elettromagneti, le bobine di rame creano un campo magnetico B costante e perpendicolare alla direzione del fascio. Tale campo B può variare in intensità e verso semplicemente modificando opportunamente l’intensità della corrente ed il verso in cui questa circola all’interno delle bobine.

Un primo magnete è presente nella zona a bassa energia, immediatamente dopo la sorgente di ioni. Infatti, come è già stato accennato, in uscita dalla sorgente possiamo trovare non solo gli ioni di nostro interesse, ma anche isotopi differenti, molecole e diverse specie atomiche. Risulta quindi necessaria una selezione in base alla massa e/o alla carica [12].

Quando una particella carica di energia qV e massa m entra in un campo magnetico B uniforme e perpendicolare alla sua traiettoria, a causa della *forza di Lorentz* $F_L = qvB$, inizia a seguire una traiettoria circolare di raggio

$$R = \frac{mv}{qB} = \frac{1}{B} \sqrt{\frac{2mV}{q}}$$

I dipoli magnetici, dunque, agiscono come separatori di massa per ioni che hanno la stessa carica, energia ed accelerati dalla stessa differenza di potenziale, deflettendoli ad angoli diversi rispetto alla direzione originaria..

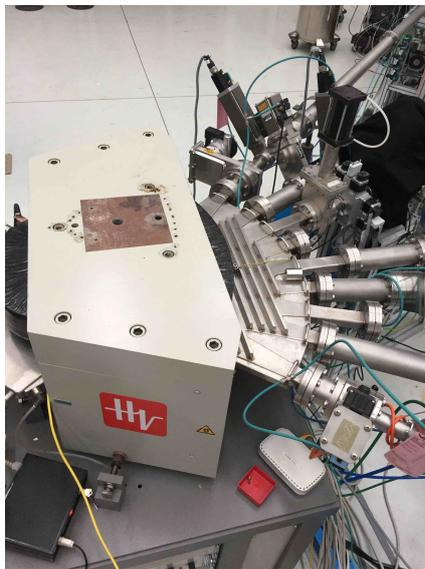


Figura 2.10: Vista dall'alto dello *Switching Magnet* con i vari canali che si diramano.

Nella zona ad alta energia, dopo lo stadio di accelerazione, sono presenti altri due magneti: il primo è utilizzato per separare le diverse masse durante le misurazioni *AMS* (*Accelerator Mass Spectrometry*) ed è tenuto spento durante gli esperimenti che prevedono l'utilizzo delle tecniche *IBA*; il secondo è detto *switching magnet* e da questo si diramano, ad angoli diversi, i vari canali per i diversi tipi di esperimenti (microfascio, *aerosol*, beni culturali ecc...). Questo, rappresentato come ultimo elemento a destra nello schema 2.6, è visibile in Figura 2.10.

Va specificato che il magnete *MPI* 90° , situato nella zona a bassa energia tra la sorgente e la *tank* di accelerazione, ha il raggio di deflessione fissato (90° , appunto) e la carica che vi passa attraverso vale -1 mentre la carica entrante nello *switching magnet* è variabile così come sono variabili gli angoli di deflessione, in quanto, come si è già detto, si può scegliere tra diversi canali, 6 nello specifico (7 se si considera anche il canale a 0°), ognuno con la propria angolazione. Inoltre,

tutti i magneti eliminano le particelle senza carica, che proseguono non deviate dato che non risentono di nessuna forza.

2.3.3 *Einzel lenses*

Le particelle che fuoriescono dalla sorgente devono avere una corretta traiettoria (che idealmente corrisponde all'asse del canale di trasporto del fascio) in modo tale da poter entrare correttamente all'interno dell'acceleratore. C'è però un problema: le particelle hanno una componente della velocità perpendicolare alla direzione del suddetto asse a causa del fatto che sono emesse in tutte le direzioni dalla sorgente [12].

Per fare in modo che le particelle rimangano “confinare” all'interno dell'asse del canale, si utilizza un sistema di focheggiamento composto dalle cosiddette *Einzel lenses* [17] [18] [12]. Esse possono avere diverse geometrie e modalità di funzionamento, ma quelle presenti nell'acceleratore di Sesto Fiorentino (Figura 2.11) sono cilindriche, simmetriche e sono una combinazione di tre elettrodi, dove il primo ed il terzo sono tenuti allo stesso potenziale. Queste sono gli unici elementi che consentono il focheggiamento del fascio nella zona a bassa energia.



Figura 2.11: I cilindri rossi che si vedono in figura sono le *Einzel Lenses* presenti nell'acceleratore del *LABEC*.

Per avere un'idea approssimativa del loro funzionamento, si prenda come riferimento la Figura 2.12.

La lente elettrostatica, come già accennato, è formata da tre elettrodi: griglia acceleratrice, primo e secondo anodo, quest'ultimo allo stesso potenziale della griglia acceleratrice. Il primo anodo è posto ad un potenziale (variabile) inferiore a quello degli altri due. Per ragioni di simmetria, uno ione negativo che viaggi alongo l'asse (detto asse z) subirà solo forze dirette come l'asse, ovvero un rallentamento passando dalla zona della griglia acceleratrice a quella del primo anodo

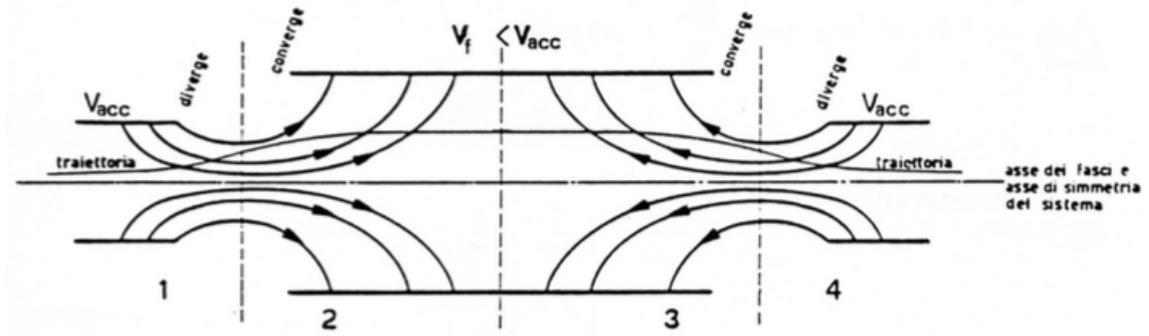


Figura 2.12: Rappresentazione schematica dei campi all'interno di un sistema di Einzel lens e della traiettoria delle particelle.

e una successiva accelerazione nel passaggio dal primo al secondo anodo, dopo di che proseguirà il suo moto lungo l'asse del sistema con velocità pari a quella che aveva nella zona della griglia di accelerazione. Si ricordi che nel nostro caso, gli ioni negativi uscenti dalla sorgente possiedono un'energia pari a circa 20 keV .

Sempre osservando la Figura 2.12, si nota che su uno ione negativo che procede fuori dall'asse agiscono, oltre alle forze che lo rallentano e poi lo accelerano lungo z , anche delle componenti di forza perpendicolari a questa direzione. Tali forze nelle zone 1 e 4 tendono a farlo divergere e nelle zone 2 e 3 a farlo convergere.

L'azione complessiva è convergente a motivo del fatto che nelle zone 2 e 3 lo ione procede più lentamente e quindi riceve, a parità di forze, un maggior trasferimento di impulso. Inoltre nelle zone 2 e 3 lo ione si trova più lontano dall'asse, là dove le linee di forza sono più incurvate e questo aiuta ulteriormente l'azione convergente [19].

2.3.4 Sistema di foccheggiamento del fascio

In questa sezione verranno brevemente descritte le caratteristiche del sistema di foccheggiamento forte, capace di ridurre le dimensioni di un fascio di ioni fino al livello del micron (μm) [20] [13].

Per ottenere un fascio di dimensioni micrometriche, l'alternativa all'utilizzo di collimatori (che comportano una forte perdita di corrente di fascio) è costituita da un sistema di foccheggiamento che concentri le particelle del fascio nelle dimensioni spaziali volute. L'analogia con i sistemi ottici è molto stretta. In prima approssimazione, infatti, anche le componenti dei sistemi di foccheggiamento di particelle possono essere trattati come lenti di un sistema ottico e anche il loro comportamento non ideale può essere in parte descritto introducendo gli equivalenti delle aberrazioni ottiche, quali le aberrazioni cromatiche e sferiche.

Diamo ora una descrizione schematica di come può essere strutturato un sistema di focheggiamento per particelle, facendo riferimento alla Figura 2.13.

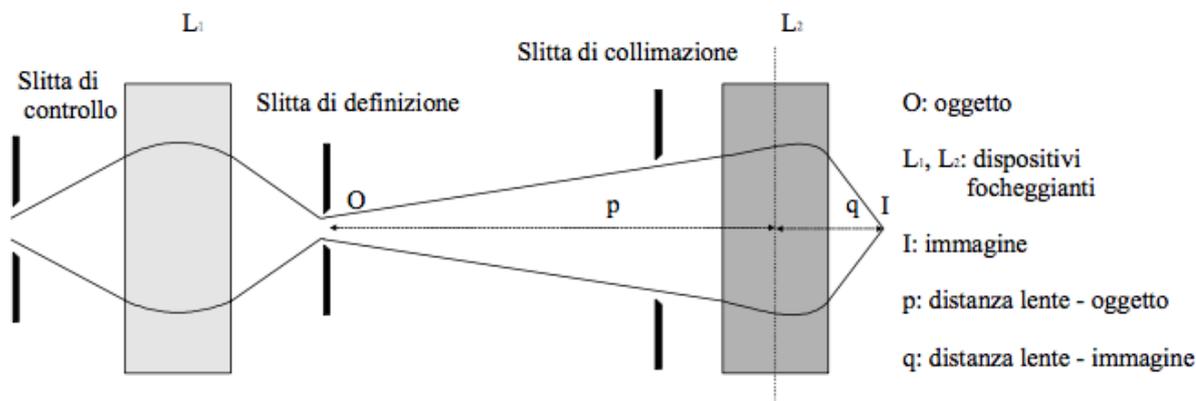


Figura 2.13: Schema di un sistema di focheggiamento standard.

Si distinguono due fasi di focheggiamento: nella prima, la “lente” L_1 crea l’immagine in O , nella seconda fase l’immagine in O è usata come oggetto di L_2 . La lente L_2 , caratterizzata da una focale più corta rispetto a L_1 , ha un maggior potere focalizzante.

La slitta di controllo, l’analogo del diaframma in ottica, collocata all’inizio del sistema, serve per regolare l’intensità del fascio. Una seconda slitta, detta slitta di definizione, serve a definire le dimensioni dell’oggetto dell’elemento focheggiante L_2 . La terza slitta, di collimazione, serve a fermare le particelle più divergenti e quindi a limitare gli effetti dell’aberrazione sferica (la stessa cosa che viene fatta in ottica con i collimatori per permettere il passaggio solo dei raggi paralleli all’asse ottico). L’immagine finale I è il risultato dell’azione globale del sistema focheggiante $L_1 + L_2$ e le sue dimensioni costituiscono le dimensioni dello *spot* finale del fascio. Analogamente all’ottica, anche qui vale in prima approssimazione la formula dei punti coniugati:

$$\frac{1}{f} = \frac{1}{p} + \frac{1}{q}$$

dove f è la distanza focale, p è la distanza oggetto-lente e q è la distanza lente-immagine.

Le dimensioni dell’immagine sono legate a quelle dell’oggetto mediante il fattore di demagnificazione D dato da:

$$D = \frac{q}{p}$$

Quindi, per ridurre lo *spot* finale del fascio, bisogna minimizzare D , ossia disporre

gli elementi in modo che la distanza p dell'oggetto dalla lente sia quanto più grande possibile della distanza q tra la lente e il punto su cui si forma l'immagine.

2.3.5 Elementi focheggianti: i quadrupoli magnetici

Vediamo, nella pratica, cosa viene utilizzato per la focalizzazione. Nel caso degli elettroni, per esempio in un microscopio elettronico, gli elementi focheggianti sono dei solenoidi magnetici. Se però consideriamo un fascio di ioni, un sistema di focheggiamento come questo non è più sufficiente. Infatti, i solenoidi magnetici producono la loro maggiore componente di campo lungo la direzione del fascio. Con intensità di campo magnetico ragionevoli, l'azione di focheggiamento non è sufficientemente intensa per gli ioni, perché vengono coinvolte le componenti trasversali dei campi e delle velocità, piccole rispetto a quelle longitudinali¹. Con questo metodo, per focheggiare un fascio di elettroni da 20 keV (energie tipiche) sono sufficienti campi di circa 0.5 T ; per avere lo stesso effetto su protoni da 3 MeV sarebbero necessari campi di circa 250 T ², non raggiungibili con le attuali tecnologie [20] [13].

Per questo motivo, nel caso degli ioni, vengono utilizzate lenti quadrupolari [12] [20] [13] [21] in cui i poli magnetici, disposti simmetricamente intorno all'asse del fascio, producono un campo le cui linee di forza sono iperboli equilatera rettangolari, con gli asintoti orientati lungo la congiungente tra due poli omologhi, come mostrato in Figura 2.14.

In questo caso le componenti del campo più intense sono trasversali e si ha un effetto focalizzante molto più forte. Sistemi come questo sono detti infatti di focheggiamento forte, mentre quelli con i solenoidi sono detti di focheggiamento debole.

2.3.6 Il campo magnetico del quadrupolo

Come detto, i quadrupoli sono usati nei sistemi di trasporto di fasci di ioni per la loro forte capacità di focheggiamento dovuta al fatto che le linee del campo sono perpendicolari alla direzione di moto dello ione [18] [12] [20] [13] [21]].

Nel sistema di riferimento mostrato nella Figura 2.14(a), il campo \vec{B} è tale che la sua componente B_x è proporzionale alla distanza dall'origine in direzione

¹Con *longitudinale* e *trasversale* si intende rispettivamente lungo la direzione di moto del fascio e sul piano ortogonale a questa.

²Come si ottiene risolvendo le equazioni di moto di una particella carica in un campo magnetico per il protone e per l'elettrone imponendo lo stesso raggio di curvatura.

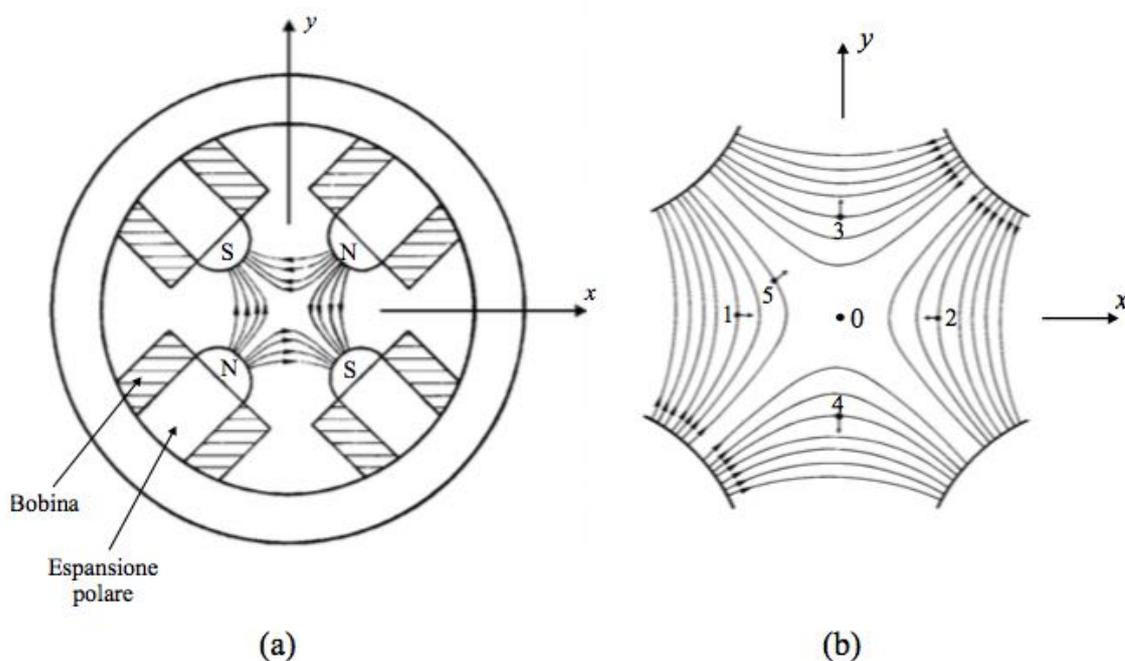


Figura 2.14: (a) Sezione trasversale di una tipica lente quadrupolare con le linee di campo associate. (b) L'azione del campo di quadrupolo su una particella con carica positiva. Le frecce rappresentano la direzione della forza agente sulla particella carica che passa attraverso la lente "entrando" nella pagina per varie posizioni sul piano trasversale alla direzione del fascio.

B_x e B_y è proporzionale alla distanza dall'origine in direzione X :

$$B_x = G_m \cdot y \quad (2.1)$$

$$B_y = G_m \cdot x \quad (2.2)$$

dove G_m è il gradiente del campo lungo l'asse.

L'azione del campo su una particella carica positiva passante attraverso la lente quadrupolare che si muove ortogonalmente al foglio è mostrata schematicamente in Figura 2.14(b). La forza agente su una particella che entra sull'asse del quadrupolo, posizione 0, è nulla (perché è nullo \vec{B} , equazioni 2.1 e 2.2) e quindi la sua traiettoria non viene deviata. Le forze su una particella nelle posizioni 1 e 2 sono rivolte verso l'asse: la particella si avvicina all'asse del quadrupolo e quindi sul piano XZ c'è un'azione focalizzante. Invece le forze nelle posizioni 3 e 4 sono tali che la particella si allontana dall'asse e quindi nel piano YZ il fascio subisce un'azione defocalizzante. Infine, per le particelle entranti nella lente quadrupolare nella posizione 5, la forza agente ha sia una componente Y defocalizzante che una componente X focalizzante. Va inoltre osservato che più la particella è distante dall'asse del fascio, maggiore è l'intensità delle forze, divergenti o convergenti che

siano. L'effetto complessivo per un quadrupolo di questo tipo è schematizzato in Figura 2.15.

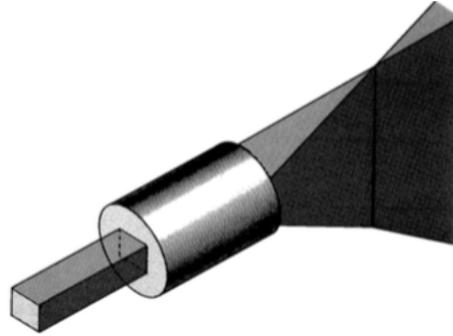


Figura 2.15: Effetto di un singolo quadrupolo su un fascio di particelle parallele all'asse della lente. Il fascio converge sul piano orizzontale ma diverge su quello verticale.

Da quanto detto è chiaro quindi che una sola lente quadrupolare è insufficiente a focalizzare un fascio di ioni in entrambi i piani simultaneamente ed è richiesto un minimo di due lenti di polarità opposta.

2.4 Elementi di diagnostica

Il corretto funzionamento degli strumenti appena descritti deve essere costantemente controllato dall'operatore. Questa operazione di controllo viene effettuata attraverso vari elementi per la diagnostica che sono collocati, ove necessario, lungo tutto il canale di accelerazione e trasporto del fascio. Ad esempio, ci sono strumenti per misurare la corrente di fascio sia in uscita dalla sorgente, per vedere se questa ha prodotto un numero sufficientemente alto di ioni (infatti maggiore è il numero di particelle prodotto e maggiore sarà la corrente), sia prima dell'entrata nella tank di accelerazione, in questo modo si può vedere se, nel tragitto sorgente-tank, c'è stata perdita di corrente dovuta ad un cattivo trasporto del fascio. E' anche possibile ottimizzare il numero di particelle trasportate e controllare la geometria del fascio [12].

2.5 Metodi per la misura della corrente di fascio al LABEC

La misura della corrente di fascio è molto importante perchè ci consente di avere una stima del numero di ioni che sono stati prodotti e che compongono quindi il fascio. Se si conosce lo stato di carica delle particelle, dalla corrente si ricava

immediatamente il numero di particelle al secondo che costituiscono il fascio. Esistono varie tecniche per effettuare questa misura lungo tutto l'acceleratore.

Il metodo più comune e semplice consiste nel posizionare una *Faraday cup* davanti al fascio. In Figura 2.16, all'interno del cerchio rosso, è visibile una delle tante Faraday cup sparse lungo tutto il canale di fascio.

Il meccanismo di funzionamento è piuttosto semplice [17] [18] [12]. Quando uno ione finisce sul metallo della coppa si forma una corrente. Misurando la corrente si può conoscere il numero di ioni o elettroni che sono andati sul rivelatore. Per un fascio ionico continuo, in cui ogni ione ha una carica singola, si ha:

$$\frac{N}{t} = \frac{I}{e}$$

dove N è il numero di ioni osservati in un tempo t , I è la corrente misurata ed e è la carica elementare. Per dare un dato quantitativo, una corrente di 1 nA (10^{-9} A) corrisponde a circa 6 miliardi di ioni che entrano nella Faraday cup ogni secondo.

Quello della Faraday cup è un metodo diretto di misura della corrente in quanto il fascio viene intercettato dal conduttore e si può quindi effettuare la misura. Lo svantaggio è che in questo modo si interrompe il flusso del fascio. Ma come si può misurare la corrente senza interrompere fisicamente il percorso del fascio? Nei fasci estratti in aria dei vari canali presenti al LABEC, sono utilizzati sostanzialmente tre metodi indiretti:

- Misura dei raggi X caratteristici del silicio: il fascio estratto in aria che passa attraverso una finestra di Si_3N_4 interagisce con gli atomi e vengono prodotti raggi X caratteristici del silicio. Questi vengono rivelati e si calcola la corrente. Ciò è possibile poichè esiste una dipendenza lineare tra la produzione di raggi X e la corrente del fascio.

- Paletta rotante: questo meccanismo è mostrato in Figura 2.17.

La paletta è fatta di grafite e sopra ci viene depositato del materiale (in questo caso nichel). Quest'ultimo, generalmente, viene scelto sulla base di tre caratteristiche: deve essere facilmente vaporizzabile in modo tale che lo strato si possa depositare sulla grafite; deve avere una buona efficienza di produzione di raggi X; deve essere un materiale tendenzialmente poco presente nel campione che si vuole analizzare, altrimenti non si riuscirebbero a distinguere i raggi X prodotti dall'elemento del campione da quelli dell'elemento depositato sulla paletta.

Il principio di funzionamento si basa sempre sulla rivelazione dei raggi X: quando la paletta, che ruota in senso orario, passa davanti alla finestra

2.5. METODI PER LA MISURA DELLA CORRENTE DI FASCIO AL LABEC37

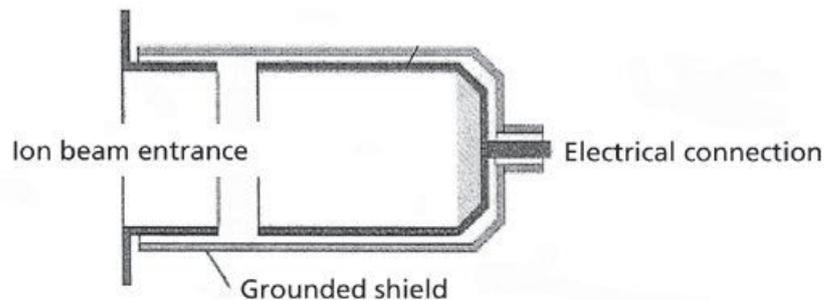
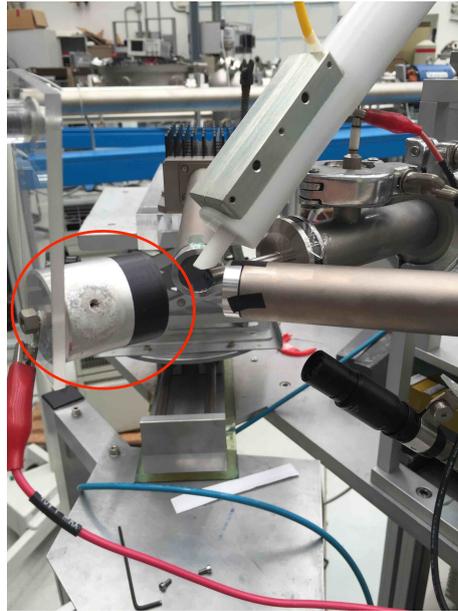


Figura 2.16: Nell'immagine superiore, con un cerchio rosso, è evidenziata una *Faraday cup* mentre nella seconda vi è una sua generica schematizzazione.

di Si_3N_4 intercetta il fascio e vengono prodotti raggi X caratteristici del materiale depositato. Questi vengono rivelati e si può così ottenere una stima della corrente.

- *Back scattering* dei protoni: quando il fascio impatta una finestra di *upilex*, gran parte dei protoni la oltrepassa mentre una piccola parte fa *back scattering* e arriva al rivelatore posto alla base della pipetta (la cui vista laterale è riportata in Figura 2.18). Da questa piccola percentuale si può calcolare la corrente del fascio dividendo il numero di protoni rivelati per la sezione d'urto Rutherford tipica del materiale di cui è fatta la finestra (in questo caso *upilex*). Facendo questo rapporto si ottiene il numero di particelle che hanno impattato la finestra e quindi la corrente totale.

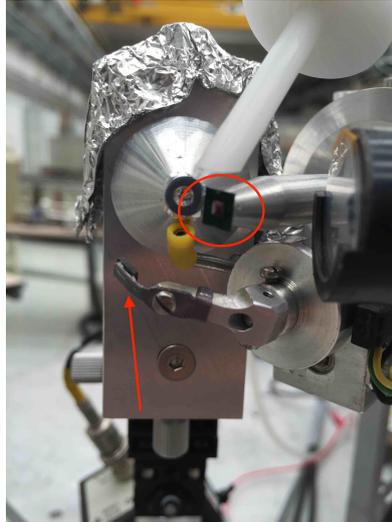


Figura 2.17: Immagine del meccanismo della paletta rotante. Il cerchio rosso evidenzia la finestra di Si_3N_4 mentre la freccia indica la paletta.

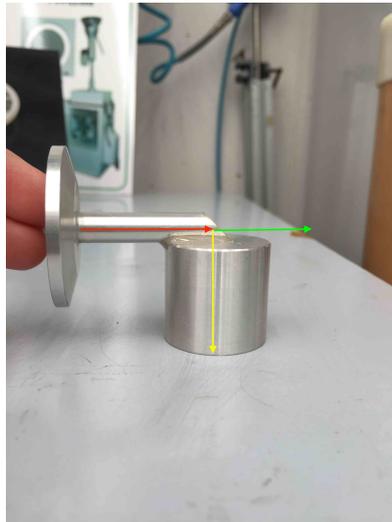


Figura 2.18: Vista laterale della pipetta utilizzata per rivelare i protoni che hanno fatto *back scattering*. La freccia rossa indica il fascio incidente. Quella verde il fascio che ha oltrepassato indisturbato la finestra e quella gialla indica le particelle che hanno fatto *back scattering* e che vengono quindi rivelate per poter misurare la corrente.

2.6 Cristalli di quarzo

Un modo molto semplice per osservare un fascio di particelle cariche ed assicurarsi che questo si muova lungo l'asse desiderato, consiste nell'utilizzo di schermi fluorescenti che emettono luce nel punto e nel momento in cui vengono colpiti dal fascio. Ce ne sono di vari tipi ed in particolare, nel laboratorio di Sesto Fiorentino, si utilizza un *cristallo di quarzo* [12]. La luce emessa è visibile attraverso una semplice *camera CCD* e il tutto è montato su un supporto mobile, che permette di posizionare il quarzo e di fargli intercettare il fascio ogni volta che è necessario.

2.7 Beam Profile Monitors (BPMs)

L'utilizzo del quarzo per monitorare il fascio non è però sufficiente e inoltre presenta il problema che blocca fisicamente il percorso del fascio. Servono quindi ulteriori strumenti che permettano di fare delle analisi del fascio senza che venga interrotta la "corsa" delle particelle. Per fare questo si utilizzano i *Beam Profile Monitors (BPMs)*, che sono installati sia sulla parte ad alta energia che su quella a bassa energia dei canali di trasporto del fascio [12]. Questi sono dispositivi che hanno diversa fattura e modalità di funzionamento e forniscono informazioni sulla forma, la posizione e l'intensità del fascio di particelle, sia in X che in Y . Il *Beam Profile Monitor* è costituito da due filamenti metallici che vengono fatti oscillare a ritmo costante su un piano perpendicolare alla propagazione del fascio. I filamenti intercettano periodicamente il fascio, che vi induce la produzione di elettroni secondari. I segnali prodotti da tali elettroni, insieme alle informazioni di posizione dei filamenti al momento dell'intercettazione, permettono di ricostruire le caratteristiche del fascio. Il profilo di intensità del fascio lungo le direzioni x e y e la sua posizione rispetto al centro del canale, vengono visualizzati sul *monitor* di un oscilloscopio o direttamente su quello del un computer del sistema di controllo dell'acceleratore. L'utilizzo combinato di *Faraday Cup*, quarzo e *Beam Profile Monitor* permette di controllare ed ottimizzare il trasporto del fascio lungo la linea dell'acceleratore ed ovviamente quello che si cerca di ottenere è un fascio il più omogeneo e simmetrico possibile.

2.8 Il canale del microfascio

Il canale del microfascio [17] [18] [20] [13] [21], una cui schematizzazione è visibile in Figura 2.19, è uno dei numerosi canali che si diramano dallo *switching magnet* ed in particolare forma un angolo di -30° con la direzione di propagazione del fascio. È il canale che è stato utilizzato per la prima parte di prove sperimentali di questo lavoro di tesi.

I vantaggi dell'avere la possibilità di estrarre il fascio in aria, come già accennato, sono molteplici: innanzitutto è molto più facile muovere e maneggiare il bersaglio che, a questo punto, può essere di qualsiasi dimensione; non sono necessari prelievi di campioni e dunque l'oggetto analizzato rimane integro; il surriscaldamento dell'oggetto analizzato è trascurabile purchè non si utilizzino correnti di fascio estremamente elevate e questo fa sì che non ci sia alcun danno termico e non ci siano problemi di disidratazione [17].

Grazie all'azione combinata di un tripletto di quadrupoli elettrostatici e dello SW, il fascio viene focalizzato in un punto che si trova a circa 2 m dallo *switching*

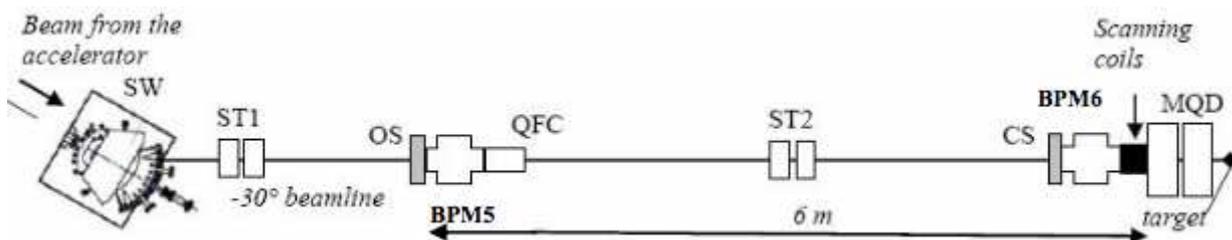


Figura 2.19: Schematizzazione della linea di microfascio. SW=magnete di *switching*; ST=magneti *steerer*; OS=slitte oggetto; BPM=*beam profile monitor*; QFC=quarzo e *Faraday cup*; CS=slitte di collimazione; MQD=doppietto di quadrupoli magnetici.

magnet (SW). In questo punto si trovano le slitte oggetto (OS) che devono stare abbastanza vicine allo SW per ottenere una distanza oggetto-prima lente, p , molto grande in modo tale da avere grandi fattori di demagnificazione. D'altra parte, via via che la posizione delle OS si avvicina allo SW, aumenta la divergenza della porzione di fascio che le attraversa, a parità di apertura. E' per bilanciare queste esigenze contrastanti che le slitte oggetto sono state posizionate ad una distanza di $\sim 2 m$ dallo SW.

Una coppia di magneti *steerer* (ST1), orizzontale e verticale, è stata posizionata dopo il magnete *switching* e prima delle slitte oggetto, per allineare al meglio il fascio sull'asse del canale. Una stazione diagnostica, posta subito dopo le slitte oggetto, permette di misurare tramite una *Faraday cup* la corrente trasmessa e consente di valutare la posizione, l'intensità e la forma del fascio. Questo è fatto per mezzo di un *Beam Profile Monitor* (BPM5) o, in maniera qualitativa, ma efficace specialmente nelle prime fasi del trasporto, guardando l'immagine dello *spot* del fascio su un quarzo (su cui è puntata una telecamera), che può essere inserito alternativamente alla FC.

Una seconda coppia di *steerer* (ST2), prima del doppietto di foceggiamento forte MQD, consente di allineare finemente il fascio lungo l'asse delle lenti, così da minimizzare le aberrazioni. Con un altro *Beam Profile Monitor* (BPM6) posizionato tra le slitte di collimazione (CS) ed il doppietto di quadrupoli, si può controllare l'allineamento del fascio sull'asse della lente.

Il fascio, dopo essere stato accelerato in vuoto, viene estratto in aria attraverso una sottilissima finestra. Come già detto, lavorare in esterno è vantaggioso perchè permette di maneggiare meglio e rapidamente il campione e di fare misure su campioni grandi o che si possono danneggiare in vuoto. Inoltre, grazie alla presenza del gas (che sia aria od elio), si rende minimo il rischio di eventuali danni dovuti a surriscaldamenti locali e si riduce l'accumulo di cariche sulla superficie dei campioni isolanti. Uno svantaggio, rispetto ad un *setup* in vuoto, è il peggioramento della risoluzione spaziale ed energetica del fascio, provocato

dagli urti delle particelle con gli atomi della finestra di uscita e del gas presente nel percorso esterno. Questi effetti possono essere minimizzati scegliendo una finestra di uscita molto sottile e saturando il percorso esterno con un gas leggero, tipicamente elio. La seguente tabella [22] mostra la perdita di energia per protoni da 3 MeV in aria e in elio.

Lunghezza del percorso [mm]	Perdita di energia [keV]	
	Aria	Elio
2	28	6
3	40	8
4	54	10

A tal proposito entra in gioco la finestra di *nitruro di silicio* (Si_3N_4), visibile in Figura 2.20. La cornice esterna di supporto, le cui dimensioni sono $5 \times 5\text{ mm}$, è realizzata in silicio ed ha uno spessore di $\sim 200\ \mu\text{m}$. La parte centrale è la vera e propria finestrella di nitruro di silicio, le cui dimensioni sono $2 \times 2\text{ mm}$ e lo spessore è $\sim 200\text{ nm}$. Gli errori sugli spessori, forniti dalla ditta produttrice, sono del 5%.

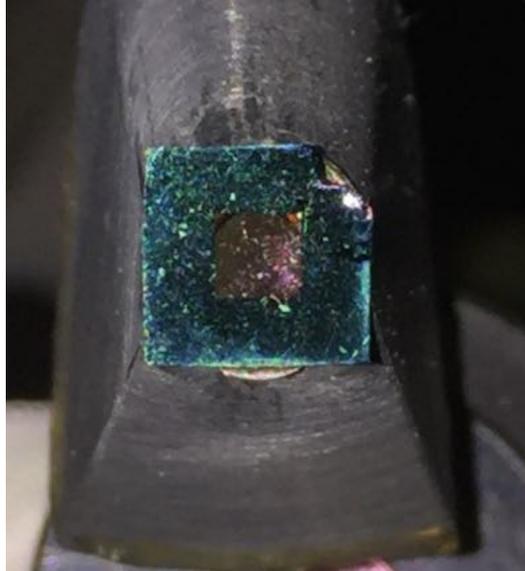


Figura 2.20: Fotografia della finestra di Si_3N_4 .

Tale finestra è molto resistente alla differenza di pressione tra il canale, che si trova in vuoto, in cui si propaga il fascio e l'esterno. Inoltre, con protoni di 3 MeV e correnti di fascio fino alle centinaia di pA e dimensioni del fascio fino a $10\ \mu\text{m}$, è ben noto che la vita delle finestre è superiore ai 5 anni [23] a differenza delle finestre polimeriche che si utilizzavano precedentemente (tipicamente *Kapton* o

Upilex) e che avevano vita relativamente breve³.

Di fronte alla finestra è posizionato l'apparato strumentale composto da rivelatori di radiazione X, digitalizzatore, assi motorizzati che permettono di muovere il campione lungo le direzioni x , y e z , il tutto controllato da computer sul quale viene caricato il *software* per il controllo dell'acquisizione e della scansione. La descrizione di tutti questi elementi si rimanda ai capitoli 3 e 4 in quanto tale sistema nasce con lo *scanner* XRF ed in tale contesto verrà descritto.

Da metà anni 2000 il canale di microfascio è usato per misure di *imaging* composizionale usando le più importanti tecniche IBA. Nella sua configurazione originale l'*imaging* a microfascio è fatta con un *raster scan* del fascio sul bersaglio, utilizzando una coppia di bobine xy per cambiare la posizione del fascio sul *target*. Il sistema consente l'*imaging* composizionale entro aree di qualche mm^2 . Nonostante la limitata dimensione delle aree che si possono studiare, i risultati ottenuti sono stati di grande interesse per la scienza della terra, la scienza dei materiali e anche per i Beni Culturali. Per questo ultimo tipo di applicazioni è emerso subito il grande interesse di poter estendere l'*imaging* a superfici molto più grandi. Nel 2014 è stato fatto il primo test di scansione su grande area muovendo il bersaglio davanti al fascio utilizzando il *software* di acquisizione e scansione monorivelatore utilizzato anche sul primo scanner XRF [24]. Questi primi test hanno dimostrato la necessità di un sistema di acquisizione multirivelatore che gestisse la scansione del bersaglio davanti al fascio per misure di interesse dei Beni Culturali. Per la descrizione dell'*imaging* composizionale su grandi aree si rimanda al Capitolo 5.

³Le finestre polimeriche andavano sostituite dopo circa tre settimane di lavoro poichè si foravano.

Capitolo 3

Lo scanner *XRF* sviluppato al *LABEC*

3.1 Lo scanner *XRF* sviluppato al *LABEC*

Come già accennato, la fluorescenza a raggi X (*X-Ray Fluorescence* - *XRF*) è una tecnica volta allo studio della composizione elementale di un dato campione. È molto utile nel campo dei Beni Culturali poichè fornisce importanti informazioni sull'opera d'arte, come l'identificazione dei pigmenti e lo stato di conservazione [9]. Ad oggi esistono in commercio molti tipi di *XRF* portatili, che generalmente, però, non hanno grandi prestazioni.

Per diminuire l'ingombro dello strumento sono utilizzati tubi a raggi X di piccole dimensioni e bassa potenza, anche per esigenze di radioprotezione, e rivelatori che sfruttano un raffreddamento termoelettrico.

Già da diversi anni, il laboratorio *LABEC* ha sviluppato, in proprio, uno scanner portatile (Figura 3.1) per poter effettuare delle misure di *XRF in situ*, che permette di svolgere analisi composizionali, non invasive e non distruttive di un range piuttosto ampio di elementi in tempi brevi [14] [9] [15] [12] [25].

In particolare, questo strumento è caratterizzato da una buona sensibilità anche per gli elementi a basso Z , minore rispetto ad alcune tecniche IBA, come ad esempio la *PIXE*, ma molto maggiore rispetto agli strumenti che si trovano normalmente in commercio [25].

Il principale limite della tecnica *XRF*, variabile a seconda della strumentazione, è una bassa efficienza per la rivelazione degli elementi a basso Z causata dal forte assorbimento degli X caratteristici di bassa energia, ma anche di quelli della radiazione primaria che arriva sul bersaglio: infatti, a causa dell'andamento della sezione d'urto di effetto fotoelettrico in funzione dell'energia della radiazione incidente, il fatto di avere una componente di radiazione primaria a bassa ener-

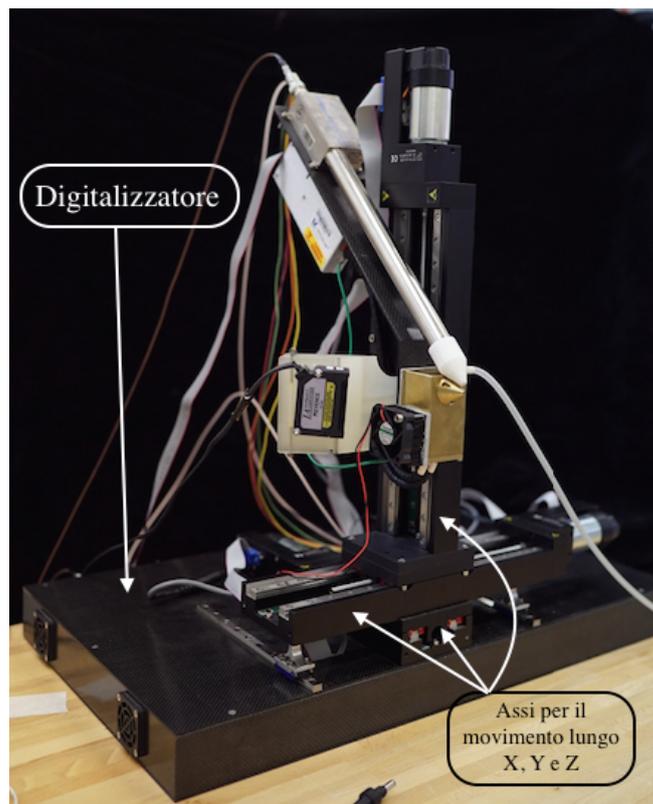


Figura 3.1: *Scanner XRF* visto nella sua totalità.

gia fortemente attenuata penalizza pesantemente l'eccitazione e di conseguenza anche la rivelazione degli elementi leggeri.

Perciò, di solito, con strumentazione XRF portatile *standard*, è difficile la rivelazione di elementi con Z inferiore a 16 (zolfo) e, in realtà, si ha una buona resa solo con $Z > 20$ (calcio). Per aumentare l'efficienza rispetto agli elementi leggeri, alcuni spettrometri sono dotati di un flusso di He davanti alla finestra del rivelatore, in modo da facilitare la trasmissione di raggi X di bassa energia emessi dal campione. Nel caso dello spettrometro del LABEC, anche il percorso in aria tra la finestra di uscita del tubo X ed il campione è saturato di elio, con conseguente miglioramento dell'efficienza a Z bassi perché, oltre a ridurre l'assorbimento degli X di bassa energia provenienti dal campione, si aumenta fortemente la trasmissione della componente a bassa energia dello spettro del tubo, che è quella più efficiente per l'eccitazione fotoelettrica degli elementi a basso Z .

La testa di misura, mostrata in Figura 3.2, è composta da un tubo a raggi X, da un rivelatore SDD, un tubo per il flussaggio dell'He, un telemetro per monitorare costantemente la distanza dal campione ed una piccola ventola per il raffreddamento del tubo a raggi X.

Il tubo a raggi X, il cui funzionamento è stato descritto nella Sezione 1.2.2 del

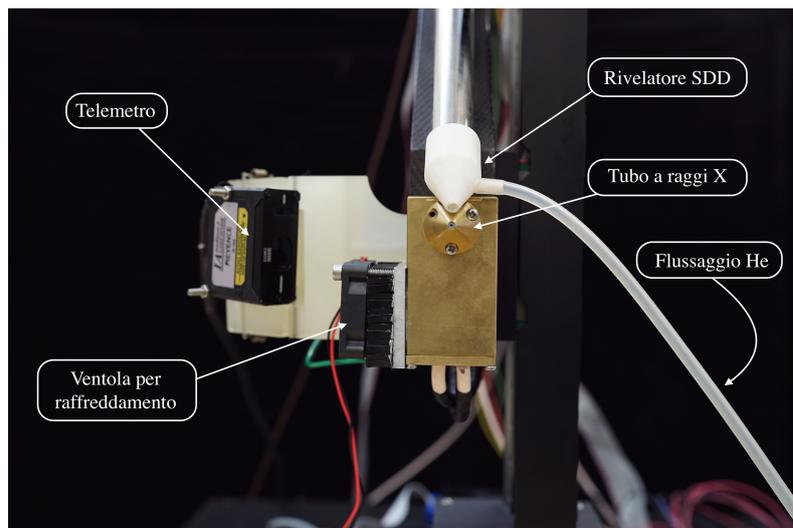


Figura 3.2: Testa di misura dello scanner XRF.

Capitolo 1, è un *Moxtek Inc.* (Orem, UT, USA) - 40 kV *MAGNUM Reflection Source*, le cui specifiche tecniche, fornite dalla ditta produttrice, sono riportate di seguito [26].

Catodo	Filamento di tungsteno (W)
Anodo	Molibdeno (Mo)
Condizioni di lavoro	da -10 fino a 50 °C
Peso	450 g
Differenza di potenziale	da 4 a 40 kV
Corrente di fascio	da 0 a 0.10 mA
Focal Spot Size	~ 300 μm
Finestra d'uscita	Berillio (Be) con spessore di 127 μm

Dove il parametro *Focal Spot Size* rappresenta la dimensione dello *spot* del fascio di elettroni, termoemessi dal catodo, sulla superficie dell'anodo. La forma e la dimensione del fascio incidente sono definite da dei collimatori: per ogni tubo ci sono due collimatori prodotti dall'officina del LABEC, nel nostro caso uno da 800 μm e uno da 400 μm .

Dal momento che la radiazione primaria è emessa in tutte le direzioni, per motivi di radioprotezione del personale che lavora con lo scanner, il tubo a raggi X deve essere schermato. Quello installato sullo scanner presente al LABEC è inserito in un *case* di ottone spesso circa 5 mm appositamente costruito in modo tale che la radiazione possa uscire soltanto dalla finestrella di Be, mentre il resto verrà assorbito dall'ottone.

Il raffreddamento avviene per mezzo di un dissipatore al quale è avvitata una ventola. A sua volta, il dissipatore è avvitato al rivestimento in ottone ed inoltre gli è stata applicata una particolare sostanza termoconduttiva per facilitare la dispersione di calore.

Il rivelatore collocato sulla testa di misura è un *Silicon Drift Detector* (*SDD*) il cui funzionamento verrà descritto in seguito. L'ottima risoluzione energetica degli SDD, l'ingombro ridotto e la capacità di sostenere ritmi di conteggio elevati, li hanno resi negli ultimi anni la scelta di elezione per spettrometri XRF compatti.

Per limitare i problemi dovuti al rumore elettronico è necessario raffreddare i rivelatori. Quello montato sullo *scanner* XRF è raffreddato per mezzo di una *cella di Peltier*. Questa è fondamentalmente una pompa di calore a stato solido dall'aspetto di una piastrina sottile formata da semiconduttori drogati di tipo N e di tipo P, collegati tra loro da un materiale conduttore.

Come già detto in precedenza, per ottimizzare la produzione e la rivelazione degli X di basse energie, lo strumento è dotato di un sistema di flussaggio continuo di elio. Il gas viene flussato sia davanti alla finestra di uscita del tubo, sia davanti all'ingresso del rivelatore, per permettere anche ai raggi X di bassa energie emessi dal campione di raggiungere il detector con bassa probabilità di essere assorbiti nel tragitto.

Per produrre raggi X caratteristici di elementi leggeri, è importante irraggiare il campione con un fascio primario la cui componente di bassa energia sia la più intensa possibile. La massimizzazione sia della produzione degli X di bassa energia che della loro trasmissione al rivelatore, realizzate attraverso il doppio flussaggio di elio, è particolarmente utile in uno spettrometro XRF per non penalizzare ulteriormente la sensibilità alla componente a basso Z del campione, già intrinsecamente bassa nella XRF per il fatto che l'andamento della sezione d'urto dell'effetto fotoelettrico va come Z^{4+5} .

Le analisi XRF vengono fatte su campioni che non sempre presentano superfici piane e regolari. Le variazioni nella distanza tra testa di misura e campione possono dar luogo a diversi inconvenienti:

- cambiamento, sul campione, delle dimensioni dello *spot* della radiazione primaria
- mancata messa a fuoco sul campione, intendendo come fuoco del sistema il punto di intersezione della direzione di propagazione del fascio primario con la direzione di rivelazione
- cambiamento dell'angolo solido

Quindi, se cambia la geometria non è più possibile comparare gli spettri ottenuti scansionando aree diverse del campione poiché si può avere la stessa composizione per spettri diversi. Dal momento che nell'ambito dei Beni Culturali è molto facile trovare campioni che presentano superfici irregolari, per evitare i problemi appena descritti lo *scanner* presente al LABEC è dotato di un sistema di posizionamento dinamico basato su un telemetro laser direttamente connesso all'asse motorizzato relativo al movimento lungo la direzione Z.

Questo strumento è in grado di misurare tale distanza in tempo reale e, all'occorrenza, di avvicinare o allontanare la testa di misura (o il campione nel caso della PIXE). Il tutto è svolto grazie all'aiuto di una scheda elettronica *Arduino*. Questa riceve il segnale proveniente dal telemetro, lo digitalizza e lo invia al computer, al quale è collegato tramite USB, che effettua le correzioni e le comunica quindi ai motori i quali si sposteranno di conseguenza. Affinchè tutto funzioni correttamente, infatti, lo *spot* del laser e lo *spot* del fascio primario di radiazione devono convergere nello stesso punto del campione.

Gli assi di traslazione motorizzati utilizzati per il movimento della testa di misura nell'XRF (e per il movimento del campione sulla linea di microfascio), visibili in Figura 3.3, sono dei sistemi caratterizzati da movimenti ad alta precisione, semplicità d'uso e dimensioni ridotte, che consentono quindi una buona maneggevolezza e trasportabilità.



Figura 3.3: A sinistra è possibile vedere gli assi motorizzati che muovono il campione o la testa di misura lungo le direzioni X e Y, mentre a destra è visibile uno dei controller Mercury C-863.

In particolare, si sono utilizzati motori del tipo $M413.nPD$ e $M413.nDG$ (ri-

spettivamente per lo spostamento lungo X e lungo Y) prodotti dalla ditta tedesca *Physik Instrumente (PI) GmbH & Co. KG*, che si muovono su binari lineari ad elevata precisione con un passo minimo di $0.2 \mu\text{m}$, una corsa massima lungo x e lungo y di 20 cm ed una corsa massima di 5 cm lungo la direzione z .

Questi motori sono utilizzati, ovviamente, assieme a dei dispositivi di controllo, chiamati *C-863 Mercury Servo Controllers* (Figura 3.3), collegati al computer attraverso connessioni seriali.

Infine, per ottemperare alle regole imposte dalle norme di radioprotezione, è stato realizzato un sistema di sicurezza che si basa su un gruppo di quattro barre sulle quali sono installati emettitori e fotocellule che coprono la zona di accesso al punto di misura. Qualora, entrando in quest'area, ci si avvicini alla zona di irraggiamento, si interrompe l'alimentazione dei tubi. La zona di misura viene comunque sempre delimitata da barriere fisiche che impediscono l'accesso alle persone non addette allo strumento.

Nei paragrafi successivi verranno descritti un po' più nel dettaglio due componenti *hardware* fondamentali: il digitalizzatore ed i rivelatori SDD.

3.2 Digitalizzatore DT5780M

Il principio di funzionamento di un digitalizzatore d'onda è lo stesso dell'oscilloscopio digitale: quando si genera un segnale di *trigger*, un certo numero di campioni viene salvato in memoria (*buffer*). Una schematizzazione di tale processo è visibile in Figura 3.4.

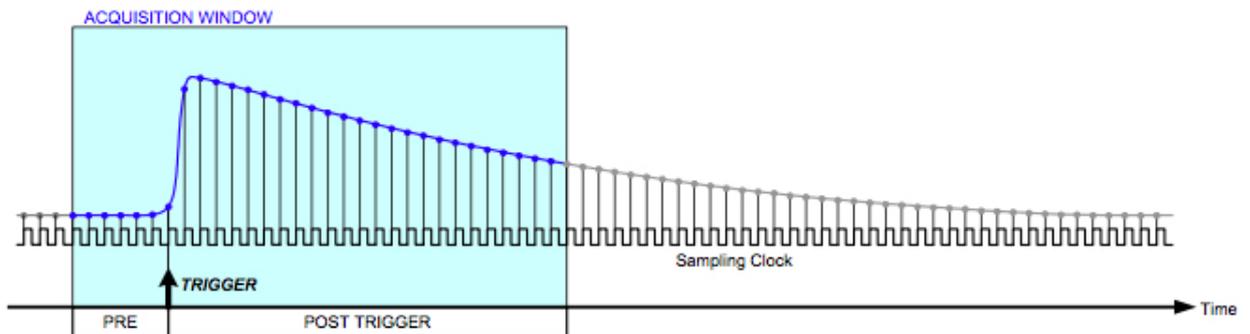


Figura 3.4: Rappresentazione della digitalizzazione del segnale e della finestra di acquisizione definita dal *trigger*.

Il digitalizzatore DT5780M della ditta *CAEN s.p.a.*¹ (visibile in Figura 3.5),

¹È una ditta con sede a Viareggio (LU) fondata nel 1979 da un gruppo di ingegneri dell'INFN. Gioca un ruolo importante nel mercato delle apparecchiature elettroniche per gli esperimenti di Fisica Nucleare e non solo. I prodotti della *CAEN* sono presenti in numerosi ed importanti laboratori di tutto il mondo.

unisce tutti i componenti principali in un unico elemento chiamato *Field Programmable Gate Array (FPGA)* [27].



Figura 3.5: Il digitalizzatore DT5780 della ditta CAEN. A sinistra si vede la parte frontale e a destra il retro dello strumento.

Il vantaggio delle tecniche basate sulla *FPGA* (Figura 3.6) sta nel fatto che l'utente può cambiare i parametri di *readout* in base alle caratteristiche del rivelatore e misurare quindi diversi tipi di radiazione con rivelatori differenti utilizzando però lo stesso *hardware*.

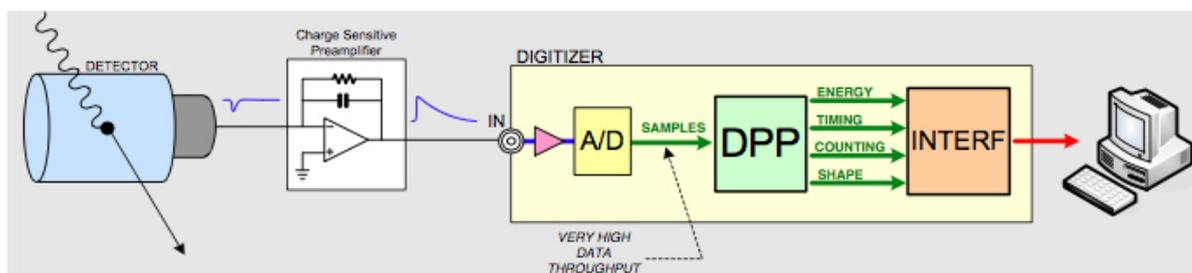


Figura 3.6: Diagramma a blocchi di un digitalizzatore basato sulla tecnologia *FPGA*.

Il massimo numero di *bins* (o canali) a disposizione è dato dalla risoluzione dell'ADC. Ad esempio, una risoluzione di 14 bit permette la generazione di uno spettro con 16384 canali.

L'algoritmo implementato nella *FPGA* si basa sul *filtro trapezoidale di Jordanov* [28] [29] [30] ed è chiamato *Digital Pulse Processing for Pulse Height Analysis (DPP-PHA)*. Questo è un filtro in grado di trasformare il tipico segnale con decadimento esponenziale, generato da un preamplificatore sensibile alla carica, in un trapezoide la cui altezza è proporzionale all'ampiezza dell'impulso in *input* (il quale a sua volta è proporzionale all'energia rilasciata dalla particella nel rivelatore). In pratica, il trapezoide ha lo stesso ruolo dello *Shaping Amplifier* nella catena analogica tradizionale.

Di seguito verranno brevemente descritte alcune componenti integrate all'interno della *FPGA* e schematizzate in Figura 3.7.

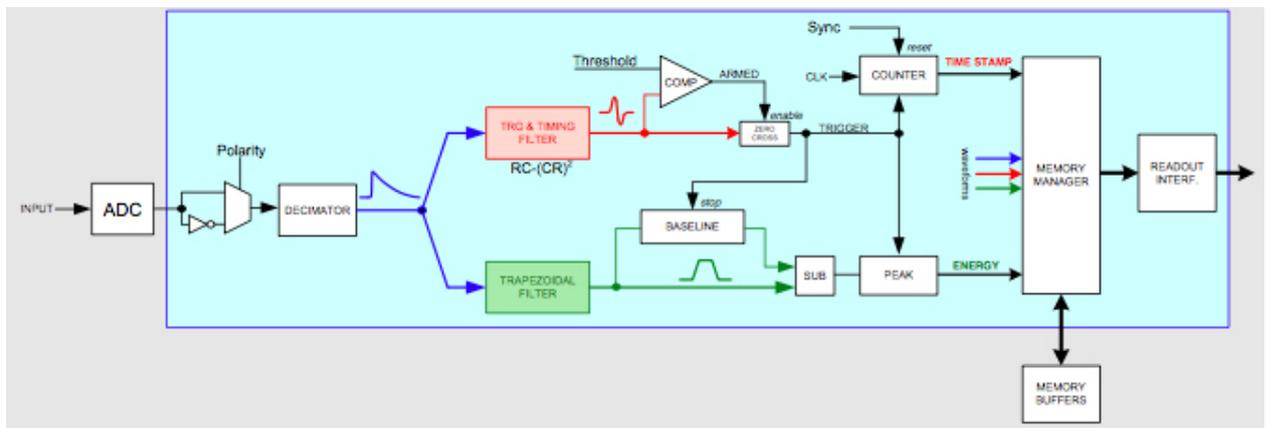


Figura 3.7: Diagramma a blocchi della catena di processo programmata all'interno della *FPGA*.

- **Decimator**: è un filtro che può essere utilizzato nel caso in cui il segnale sia particolarmente debole. L'effetto è quello di scalare la frequenza di campionamento di un fattore 2, 4 oppure 8. Potrebbe anche dare dei benefici in termini di riduzione del rumore, poichè genera un nuovo campione effettuando una media tra un certo numero di campioni.
- **Timing and Trigger Filter (TTF)**: dopo il *decimator* si trova un filtro di *timing* e *triggering*. Questo consiste in un filtro del tipo $RC-CR^2$ che permette la derivazione del segnale come mostrato in Figura 3.8.

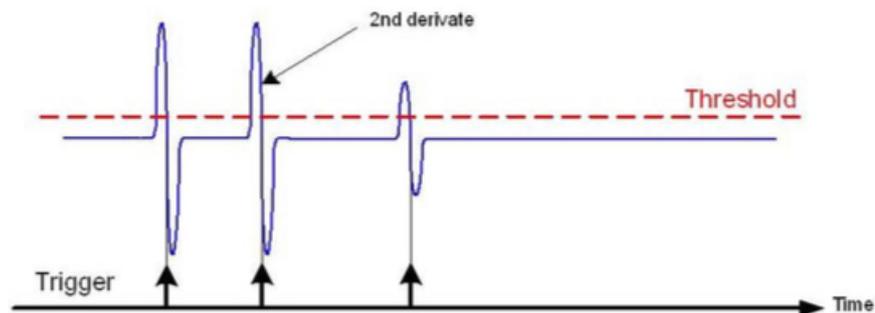


Figura 3.8: In questa figura si vede l'effetto del filtro $RC-CR^2$ sul segnale in *input*.

Il principio di funzionamento è relativamente semplice. Si stabilisce una soglia (*threshold*) e si considerano soltanto quei segnali che la oltrepassano; il *trigger* scatta nel momento in cui il segnale attraversa la *baseline* (detto *zero-crossing*). A questo punto si va a calcolare l'intervallo temporale che intercorre tra due *trigger* che corrispondono agli *zero-crossing* di due segnali consecutivi.

- **Filtro Trapezoidale (o Filtro Energetico):** come già accennato, questo filtro trasforma il segnale esponenziale in uscita dal preamplificatore sensibile alla carica in un segnale a forma trapezoidale la cui ampiezza è proporzionale all'energia rilasciata dalla particella nel rivelatore. Dal momento che l'energia viene valutata in corrispondenza della regione piatta del trapezoide, è opportuno verificare che tale regione sia effettivamente piatta. In caso contrario vanno apportate le dovute correzioni.

Va sottolineato anche che è necessario fare un giusto compromesso tra l'esigenza di ottimizzare la risoluzione energetica, che richiederebbe di estendere il tempo totale di formazione (dato dalla somma di *rise time*, *flat top* e *decay time*) e la capacità di sostenere alti ritmi di conteggio limitando gli effetti di *pile-up*, che invece richiede la minimizzare del tempo di formazione.

La schematizzazione di tutto il processo, dal segnale di input al calcolo dei massimi dei trapezoidi, è riportata in Figura 3.9.

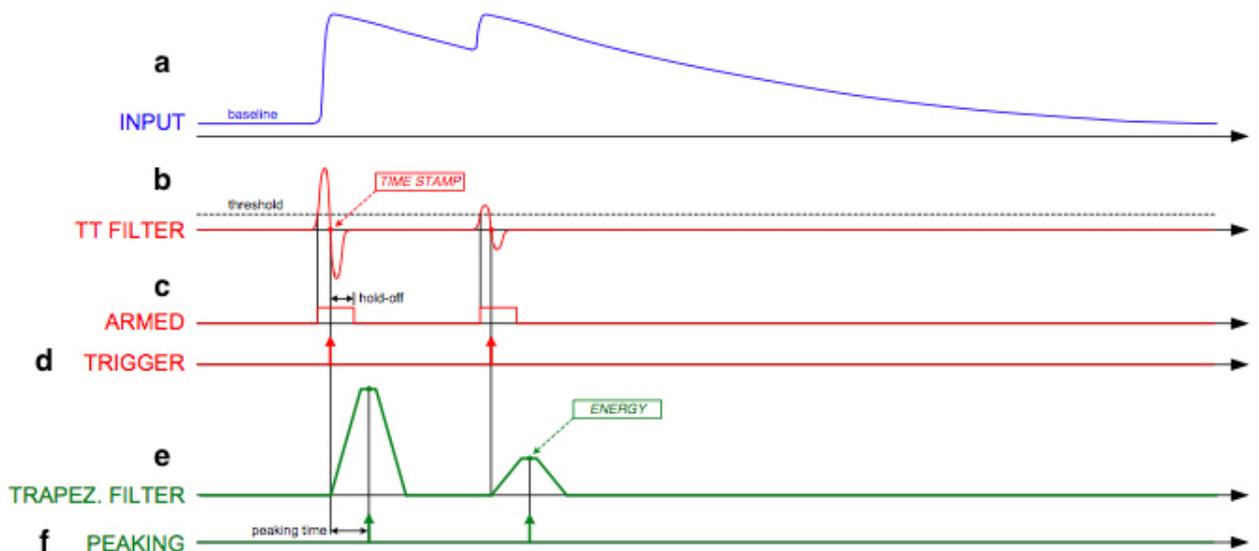


Figura 3.9: In questa figura, in modo semplificato, sono rappresentati: in blu gli impulsi in uscita dal preamplificatore, in rosso i segnali in uscita dal TTF ed in verde quelli in uscita dal filtro trapezoidale.

Il segnale di *input* (a) viene derivato attraverso il TTF che opera attraverso un filtro $RC-CR^2$ e si trasforma come mostrato in figura (b). Qui, ogni volta che il segnale oltrepassa la *threshold*, il *trigger* viene “armato” (c) per poi essere “rilasciato” (d) quando il segnale oltrepassa il punto di *zero-crossing*. A questo punto viene effettuato il filtro trapezoidale (e) e vengono calcolate le ampiezze (f) che corrispondono ai picchi dei segnali iniziali.

- **Baseline Restoration:** l'ampiezza del trapezoido corrisponde all'altezza del *flat top*. Si effettua un continuo campionamento della *baseline* che viene interrotto quando inizia la rampa di salita del trapezoido. A questo punto si fa una media dei valori di campionamento così da eliminare le fluttuazioni. Lo stesso procedimento si applica al *flat top*: si campiona e si fa una media. La differenza tra le due medie così ottenute fornisce una stima dell'ampiezza del trapezoido. Terminata questa operazione, dopo la rampa di discesa, ricomincia il campionamento continuo della *baseline* fino alla successiva rampa di salita di un altro trapezoido (che ovviamente corrisponde ad un altro segnale). Un'altra opzione è quella di effettuare il campionamento della *baseline* una sola volta, all'inizio, per poi mantenerla "congelata" per tutto il processo (lo si fa impostando un valore di *Baseline Hold-off* utile nei casi di campionamento ad alta frequenza). Questo lo si può fare se si assume che la *baseline* rimanga costante e non subisca variazioni.
- **Rimozione del *pile-up*:** se due impulsi consecutivi sono separati da un intervallo di tempo inferiore a quello di formazione del trapezoido, allora i relativi trapezoidi si sovrappongono. Tale sovrapposizione può avvenire in tre modi, rappresentati in Figura 3.10:

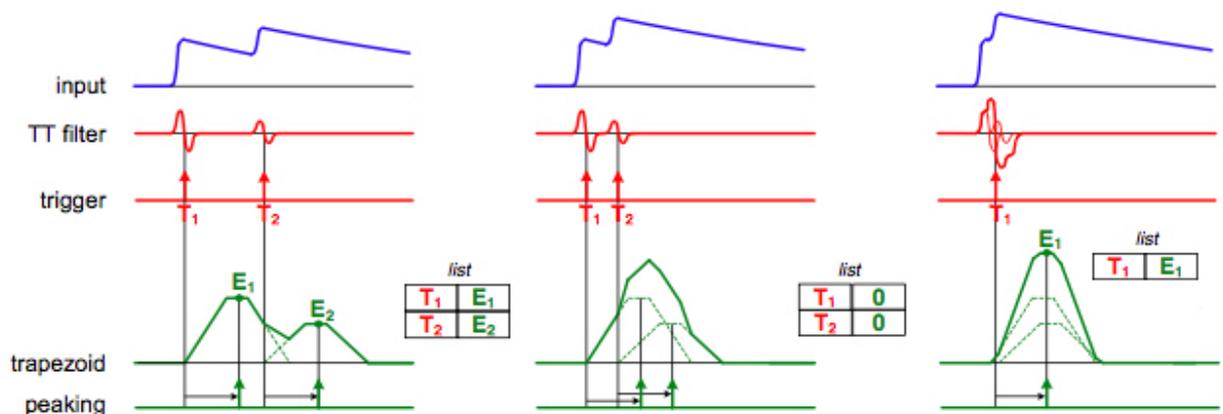


Figura 3.10: Effetto della sovrapposizione dei trapezoidi nei tre diversi casi.

- La "rampa di salita" del secondo trapezoido si sovrappone alla rampa di discesa del primo trapezoido: in questo caso l'ampiezza di entrambi non è affetta dal fenomeno di *pile-up* e le energie possono essere calcolate.
- Il secondo trapezoido inizia in corrispondenza della rampa di salita o del *flat top* del primo trapezoido. In questo secondo caso i due eventi vengono riconosciuti separatamente ma si perdono le informazioni sulle ampiezze e le energie, che vengono poste a 0.

- I due impulsi sono troppo vicini per essere distinti e vengono trattati come un unico impulso. L'algoritmo ritorna un unico trapezoide ed un unico valore di energia che corrisponde, circa, alla somma delle due energie. L'utilizzo del *Rise Time Discriminator* può aumentare la probabilità di individuare ed eliminare questi impulsi sovrapposti ed il relativo segnale di *pile-up*.

3.3 Rivelatori di raggi X

I progressi ottenuti negli ultimi anni nella spettroscopia a raggi X sono dovuti in gran parte al notevole sviluppo che hanno avuto i rivelatori a semiconduttore, in grado di convertire i fotoni X in segnali di carica acquisibili per via elettronica.

Tra i più importanti, in termini di risoluzione e tempo di risposta, sono senza dubbio i rivelatori a deriva di silicio, il cui concetto venne introdotto da E. Gatti e P. Rehak nel 1983 [31].

In questo paragrafo verranno descritte le caratteristiche generali dei rivelatori di raggi X [32] [33] [9] [15] utilizzati per questo lavoro di tesi, che sono stati tre, tutti del tipo *SDD*: due di questi sono stati prodotti dalla ditta *Amptek* (Bedford, USA) mentre il terzo è stato prodotto dalla ditta *Ketek GmbH* (Monaco di Baviera, Germania) [12] [9] [15] [34] [35] [36] [37].

3.3.1 Caratteristiche generali

Un fotone di energia $h\nu$, entrando nel cristallo di silicio, darà luogo a processi di assorbimento fotoelettrico, scattering Compton e produzione di coppie elevando elettroni dalla banda di valenza a quella di conduzione e lasciando al loro posto delle lacune in banda di valenza. Si generano pertanto coppie elettrone-lacuna che verranno drenate dal campo elettrico e raccolte dagli elettrodi.

Verranno brevemente descritti due parametri molto importanti per la caratterizzazione di un rivelatore: la *risoluzione energetica* e l'*efficienza*. La risoluzione energetica di un rivelatore è la capacità di distinguere due righe spettrali di energie molto simili.

Viene generalmente indicata in termini di *larghezza a metà altezza* (*FWHM* - *Full Width at Half Maximum*) di un picco caratteristico ed è una funzione dell'energia E depositata nel rivelatore secondo il rapporto

$$R = \frac{FWHM}{E} = \frac{\Delta E}{E}$$

da qui si vede che la risoluzione migliora con l'aumento dell'energia. La $FWHM$ è così esprimibile:

$$FWHM = \sqrt{\Delta E_{detector}^2 + \Delta E_{ElectronicNoise}^2}$$

Il termine $\Delta E_{detector}$ è legato alla fluttuazione statistica (*Poissoniana*) del numero di coppie elettrone-lacuna prodotte a seguito della ionizzazione. Sia n il numero medio di coppie elettrone-lacune prodotte. La deviazione standard, data dalla statistica di Poisson, è

$$\sigma = \sqrt{n} = \sqrt{\frac{E}{\varepsilon}}$$

dove E è l'energia del fotone mentre ε è l'energia media richiesta per la produzione di una singola coppia elettrone-lacuna, che nel caso del silicio vale 3.6 eV . A dire il vero, l'interazione di un fotone con il rivelatore non è un processo strettamente poissoniano poichè i singoli eventi non sono completamente indipendenti l'uno dall'altro e dunque si deve applicare una correzione alla statistica di Poisson data dal *fattore di Fano*. Si ha così

$$\sigma = \sqrt{Fn} = \sqrt{\frac{FE}{\varepsilon}}$$

in particolare, per il silicio $F = 0.115$. Dunque il contributo statistico alla $FWHM$ è dato da

$$\Delta E_{detector} = 2.35 \cdot \sqrt{\frac{FE}{\varepsilon}}$$

dove 2.35 è il rapporto tra la $FWHM$ e σ (nel caso di un picco gaussiano). Il secondo termine, $\Delta E_{Elect.Noise}$, è dovuto, come dice il nome, al rumore elettronico ed è legato a numerosi fattori collegati alla trattazione del segnale effettuata nella catena elettronica. $\Delta E_{detector}$ è trascurabile a basse energie dei fotoni (fino a $2 - 3 \text{ keV}$) mentre diventa sempre più importante alle alte energie, fino ad essere dominante rispetto a quello elettronico a partire da energie dell'ordine delle decine di keV .

Quando la radiazione interagisce con il rivelatore si genera un impulso elettrico che viene analizzato dall'elettronica. Tuttavia non tutta la radiazione incidente sul rivelatore interagisce con il volume attivo oppure non tutti i segnali elettrici sono "riconosciuti" dall'elettronica. E' quindi utile mettere in relazione il numero di fotoni contati con il numero di fotoni che incidono sul rivelatore o che sono emessi dalla sorgente: questo è il significato dell'efficienza di rivelazione.

L'*efficienza intrinseca* (E_{intr}) è il rapporto tra il numero di fotoni rivelati e

quelli effettivamente incidenti sul rivelatore. Tale efficienza dipende dalle proprietà del rivelatore (materiale, spessore, finestra d'ingresso) e dall'energia della radiazione rivelata.

L'*efficienza assoluta* (E_{ass}) è definita come il rapporto tra il numero di fotoni rivelati in un determinato tempo ed il numero di fotoni emessi dalla sorgente in tutto l'angolo solido nel medesimo tempo. Questo parametro dipende, oltre che dall'efficienza intrinseca del rivelatore, anche dalla geometria di misura, in particolare dall'angolo solido coperto dal rivelatore e da eventuali assorbimenti della radiazione tra il punto di emissione e la finestra d'ingresso del rivelatore.

Nel caso di un'emissione isotropa della radiazione, tra i due tipi di efficienza intercorre la seguente relazione:

$$E_{ass} = \alpha \frac{\Omega}{4\pi} E_{intr}$$

dove Ω è l'angolo solido coperto dal rivelatore e visto dalla posizione della sorgente, mentre α è la frazione di fotoni trasmessa attraverso il materiale frapposto tra il punto di emissione e la finestra d'ingresso del rivelatore.

3.3.2 *Silicon Drift energy dispersive X-ray Detectors (SDD)*

L'SDD è costruito su un wafer di silicio drogato di tipo n ad alta resistività, totalmente svuotato attraverso giunzioni p^+ integrate nella superficie (come mostrato in Figura 3.11).

La corretta disposizione di questi elettrodi contigui fa sì che si venga a formare un campo elettrico di deriva (Figura 3.12) parallelo alla superficie del rivelatore stesso, in grado di convogliare gli elettroni formati al passaggio della radiazione ionizzante verso l'anodo di raccolta.

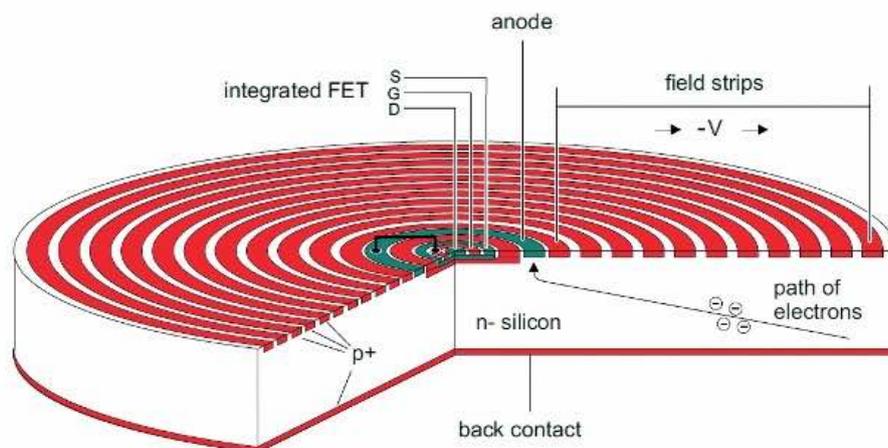


Figura 3.11: Rappresentazione del rivelatore a deriva di silicio.

Questa particolare struttura consente di ridurre la superficie dell'anodo di raccolta, permettendo non solo di abbassare la sua capacità (direttamente correlata al rumore), ma anche di renderla indipendente dall'area attiva dell'SDD, due elementi che insieme consentono di raggiungere risoluzioni energetiche molto alte in un tempo di misura molto breve ($250\text{ ns} - 1\ \mu\text{s}$).

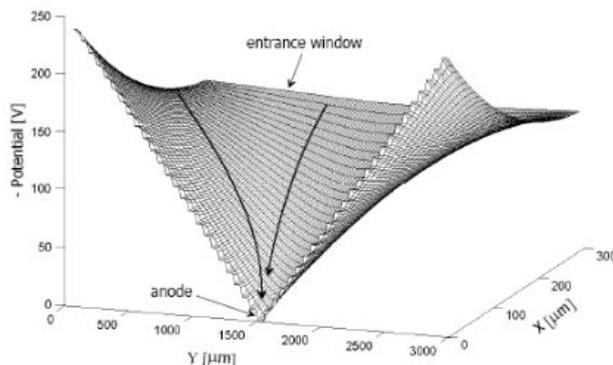


Figura 3.12: Andamento dell'energia potenziale degli elettroni all'interno del rivelatore SDD. La coordinata x è nella direzione dello spessore mentre la coordinata y lungo il diametro. Il punto di minimo corrisponde all'anodo.

Ulteriori componenti sono poi integrati nel wafer di silicio stesso, in particolare:

- Partitore di tensione: utilizzato per polarizzare gli anelli p^+ e produrre il campo di deriva. Permette di fornire una differenza di potenziale solo al primo anello (quello vicino all'anodo) e all'ultimo (quello più esterno).
- Giunzione continua non strutturata p^+ : posta sul lato posteriore dell'SDD è molto sottile ($\sim 1.5 \cdot 10^{-2} \mu\text{m}$) e funge da finestra d'entrata per la radiazione fornendo una sensibilità omogenea su tutta l'area del rivelatore.
- *Transistor JFET*: integrato nella regione centrale del rivelatore e isolato dal substrato tramite una profonda impiantazione p^+ polarizzata da un anello di guardia è connesso all'anodo attraverso una striscia di metallo.

È possibile, nel complesso, mantenere il rumore a livelli bassi anche a temperatura ambiente per i rivelatori SDD con superficie di 5mm^2 permettendo di ottenere valori accettabili per la risoluzione energetica. In conseguenza, i valori di risoluzione tipici dei rivelatori tradizionali (raffreddati con azoto liquido) si raggiungono con un SDD a temperature meno basse (tra i -10°C e i -20°C), ottenibili con un semplice raffreddamento termoelettrico.

Il principio di funzionamento si basa sulla misura del tempo necessario agli elettroni prodotti dalla radiazione ionizzante per muoversi, sotto l'effetto di un

campo elettrico applicato lungo la direzione parallela alla superficie del wafer di silicio, dal punto in cui sono generati fino agli anodi di raccolta della carica, i quali hanno una capacitanza² molto bassa in modo tale da ridurre il rumore.

Quando il *chip* del rivelatore viene polarizzato ed esposto ai raggi X, converte ogni fotone X rivelato in una nuvola elettronica con una carica proporzionale all'energia caratteristica del fotone che l'ha generata. Gli elettroni sono quindi trasportati grazie ad un gradiente di campo applicato tra gli anelli e raccolti dall'anodo. Questo processo è schematizzato in Figura 3.13.

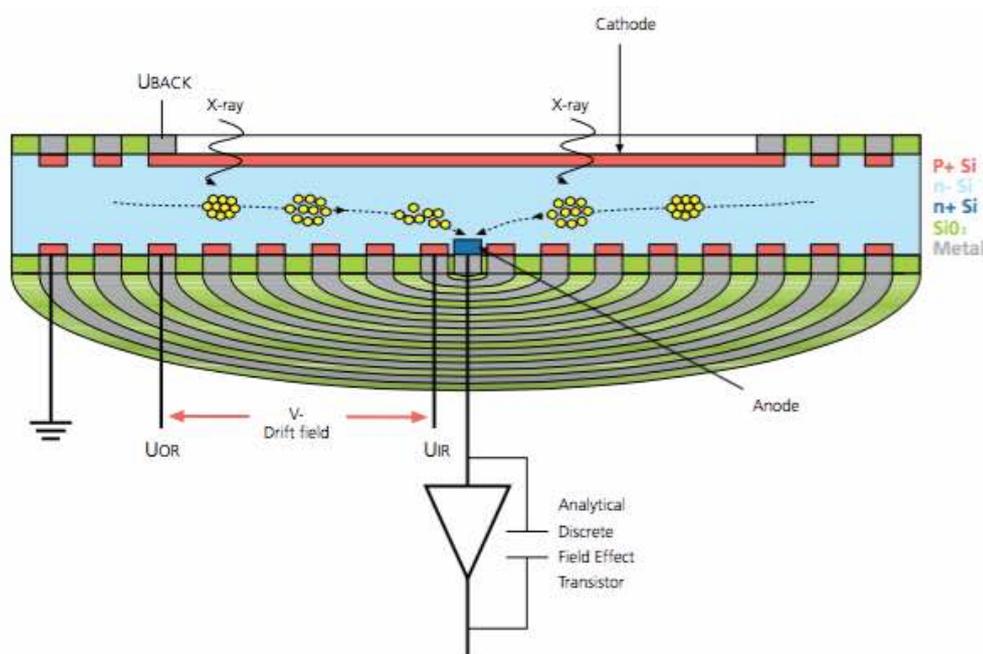


Figura 3.13: Schematizzazione del funzionamento di un rivelatore SDD.

3.3.3 I rivelatori *Amptek XR-100SDD* e *Ketek AXAS-A*

I rivelatori utilizzati per le prove sperimentali di questo lavoro di tesi sono molto simili tra loro. Il primo, l'*XR-100SDD* [38] [39], è un rivelatore a deriva di silicio raffreddato termoelettricamente e dotato di preamplificatore. È montato su un sistema di raffreddamento termoelettrico a due stadi, che mantiene il rivelatore ad una temperatura approssimativa di $-55\text{ }^{\circ}\text{C}$, consentendo così di ridurre il rumore elettronico senza la necessità di dover utilizzare azoto liquido.

Il tutto è tenuto sotto vuoto e l'apertura è sigillata con una sottilissima finestra di Be (spessore variabile da $12.5\text{ }\mu\text{m}$ a $8\text{ }\mu\text{m}$ a seconda del modello di rivelatore). Questo infatti, tra i metalli lavorabili, è quello con il più basso nume-

²La capacitanza è una grandezza fisica scalare che quantifica l'attitudine di un corpo conduttore ad accumulare carica elettrica.

ro atomico e permette dunque il passaggio anche dei raggi X a più bassa energia. Al suo interno, il rivelatore *XR-100SDD* contiene un collimatore a multistrato che minimizza il *background* e gli artefatti spettrali. Tale collimatore è composto da un foglio di *Tantalio* (*Ta*) sopra il quale sono impilati degli strati di *Cromo* (*Cr*), *Titanio* (*Ti*) ed *Alluminio* (*Al*). La purezza di tutti questi materiali è superiore al 99%. Il cristallo dell'*XR-100SDD* è collimato fino alla dimensione di 17 mm^2 .

Il preamplificatore è integrato nella scatola metallica collegata al tubo che contiene il rivelatore.

Nella seguente tabella sono riportate alcune delle specifiche tecniche [38].

Dimensioni del cristallo	25 mm^2
Spessore del silicio	$500 \mu\text{m}$
Risoluzione energetica a 5.9 keV (^{55}Fe)	129 eV FWHM
Spessore finestra di Be	$8 \mu\text{m} (\pm 0 - 5 \mu\text{m})$
Dimensioni [cm]	$7.6 \times 4.4 \times 2.9$
Peso	125 g
Temperatura di lavoro	da $0 \text{ }^\circ\text{C}$ a $50 \text{ }^\circ\text{C}$

Anche il secondo rivelatore (Figura 3.14) utilizzato è del tipo *SDD*. Si tratta di un rivelatore della ditta *Ketek*, modello *AXAS-A* [40] [41], la cui temperatura è mantenuta a $-35 \text{ }^\circ\text{C}$ grazie, anche in questo caso, al raffreddamento termoelettrico.



Figura 3.14: Rivelatore *Ketek AXAS-A*.

Nella seguente tabella sono riportate alcune delle specifiche tecniche [40].

Dimensioni del cristallo	30 mm^2
Spessore del silicio	$450 \mu\text{m}$
Risoluzione energetica $Mn - K_\alpha$	127 eV FWHM
Spessore finestra di Be	$8 \mu\text{m} (\pm 0 - 5 \mu\text{m})$
Dimensioni [cm]	$7.6 \times 4.4 \times 2.9$
Peso	690 g
Temperatura di lavoro	da $0 \text{ }^\circ\text{C}$ a $60 \text{ }^\circ\text{C}$

Anche questo rivelatore è collimato fino alla dimensione di 20 mm^2 grazie ad un collimatore multistrato.

Di seguito è mostrata la curva di efficienza di rivelazione in funzione dell'energia dei fotoni (Figura 3.15) e le curve di trasmissione dei fotoni al variare dello spessore della finestra di berillio (Figura 3.16).

Tali curve si possono considerare comuni ad entrambi i rivelatori in quanto, come si è detto all'inizio e come mostrano le specifiche tecniche, sono sostanzialmente uguali.

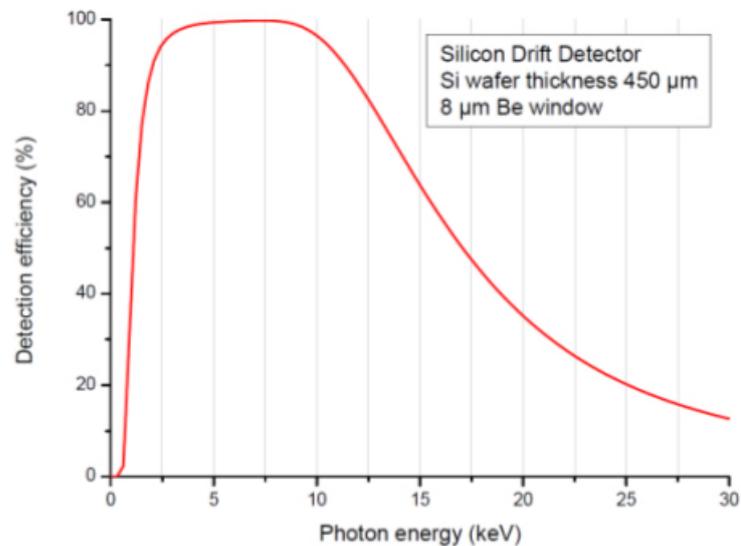


Figura 3.15: Curva di efficienza dei rivelatori.

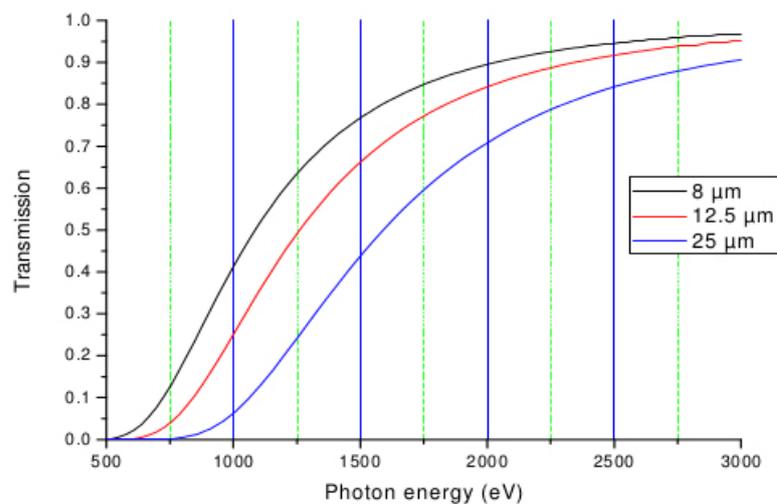


Figura 3.16: Curve di trasmissione di diverse finestre di berillio al variare dell'energia dei fotoni.

Nella prima immagine si nota che l'efficienza intrinseca è inferiore al 100% sia alle basse che alle alte energie. Nel primo caso la diminuzione di efficienza è dovuta all'assorbimento dei raggi X da parte della finestra d'ingresso.

La perdita di efficienza ad energie maggiori è legata ad uno spessore insufficiente del rivelatore, che comporta, con una probabilità che cresce all'aumentare dell'energia del fotone, l'avere interazioni con perdita di energia parziale (ad esempio per *effetto Compton*) o di non avere affatto interazioni all'interno del rivelatore.

Per quanto riguarda le curve di trasmissione, si può osservare che, ovviamente, all'aumentare dello spessore corrisponde una minore trasmissione dei fotoni, soprattutto di quelli a bassa energia.

Capitolo 4

Il *Software*

Da qualche anno a questa parte, in collaborazione con la *New York University* di Abu Dhabi, con la *Universidad Nacional de San Martin* di Buenos Aires e con i laboratori dell'INFN della rete *CHNet*, si sta sviluppando un *software* per il controllo completo delle acquisizioni e delle analisi dati che comprenda tutte le caratteristiche dei *software* sviluppati precedentemente al LABEC, che sia più *user friendly* e che permetta all'utente una più ampia, completa e diretta gestione dell'apparato strumentale.

Lo scopo di questo lavoro di tesi è stato quello di prendere il *software* già esistente per lo scanner XRF monorivelatore (strumento già descritto nel Capitolo 3) e di fare un ulteriore passo in avanti sviluppando un prototipo che preveda la gestione non più soltanto di un rivelatore ma due, per poi passare, in futuro, ad n rivelatori che consentano anche l'uso di diverse tecniche analitiche.

In questo capitolo verranno inizialmente descritte l'interfaccia utente e la finestra di visualizzazione dello spettro in modo tale che il lettore possa avere più confidenza con gli aspetti che verranno descritti successivamente quando si parlerà dello stato del *software* prima dell'inizio di questo lavoro. Quindi si entrerà in dettaglio nelle modifiche che sono state apportate affinché il sistema, da singolo rivelatore, diventasse multirivelatore ed infine si esporrà brevemente il *test* di verifica del funzionamento del *software* eseguito attraverso l'emulatore di segnale *DT5800D*.

4.1 *Software* di acquisizione e scansione del sistema monorivelatore

I linguaggi di programmazione con cui è stato scritto il codice sono il *C* ed il *C++*; per quanto riguarda l'interfaccia grafica (*GUI - Graphical User Interface*)

si è lavorato con *Qt*, una piattaforma *open-source* molto utilizzata nell'ambito della grafica. È stato utilizzato il sistema operativo *open source*, *Linux*.

Il *software* è stato pensato in modo tale da poter garantire un controllo su tutto l'*hardware* dell'apparato strumentale e su tutti i passaggi che caratterizzano l'acquisizione di uno spettro e la creazione di una mappa: dalla scelta dell'area da scansionare alla visualizzazione delle mappe di distribuzione degli elementi nel campione, fino alle varie elaborazioni che si possono effettuare su di esse.

Le mappe create sono mappe interattive dove ogni *pixel* contiene l'informazione data dalle coordinate spaziali del punto e dallo spettro acquisito in quel punto. Ad esempio, cliccando uno qualsiasi dei pixel di una mappa si richiama una funzione che legge i dati memorizzati nel computer relativi a quel pixel e mostra lo spettro corrispondente nell'apposita finestra che verrà descritta in seguito.

In Figura 4.1 è possibile vedere la schematizzazione di una scansione. Si noti il fatto che non si utilizza il "classico" sistema di riferimento, infatti il punto di coordinate ($x = 0 ; y = 0$) si trova nell'angolo in alto a sinistra. Dunque le x aumentano spostandosi da sinistra verso destra mentre le y spostandosi dall'alto verso il basso. La dimensione massima di una mappa può essere di $20 \times 20 \text{ cm}^2$ perchè i motori attualmente in uso hanno questo *range*; cambiando modello di *stage* lineari, la scansione può essere aumentata fino a 60 cm usando i modelli *standard* e anche oltre usando i modelli *custom*.

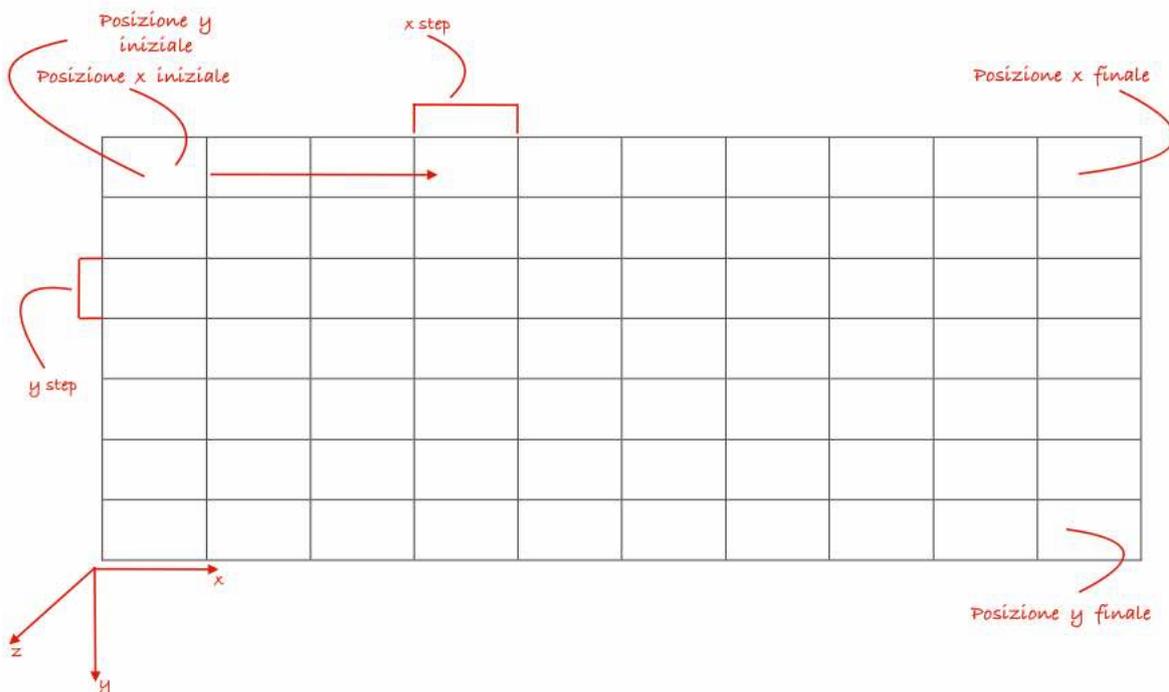


Figura 4.1: Schematizzazione di una scansione in cui sono riportate le varie caratteristiche.

Diversi sono i parametri che l'utente, grazie all'ausilio dell'interfaccia che verrà descritta poco più avanti nella sezione 4.2, deve inserire prima di effettuare un'acquisizione. Prima di tutto vanno definite le dimensioni dell'area da scansionare, quindi la velocità e lo *step* di scansione sia lungo la direzione x che lungo la direzione y : la prima può avere un valore massimo di 50 mm/s , il secondo un valore minimo di $0.25 \mu\text{m}$. Ovviamente, minore è la velocità, maggiore sarà il numero di conteggi in quanto lo spettro sarà acquisito per un tempo più lungo. Inoltre, più piccolo è lo *step* e più piccoli saranno i dettagli del campione che il sistema riuscirà a risolvere.

Il sistema si muove in continuo, ciò significa che solo dopo uno spostamento dello *stage*¹ pari allo *step* impostato, le coordinate associate al *pixel* cambiano di una quantità pari allo *step* stesso.

Questa modalità di acquisizione in continuo è vantaggiosa e più efficiente rispetto all'acquisizione *step by step*, caratterizzata dal fatto che l'acquisizione avviene soltanto nelle fasi in cui il sistema è fermo in una posizione ed è inibita nelle fasi di spostamento. Con l'acquisizione in continuo, si evita infatti il tempo morto che c'è durante lo spostamento tra una posizione e quella successiva. Inoltre, nel caso specifico delle applicazioni ai Beni Culturali una riduzione dei tempi di scansione è fondamentale poichè spesso il tempo messo a disposizione, ad esempio da un museo, per effettuare le misure su un'opera d'arte è molto limitato.

Una parte del *software* è interamente dedicata alla comunicazione con il digitalizzatore e con il *firmware* al suo interno. Questa avviene attraverso le librerie `<CAENDPPLib.h>`, `<CAENDPPLibTypes.h>` e `<CAENDigitizer.h>` scaricabili *online* dal sito della ditta produttrice CAEN.

Il rivelatore *Amptek-100SDD* è collegato al digitalizzatore attraverso un connettore *BNC* mentre il digitalizzatore è collegato al computer tramite un *link ottico*. Il colloquio tra il *software* di controllo e l'*hardware* attraverso il *link ottico* è reso possibile dall'inclusione della funzione `CAENDPP_PCI_OpticalLink`. Se si vuol collegare il rivelatore all'*Amptek PX5* tramite una più lenta connessione *USB*, tale funzione va cambiata con la funzione `CAENDPP_USB`.

Nel codice sono implementate tutte quelle funzioni che permettono di far funzionare e di controllare l'intero processo di acquisizione e di digitalizzazione dei segnali provenienti dal rivelatore. In particolare vengono impostati i parametri caratteristici del rivelatore: *Trigger Threshold*, *Trapezoid Rise Time*, *Trapezoid Flat Top*, *Peaking delay* tanto per citare i più importanti. Tutti questi parametri

¹Con *stage* s'intende tutta la struttura che sorregge il campione (o l'apparato di misura nel caso dell'XRF) e che si muove linearmente lungo le tre direzioni x , y e z grazie all'impianto di motorizzazione descritto alla fine della sezione 3.1.

sono stati precedentemente determinati attraverso il *software DPP-PHA* (*Digital Pulse Processing for the Pulse Height Analysis*), fornito dalla ditta CAEN.

Durante le operazioni preliminari, il rivelatore viene collegato al digitalizzatore e viene lanciato suddetto *software*. Dopo aver stabilito la connessione, si sceglie la modalità di acquisizione che, nel nostro caso, è *Oscilloscope*. Questa opzione, come dice la parola stessa, simula un oscilloscopio². L'obiettivo è quello di determinare i parametri affinché il filtro trapezoidale (le cui caratteristiche sono già state descritte nella sezione 3.2) produca un trapezoide che minimizzi l'influenza del rumore nella valutazione dell'ampiezza dei segnali ed ottimizzi la risoluzione energetica nei limiti del ritmo di conteggio imposto dalla misura. Una volta individuati, tali parametri vengono riportati nel nostro codice.

Mentre il campione (o la testa di misura, nel caso dell'XRF) si muove in modo continuo, l'*ADC* digitalizza i segnali provenienti dal rivelatore (le cui ampiezze si ricorda essere proporzionali alle energie dei raggi X rivelati) ed i dati sono salvati su segmenti dedicati della *shared memory*³. Questi sono organizzati nel modo seguente:

$$\begin{aligned} (x_1; y_1) & E_1^{11}, E_2^{11}, \dots, E_N^{11} \\ (x_2; y_1) & E_1^{21}, E_2^{21}, \dots, E_N^{21} \\ & \dots \\ (x_n; y_m) & E_1^{nm}, E_2^{nm}, \dots, E_N^{nm} \end{aligned}$$

dove x_n è la posizione in x , y_m è la posizione in y e $E_1^{nm}, \dots, E_N^{nm}$ sono le energie degli eventi acquisiti nella posizione $(x_n; y_m)$.

Ogni volta che lo *stage*, spostandosi, arriva in una posizione che è multiplo del valore dello *step* impostato, le posizioni x e y sono scritte nella successiva zona di memoria. Dal momento in cui le coordinate $(x_n; y_m)$ degli eventi sono scritte prima delle energie $E_1^{nm}, \dots, E_N^{nm}$ dei raggi X rivelati e dal momento in cui le energie e le posizioni possono avere lo stesso valore numerico, per poter distinguere le une dalle altre si aggiungono i valori fissi 50000000 alle coordinate x e 60000000 alle coordinate y .

Una volta terminata l'acquisizione, il *software* permette di salvare i dati in un *file* in formato *.txt*, posizionabile in qualsiasi zona del computer, che contiene in sequenza, in un'unica colonna, le posizioni seguite dalle rispettive energie.

A questo punto l'utente può scegliere un qualunque intervallo di energia di suo interesse e chiedere al *software* di mostrare la distribuzione spaziale dei conteggi all'interno di quell'intervallo. Questo, normalmente, viene fatto selezionando

²C'è anche la possibilità di selezionare l'opzione *Histogram*.

³Per maggiori dettagli sul funzionamento della *shared memory* vedere Appendice B.

l'intervallo di energia corrispondente ad un picco caratteristico di un elemento, ad esempio prendendo come riferimento lo spettro di Figura 5.14, per mostrare la mappa di distribuzione spaziale del rame, si seleziona l'intervallo 7.95-8.15 [keV]. Selezionato l'intervallo, si fa costruire la mappa al programma utilizzando la funzione *Reload file for map*.

All'interno della mappa, i colori sono assegnati con una scala *RGB*⁴, che però va soltanto dal nero (corrispondente al *pixel* con il minor numero di conteggi) al rosso (corrispondente al *pixel* con il maggior numero di conteggi) in modo tale da aumentare il contrasto.

Di seguito sono riportate le principali righe di codice che, quando eseguite dal calcolatore, consentono la distribuzione dei colori:

```
double frac;
int current;
double intensity;
double maxintensity; // È il valore del pixel della mappa con il massimo
numero di conteggi.
frac = 0.333333333; // Questo valore serve a dividere maxintensity in
tre intervalli.
intensity = (Integral[current]/maxintensity); // Integral[current] è
il numero di conteggi del pixel al quale si vuole assegnare il colore.

if(Integral[current]<maxintensity*frac)
{
    intensity = intensity*3*255;
    myColor.setRgb(0, int(intensity), 0, 255);
}
else
if(Integral[current]>=maxintensity*frac &&
Integral[current]<maxintensity*(2*frac))
{
    intensity = (intensity-frac)*3*255;
    myColor.setRgb(int(intensity),255, 0, 255);
}
else
if(Integral[current]>=maxintensity*(2*frac))
{
```

⁴Modello di colori di tipo additivo che si basa sui tre colori rosso (*Red*), verde (*Green*) e blu (*Blue*).

```

intensity = (255-(intensity-(2.0*frac))*3*255);
myColor.setRgb(255, int(intensity), 0, 255);
}

```

Il *software* prende i conteggi di ogni *pixel*, li divide per il numero massimo di conteggi con l'operazione `Integral[current]/maxintensity` e il valore ottenuto lo assegna alla variabile `intensity`. A questo punto confronta tale variabile con `frac` o con `(2*frac)` entrando in uno dei tre cicli `if` dove questo valore viene trasformato in un numero che va da 0 a 255 e verrà passato alla funzione `setRgb()` scrivendolo nella posizione relativa al colore rosso (*red*) o verde (*green*) per la determinazione del colore finale del *pixel*. Come accennato, il valore del colore blu (*blue*) è sempre 0 mentre il quarto valore necessario alla funzione `setRgb()` indica la trasparenza e vale sempre 255.

Facciamo un semplice esempio pratico. Supponiamo di analizzare il pixel con il maggior numero di conteggi, dunque si ha che il rapporto `Integral[current]/maxintensity` è uguale a 1 che è maggiore di `2*frac` e quindi si entra all'interno dell'ultimo ciclo `if`. Qui viene eseguito il calcolo `255-(intensity-(2.0*0.3333333333))*3*255` che come risultato dà un numero molto vicino a 0. Questo viene assegnato ad `intensity` e viene passato alla funzione `setRgb()` che lo trasforma nell'intero più vicino, in questo caso 0. Dunque la combinazione di colori rosso, verde e blu sarà `(255, 0, 0, 255)` che corrisponde al massimo valore di rosso che è proprio quello che si assegna al *pixel* con il massimo numero di conteggi.

Confrontando diverse mappe elementali, lo stesso colore può corrispondere a conteggi diversi e colori differenti possono corrispondere a conteggi uguali.

4.2 L'interfaccia utente del *software* preesistente

La GUI è creata in un apposito *file* dove sono scritte tutte le informazioni necessarie alla creazione dei tasti: sono definite la posizione all'interno della finestra, le dimensioni, la tipologia di tasto ed il *font* e la dimensione della scritta che lo identifica. In un *file* a parte sono definite tutte le connessioni tra i tasti e le relative funzioni che devono svolgere.

La finestra principale dell'interfaccia utente è mostrata in Figura 4.2.

In alto c'è una *barra degli strumenti* della quale, nel nostro caso, sono di maggior interesse i tasti *File*, *Show Map*, *Acquisition*, *Spectrum* e *PyMca* (alcune funzioni di questi pulsanti verranno brevemente mostrate più avanti); sulla sinistra c'è un'immagine abbastanza grande che contiene i loghi dei tre enti impegnati nel progetto (*INFN - CHNet*; *NYU Abu Dhabi*; *UNISAM - Univesidad Nacional*

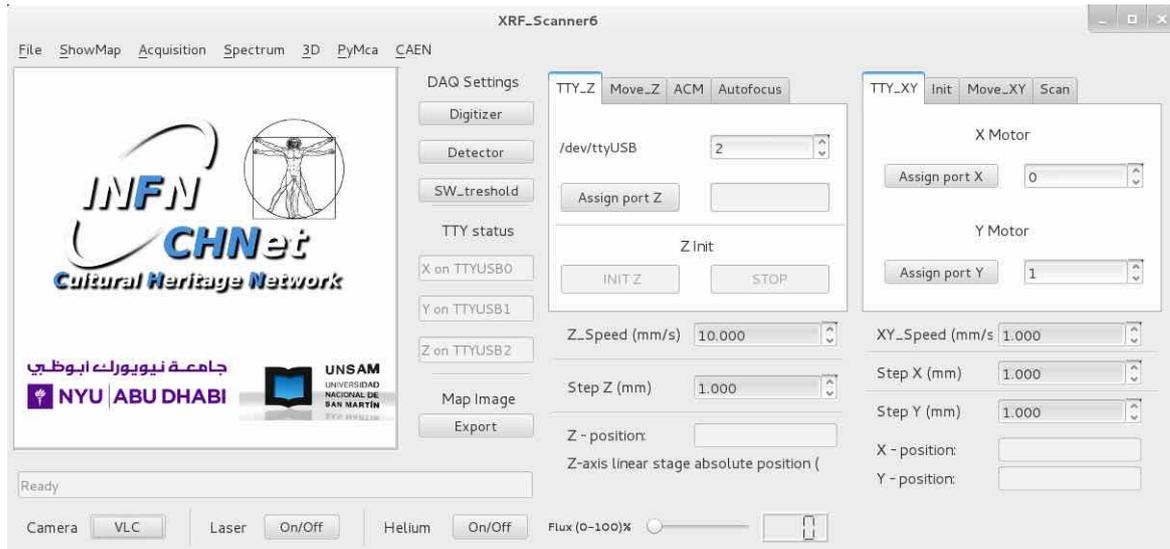


Figura 4.2: Finestra per l'interfaccia utente (GUI).

de San Martin) ed è qui che viene visualizzata la mappa ogni volta che un *file* viene caricato mediante il pulsante *Load File* che compare nel menù a tendina quando si clicca sul tasto *File*. Subito sulla destra c'è una finestra, denominata *DAQ Settings*, in cui sono presenti alcuni pulsanti: *Detector*, che serve ad accendere i rivelatori in modo semplice e veloce; *Digitizer*, che consente di cambiare la configurazione in maniera interattiva dei parametri dell'acquisizione digitale senza dover modificare il codice sorgente; *SW_threshold*, che permette all'utente di impostare una soglia che tagli i segnali di piccola ampiezza, tipicamente dovuti a rumore elettronico, che interferiscono con i segnali provenienti dal campione ed infine *Export*, che consente di salvare la mappa visualizzata come formato *.png*.

Sulla parte centrale e di destra sono presenti i comandi veri e propri che permettono di *settare* i parametri e di gestire tutta la strumentazione. In particolare, sono presenti due finestre: la prima relativa al motore per il movimento lungo z e la seconda per i motori relativi ai movimenti lungo x e y , con menù "a tendina" che permettono di svolgere diverse funzioni. In basso ci sono i pulsanti che permettono di attivare la telecamera per il controllo remoto, di attivare il laser ed il flusso di *He* (è possibile anche decidere, tramite una *scrollbar*, la quantità di *He* che si vuol far fluire). Tutto questo è visibile nelle figure successive.

Quando si vuol eseguire una scansione la prima cosa da fare è assegnare le porte USB ai tre motori che muovono la testa con il tubo a raggi X ed il rivelatore (nel caso dell'XRF) o il campione (nel caso della PIXE) lungo le direzioni x , y e z . Successivamente si inizializzano i tre motori. Quando si inizializzano i motori, questi si posizionano al centro della loro corsa. Entrambe queste operazioni si effettuano tramite il menù mostrato nelle Figure 4.3.

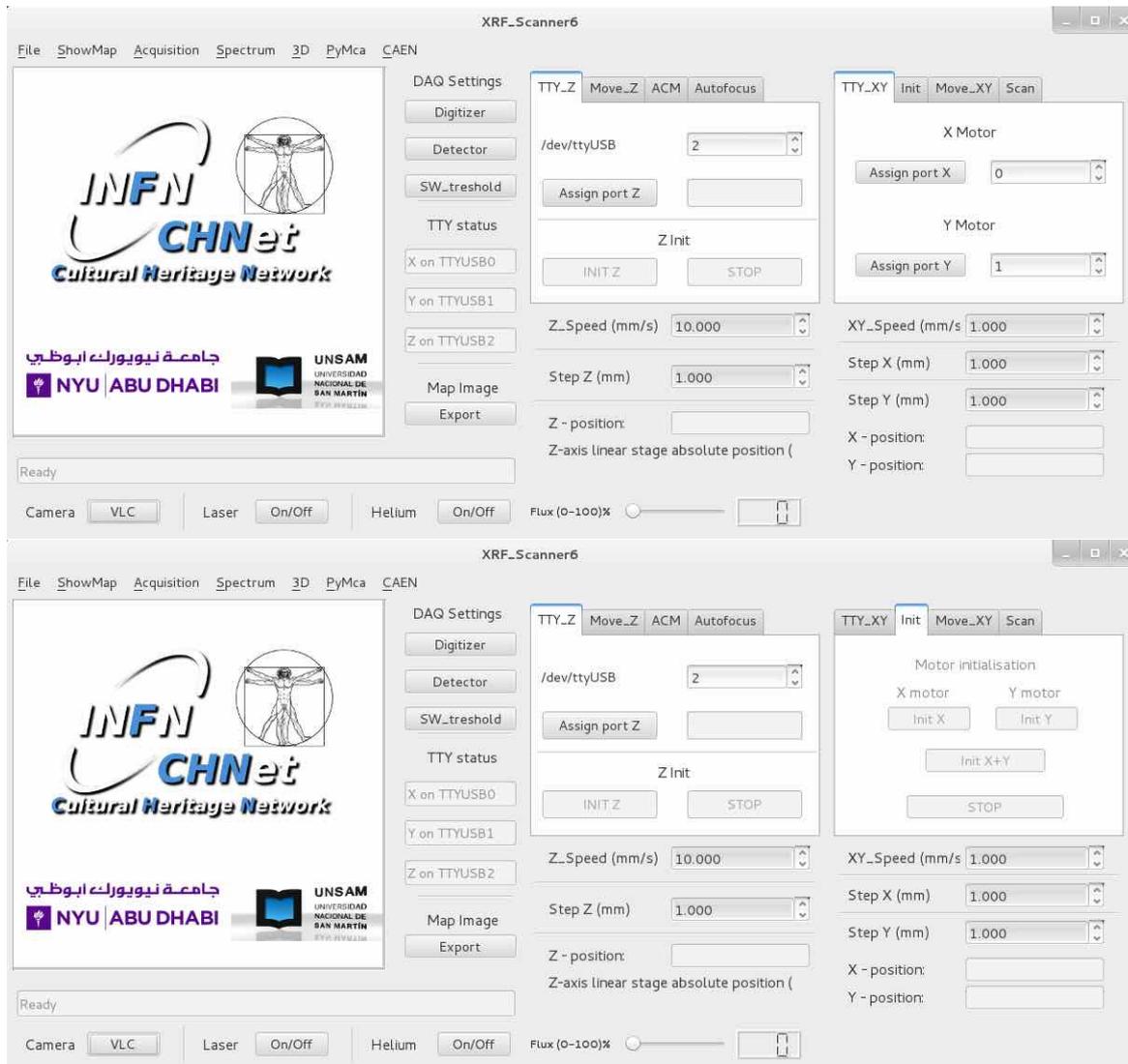


Figura 4.3: In queste immagini sono visibili le caratteristiche generiche dell'interfaccia grafica descritte all'inizio del paragrafo ed in particolare si notano i menù "a tendina" che permettono di assegnare le porte USB (in alto) e di inizializzare i motori (in basso).

In Figura 4.4 sono visibili le opzioni per muovere "manualmente" i motori. Nella finestra a sinistra è possibile impostare la distanza del tubo a raggi X e del rivelatore dal campione (o viceversa nel caso della PIXE). Questa operazione è possibile farla muovendosi anche *step by step* attraverso i pulsanti *Forward* e *Backward* di una quantità pari allo *step* che l'utente imposta nell'apposito spazio denominato *Step Z (mm)*. Va impostata anche la velocità di movimento, espressa in *mm/s*. Al di sotto di tutto vi è un'altra finestra che mostra in tempo reale la posizione lungo *z*.

Generalmente, durante le scansioni fatte con lo *scanner* XRF, il campione è tenuto a *6 mm* dal tubo e dal rivelatore mentre per quanto riguarda le scansioni

fatte con la PIXE il campione è tenuto normalmente a circa 2 mm dalla finestra di estrazione del fascio. Per fare in modo che la distanza tra campione e apparato di misura rimanga il più costante possibile, il sistema è dotato di un telemetro in grado di misurare tale distanza in tempo reale e, all'occorrenza, di agire sul motore che controlla la distanza tra *scanner* e campione (asse z), aggiustandola in tempo reale avvicinando o allontanando il campione (o il rivelatore ed il tubo a raggi X nel caso dell'XRF). I comandi relativi a questo sistema di *autofocus* si trovano nella parte centrale della *GUI*, come mostrato in Figura 4.5. C'è infatti la possibilità di attivare il telemetro e di impostare la distanza (in mm) alla quale si vuol lavorare. Questa parte del *software* di controllo interagisce con una scheda elettronica *Arduino* che riceve il segnale proveniente dal telemetro, lo digitalizza e lo invia al computer che calcola la correzione della posizione e la comunica al motore dell'asse z che la corregge di conseguenza.

Nella finestrella a destra, invece, ci sono tutte le impostazioni dei motori che permettono il movimento lungo x e lungo y . Il concetto è molto simile a quello descritto precedentemente: i pulsanti *UP* e *DOWN* permettono di muoversi *step by step* lungo y mentre i pulsanti *LEFT* e *RIGHT* permettono di muoversi *step by step* lungo x . *Move X to* e *Move Y to* permettono di posizionare i motori in un punto ben preciso. Questi due pulsanti sono utilizzati per avere il punto di interesse davanti alla sorgente quando si lavora in modalità puntuale e per definire gli estremi dell'area che si vuol scansionare quando si lavora in modalità di *scanning*.

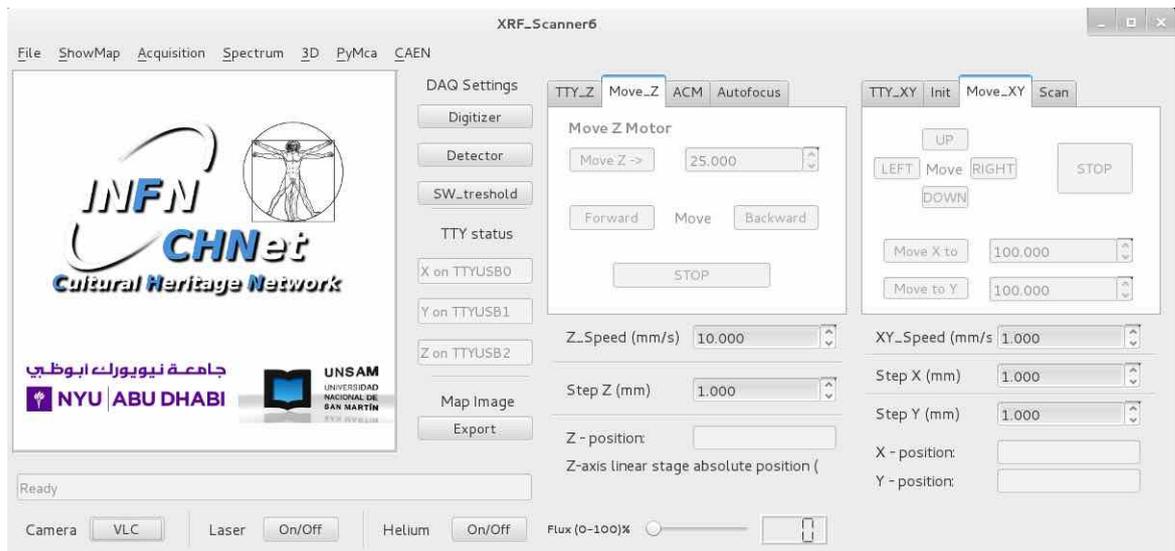


Figura 4.4: In questa figura sono visibili le finestre che permettono di impostare tutti i parametri necessari al movimento dei motori.

Una volta che l'utente ha individuato l'area del campione da scansionare, deve fornire al *software* le coordinate dei quattro vertici. Questo lo si fa inserendo

i valori (in *mm*) negli spazi *X min*, *X max*, *Y min*, *Y max* presenti nella finestra *Scan*. Il movimento avviene sempre da sinistra verso destra e dall'alto verso il basso e, come già detto, è stato progettato specificamente per acquisire dati spettrali in continuo. Inoltre è possibile scegliere il tipo di scansione *raster XY* oppure *raster YX*: nel primo caso, il percorso più lungo è fatto lungo l'asse orizzontale e lo *step* lungo l'asse verticale, viceversa nel secondo caso⁵. Anche qui vanno impostati la velocità (sempre in *mm/s*) e gli *step* lungo *x* e lungo *y*.

lo spettro acquisito su ogni intervallo di lunghezza pari allo step *x* viene associato al *pixel* di dimensioni (*step x*, *step y*) e di coordinate date da: *x* = centro dell'intervallo *x* corrente *y* = coordinata *y* della riga attualmente in scansione. In questo modo, ad esclusione di quando il motore arriva al punto finale della traslazione e quindi è fermo per un piccolo intervallo di tempo, l'acquisizione registra l'energia dei raggi X rivelati e la posizione della testa di misura in modo continuo. Mentre l'apparato si muove di moto rettilineo uniforme, la posizione è visualizzata in tempo reale nelle finestrelle *X - position* e *Y - position*. Tutto ciò è visibile nella parte destra della Figura 4.5.

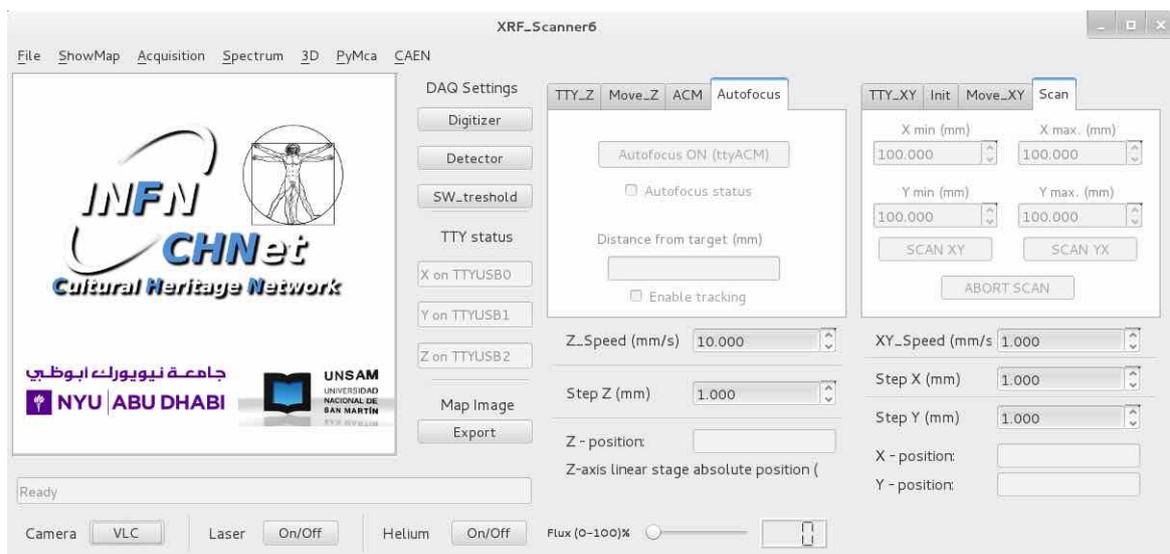


Figura 4.5: Sulla parte destra di questa immagine si può osservare la finestra *Scan* nella quale si inseriscono le coordinate dei quattro estremi della mappa e viene scelto il metodo di scansione: *XY* oppure *YX*. Sulla parte centrale i comandi relativi all'*autofocus*.

Come accennato all'inizio, sulla parte superiore della finestra c'è la *barra degli strumenti* con una serie di tasti che, se premuti, fanno comparire dei menù a tendina contenenti diverse funzioni. Di seguito, si descrivono in breve i tasti di

⁵Questo tipo di movimento, che descrive una greca, è detto *bustrofedico* proprio di alcune iscrizioni antiche (greche, italiche, latine) nelle quali la direzione cambia da riga a riga, cioè da sinistra a destra, poi da destra a sinistra e così via.

maggior interesse.

File, che comprende le seguenti funzioni:

- *Load File*: permette di caricare il *file .txt* contenente i dati relativi all'acquisizione.
- *Merge File*: permette di unire *file .txt* in un unico *file* a patto che questi abbiano le stesse dimensioni. Non fa altro che prendere i dati relativi ad una posizione (quindi ad un *pixel*) ed "appenderli" ai dati relativi alla stessa posizione ma scritti in un altro *file*. È possibile fare il *merge* di più di due *file* contemporaneamente. Questa opzione è utile perchè spesso è conveniente fare scansioni brevi ed unire successivamente le mappe ottenute invece di fare scansioni molto lunghe che, se presentano problemi, implicano una grande quantità di tempo perso.
- *Exit*

Show Map, che permette di svolgere le seguenti azioni:

- *Change ch. interval*: con questo tasto si può scegliere di visualizzare la mappa prendendo soltanto i dati che stanno all'interno di un intervallo di canali scelto dall'utente. Si utilizza quando si vuol visualizzare la mappa della distribuzione di un certo elemento.
- *Change pixel size*: permette di aumentare le dimensioni dei pixel di un fattore 3, 5 oppure 7. Sono stati scelti questi fattori dispari soltanto per semplicità di calcolo. Supponendo di voler aumentare di tre volte le dimensioni di un *pixel*, quello che fa la funzione è assegnare lo stesso valore del *pixel* in questione ai *pixel* successivo, precedente, superiore ed inferiore. Si crea così un quadrato di dimensione 3 volte superiore al *pixel* di partenza. Chiaramente, si ha una perdita di nitidezza dell'immagine.
- *Cut borders*: durante la scansione, il tempo speso su ogni punto della mappa non è lo stesso. Infatti, il fascio rimane più tempo sui punti che appartengono ai bordi della mappa. Questo perchè quando raggiunge la fine della riga (o della colonna, nel caso di una scansione di tipo *YX*) viene incrementata l'altra coordinata, la *Y* (o la coordinata *X* nel caso di una scansione di tipo *YX*), di un valore pari allo *step* precedentemente impostato. Si inverte così la direzione dello spostamento e quindi, per un breve intervallo di tempo, la velocità non rimane costante. I dati acquisiti nelle regioni in cui la velocità non è costante vengono eliminati così da non includere, nella distribuzione elementare, informazioni non corrette. Il pulsante *Cut borders* serve proprio a questo.

- *Reload file for map*: poichè le modifiche non vengono visualizzate in tempo reale, ogniqualvolta si fa un'operazione (che sia *cut borders* o *change pixel size* ecc.) è necessario ricaricare la mappa tramite questo pulsante.
- *Show map*: come dice il nome, serve a mostrare la mappa e inoltre permette di scegliere la visualizzazione in scala RGB od in scala di grigi.

Acquisition, che si utilizza soltanto quando si effettuano acquisizioni puntuali e permette di svolgere le seguenti azioni:

- *Set measurement time*: permette di impostare il tempo di misura, in *secondi*.
- *Start acquisition*
- *Stop acquisition*: serve per interrompere manualmente l'acquisizione prima del tempo impostato.

Spectrum, che comprende le seguenti funzioni:

- *Open histogram*: attraverso la funzione `ShowHistogram()` consente l'apertura della finestra sulla quale viene visualizzato lo spettro e descritta nella sez. 4.3.
- *Start rate meter*: mostra in tempo reale il tasso di conteggi del rivelatore.

PyMca⁶, che comprende le seguenti funzioni:

- *Export for PyMca*: questa funzione trasforma i dati in modo tale che possano essere manipolati attraverso il *software PyMca* [42]. Nello specifico, prende la mappa e la spachetta in un numero di *file .txt* pari al numero di *pixel*. Quindi, utilizzando questa funzione su una mappa di *n pixel*, verranno prodotti *n file .txt* ognuno dei quali contiene i dati relativi allo spettro del *pixel* corrispondente.
- *PyMca*: consente di aprire direttamente il *software* di analisi *PyMca*.
- *Install PyMca*

4.3 Finestra di visualizzazione dello spettro

Un'altra parte fondamentale dell'interfaccia grafica è rappresentata dalla finestra che l'utente può aprire per visualizzare lo spettro, visibile in Figura 4.6.

⁶*PyMca* è un *software open source* che contiene un gran numero di strumenti per l'analisi XRF, per questo motivo è molto diffuso nei laboratori dove si fanno indagini con raggi X. È stato sviluppato dal *Software Group* dell'*European Synchrotron Radiation Facility* di Grenoble (Francia).

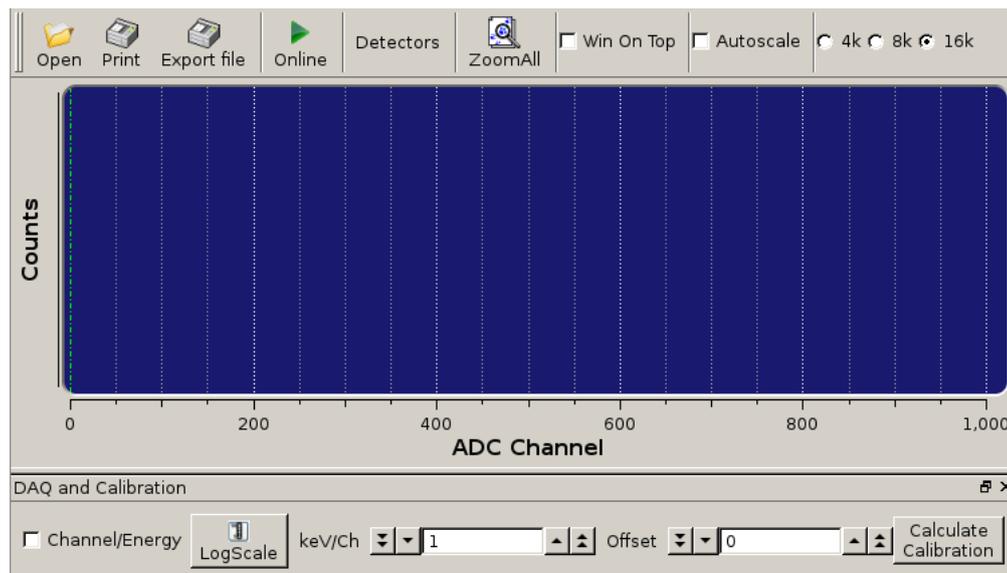


Figura 4.6: Finestra per la visualizzazione e l'elaborazione dello spettro.

La finestra su cui si visualizza lo spettro mostra i canali (o le energie quando viene effettuata la calibrazione) sull'asse delle ascisse ed i conteggi sull'asse delle ordinate.

Anche qui, sulla parte superiore della finestra, c'è una barra degli strumenti con una serie di pulsanti. Il primo, sulla sinistra, è il pulsante *Open* che permette di cercare un qualsiasi file contenente i dati spettrali e di aprirlo. Il tasto *Online* permette di vedere in tempo reale la “costruzione” dello spettro e quindi l'aumento dei conteggi.

Muovendo il cursore all'interno della finestra blu, vengono visualizzate le coordinate del punto sul quale passa il cursore stesso. E' possibile ingrandire (anche più di una volta) una determinata zona dello spettro racchiudendola all'interno di un riquadro fatto tenendo premuto il tasto sinistro del *mouse*. Il pulsante *ZoomAll* serve a tornare indietro e rivedere lo spettro nella sua totalità.

Win On Top fa in modo che la finestra rimanga sempre visibile dall'utente e non venga coperta da eventuali altre finestre presenti sullo schermo del computer mentre *Autoscale* adatta la scala dello spettro prendendo come riferimento il picco massimo.

Gli ultimi tre pulsanti consentono di cambiare la scala sull'asse x passando da 16000 canali (impostazione di *default*) a 8000 oppure 4000 canali: nel primo caso il *software* raggruppa i canali due a due, mentre nel secondo caso li raggruppa quattro a quattro.

Sulla parte inferiore della finestra c'è il pulsante *LogScale* per la visualizzazione dei dati in scala logaritmica e di fianco c'è la parte relativa alla calibrazione. Questa è possibile calcolarla con il pulsante *Calculate Calibration* oppure la si può

effettuare inserendo direttamente i valori del coefficiente angolare e dell'intercetta della retta di calibrazione rispettivamente nella barra denominata *keV/Ch* ed in quella denominata *Offset*.

Premendo il tasto *Calculate Calibration*, la finestra che compare è quella visibile in Figura 4.7.

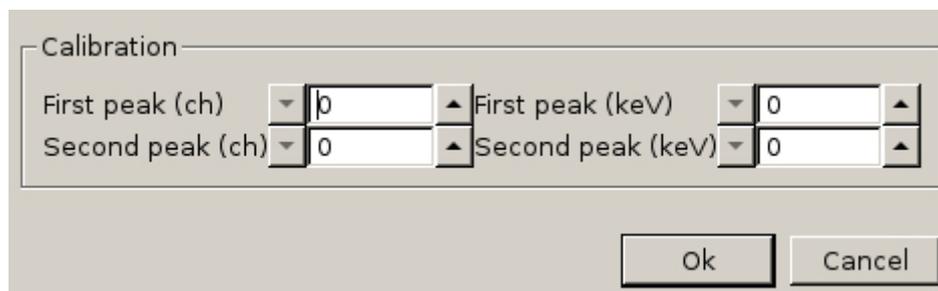


Figura 4.7: Finestra per il calcolo della calibrazione.

Dato uno spettro, per effettuare la calibrazione bisogna prendere due picchi ai quali si è in grado a priori di far corrispondere due energie. Generalmente questa operazione si effettua con una sorgente di radiazioni le cui energie sono note, ad esempio il ^{57}Co (6.4 keV ; 7.061 keV ; 14.4 keV) oppure facendo un'acquisizione su un campione la cui composizione chimica è nota. A questo punto si scrivono i canali sui quali cadono i due picchi e le rispettive energie nelle apposite caselle *First peak (ch)*, *Second peak (ch)*, *First peak (keV)* e *Second peak (keV)* e premendo il tasto *Ok* la calibrazione viene effettuata automaticamente restituendo i due parametri propri della retta di calibrazione che vengono visualizzati nelle finestre *keV/Ch* e *Offset* visibili in Figura 4.6.

Interessante è la possibilità di estrarre, dalla totalità dei dati raccolti durante la scansione, la mappa dei conteggi relativa ad un qualunque intervallo dello spettro, selezionabile dall'operatore in corrispondenza dell'energia caratteristica dei raggi X di un dato elemento: in questo modo si ottiene la mappa di distribuzione dell'elemento voluto.

Sono inoltre implementate altre due funzioni utili all'utente: cliccando su un *pixel* della mappa, viene visualizzato lo spettro relativo; inoltre, selezionando un'area rettangolare della mappa tenendo premuto il tasto sinistro del *mouse*, è possibile visualizzare lo spettro di tale area come somma degli spettri relativi ai vari *pixel* compresi nell'area stessa.

4.4 Upgrade del software

Come già accennato nell'introduzione del capitolo, l'obiettivo principale di questo lavoro è stato quello di sviluppare il sistema di acquisizione appena descrit-

to affinché gestisca i due canali del digitalizzatore *DT5780M* associati ai due rivelatori.

Le motivazioni per cui oggi si reputano obsoleti i *setup* con singolo rivelatore e si va verso la direzione dei *setup* a multirivelatore, sono molteplici. Il primo vantaggio che si ottiene da una gestione indipendente di un numero n di rivelatori è relativo alla quantità di tecniche di indagine, anche complementari tra loro, che si possono applicare contemporaneamente ed in modo digitale all'analisi di un campione [5] [6] [7] [43]. In un *setup* di misura, avere più rivelatori dedicati alla stessa tecnica di analisi consente un significativo aumento dell'angolo solido di rivelazione e di conseguenza, a parità di tempo di scansione del campione, un maggior numero di eventi rivelati che vanno a migliorare la statistica. Nell'ambito dei Beni Culturali questo è un enorme vantaggio in quanto i campioni non sempre presentano grandi quantità dell'elemento considerato (si pensi ad esempio agli elementi in traccia) e quindi è importante avere una maggiore probabilità di rivelare i "pochi" eventi. Le misure effettuate sulla carta preparata al piombo e che verranno successivamente mostrate e discusse, rientrano proprio in questo caso in quanto le punte metalliche depositano sulla carta una quantità molto bassa di materiale.

Non è da sottovalutare anche il fatto che il tempo a disposizione di coloro che effettuano le indagini, ad esempio nei musei, è molto limitato e quindi si ha la necessità di fare scansioni brevi ma che forniscano comunque una buona quantità di informazioni. Questo aspetto, ovviamente, vale soprattutto per le analisi eseguite *in situ* con strumenti portatili quali lo *scanner* XRF.

Al LABEC sono già disponibili *setup* di misure multitecniche, quale ad esempio il microfascio esterno a scansione descritto nel Capitolo 2 e che è stato usato per le misure che verranno descritte nel Capitolo 5. Ad esempio, l'utilizzo della PIXE insieme alla *BS* (*Backscattering Spectrometry*) consente di svolgere una più completa analisi della composizione elementale del campione [6] andando a rivelare sia elementi pesanti che elementi leggeri quali, ad esempio, carbonio e ossigeno [5] [2] [8]. Inoltre la RBS fornisce informazioni sulla distribuzione e sulla concentrazione in profondità di elementi leggeri [6] [2] [8]. Nel caso specifico dei Beni Culturali, è stata utilizzata anche per ottenere informazioni sull'interazione tra l'inchiostro e la carta in antichi manoscritti [2] [44].

Queste combinazioni di tecniche consentono di rivelare anche elementi in traccia, cioè quegli elementi che sono presenti nel campione in poche decine di parti per milione [2] [3] [8]. Sono adatte anche a rivelare le terre rare, che sono utili per attribuire la provenienza di vari reperti antichi quali oggetti in argilla o in vetro, e gli attinodi, che invece sono utili per risolvere alcuni problemi di datazione di reperti archeologici [3] [7] [45]. Di norma PIXE e BS vengono combinate anche

con la *PIGE* (*Particle Induced Gamma-ray Emission*) e con la *IBIL* (*Ion Beam Induced Luminescence*) [7] [46].

Il *software* sviluppato al LABEC e migliorato durante questo lavoro di tesi è applicabile indistintamente sia al *setup* dell'acceleratore *Tandetron* sia al *setup* dello *scanner* XRF. Di seguito si entrerà nel merito delle modifiche specifiche effettuate durante questi mesi di lavoro.

Per prima cosa sono state aggiunte le righe di codice dove vanno inseriti i parametri del secondo rivelatore, precedentemente determinati attraverso il *software DPP-PHA*, facendo però attenzione a specificare a quale dei due canali del digitalizzatore è collegato ognuno dei rivelatori. La modalità di acquisizione, digitalizzazione ed invio dei dati al computer è rimasta invariata. Siamo riusciti a sviluppare un nuovo software superando la difficoltà di mantenere l'architettura originale basata sulla *shared memory* in quanto è quella che, al momento, permette di avere i tempi computazionali più brevi possibile. I linguaggi di programmazione adoperati (il *C* e *C++*) non sono casuali: sono infatti due dei pochi linguaggi di programmazione che permettono di lavorare con le *shared memory*.

Questo per noi è un vantaggio molto grande in quanto uno degli obiettivi principali è quello del salvataggio dei dati in tempi molto rapidi. Il computer, infatti, ha una capacità di calcolo e di gestione delle operazioni limitate. Si deve occupare sia della parte relativa all'acquisizione e al salvataggio dei dati, sia della parte relativa alla gestione dello *stage* motorizzato. Se non lavorasse con la *shared memory*, la sua capacità di svolgere più operazioni contemporaneamente sarebbe limitata ed ecco che, per esempio, se fosse impegnato nell'acquisizione e nel salvataggio dei dati non si occuperebbe della movimentazione e come conseguenza avremmo la perdita di fondamentali informazioni sulla posizione. Tutto ciò è scongiurato dall'utilizzo di uno strumento dinamico quale la *shared memory*.

I dati, una volta digitalizzati, vengono salvati in un *buffer* e trasmessi al computer tramite *link* ottico sottoforma di stringhe di 32 *bit*. Di tutte queste stringhe, a noi interessa soltanto quella che contiene, tra i suoi *bit*, il numero del canale (0 oppure 1) ed il valore dell'ampiezza del segnale rivelato, a sua volta proporzionale all'energia rilasciata nel rivelatore. Quello che però viene restituito è il canale corrispondente a tale energia (ricordiamo che comunque esiste una relazione lineare tra canali ed energie) [47].

I dati acquisiti dai due rivelatori, nel momento in cui vengono salvati in memoria, non sono però distinguibili. Per ovviare a questo problema si è pensato di prendere la stringa proveniente dal digitalizzatore, di isolare soltanto i *bit* relativi al valore dell'energia ed aggiungere semplicemente due diversi identificatori a tali dati. In particolare, agli eventi rivelati dal primo rivelatore viene aggiunto il

valore 20000000, mentre agli eventi rivelati dal secondo rivelatore viene aggiunto il valore 30000000. Questi identificatori vengono eliminati quando si crea lo spettro o la mappa risultante dai contributi di entrambi i rivelatori. Nella memoria, comunque, la distinzione rimane in modo tale da poter visualizzare lo spettro e/o la mappa fatti singolarmente dai due rivelatori.

Discorso diverso va fatto per i dati relativi allo spettro. Per questi, infatti, sono state allocate due zone di memoria, una per ogni rivelatore, con una dimensione pari a 16384 posizioni, cioè equivalente al numero di canali. In questo caso, i dati vengono salvati in memoria senza aggiungere nessun identificatore. Questa è stata una scelta oculata in quanto nella finestra di visualizzazione (sezione 4.3) c'è la possibilità di vedere *live* l'acquisizione dello spettro di entrambi i rivelatori o dei due rivelatori separati. A livello di codice, mettere degli identificatori anche qui, avrebbe comportato l'aumento di cicli `if`, che sono estremamente lenti in quanto ad ogni ciclo, in fase di visualizzazione *live* dello spettro, il computer deve verificare la condizione per cui l'`if` è vero e quindi avrebbero rallentato ulteriormente la capacità di calcolo del computer.

Anche il salvataggio dei dati su *file .txt*, nel caso dello spettro, è leggermente diverso. infatti, non essendoci alcun identificatore, i dati sono salvati su tre colonne separate da un *tab* dove la prima colonna è relativa ai dati del primo rivelatore, la seconda relativa ai dati del secondo rivelatore e la terza relativa ai dati di entrambi i rivelatori.

Per quanto riguarda la somma degli spettri, va considerato il fatto che due spettri equivalenti, quali sono quelli provenienti dai due rivelatori, non vengono distribuiti dal digitalizzatore sugli stessi canali. Questo effetto si vede anche mandando lo stesso segnale ed impostando gli stessi parametri per le due linee del digitalizzatore come mostrato nella sezione 4.5.

Per poter sommare i due spettri bisogna tener conto non soltanto di un fattore di traslazione, ma anche di un fattore moltiplicativo, con la conseguente espansione o compressione di uno spettro rispetto all'altro.

Tale fenomeno è stato risolto facendo una calibrazione lineare tra i due rivelatori. Si tratta quindi di scegliere uno spettro di riferimento e di adattare l'altro in modo tale da far coincidere i due.

Nel nostro caso, come spettro di riferimento è stato scelto quello relativo al canale 0 e quindi è lo spettro del canale 1 che dovrà essere adattato attraverso la calibrazione che è stata fatta seguendo questi semplici passaggi: si è acquisito uno spettro su una lastra di ottone, che è una lega metallica contenente rame e zinco, per entrambi i rivelatori separatamente; su entrambi gli spettri sono stati individuati i picchi relativi alle linee K_{α} del rame e dello zinco ed i corrispondenti

canali; tali valori sono stati inseriti nel seguente sistema

$$\begin{cases} \text{Ch}_{0;K_\alpha Cu} = a \cdot \text{Ch}_{1;K_\alpha Cu} + b \\ \text{Ch}_{0;K_\alpha Zn} = a \cdot \text{Ch}_{1;K_\alpha Zn} + b \end{cases}$$

Questo è stato risolto trovando il coefficiente angolare e l'intercetta della retta di calibrazione che sono stati poi inseriti nel codice:

$$a = 1.151$$

$$b = -11.048$$

Quella appena mostrata è la calibrazione tra i due rivelatori utilizzati per le prove al microfascio, ovvero l'XR-100SDD della Amptek e l'AXAS-A della Ketek. Per le prove con lo *scanner* XRF sono stati utilizzati due rivelatori XR-100SDD ed i coefficienti di calibrazione, calcolati come sopra, sono: $a = 0.938$; $b = 7.964$.

Tale operazione, come detto, comporta la compressione o l'espansione dello spettro. Poichè si opera tra variabili discrete, la calibrazione può portare a perdita di informazione riguardo al numero di eventi e quindi alla nascita, anche in mezzo ai picchi, di canali a zero conteggi, proprio dovuto al troncamento delle cifre decimali nella conversione dei numeri di canali da uno spettro all'altro.

In prima approssimazione, per risolvere questo problema dei canali a conteggio nullo, si è deciso di implementare una interpolazione lineare: si prendono i valori dei conteggi dei canali precedente e successivo al canale che ha zero conteggi, se ne fa il rapporto e se questo è maggiore del 20% allora il *software* esegue prima una media e poi un *plot* tra i due punti. In questo modo, quindi, il canale che prima aveva zero conteggi, ora ha un valore che è la media tra i conteggi del canale precedente e quelli del canale successivo. Ovviamente, trattandosi di conteggi, il valore della media viene arrotondato all'intero più vicino.

Un altro dei principali obiettivi di questo *upgrade* del *software* era dare la possibilità all'utente di scegliere se vedere lo spettro e/o la mappa di un singolo rivelatore o di entrambi e quindi di aumentare la praticità d'uso. Questo è utile a chi fa le analisi innanzitutto perchè, in caso di malfunzionamento del *set-up*, si ha la possibilità di vedere se e quale rivelatore presenta dei problemi; poi, in presenza di rivelatori con caratteristiche e scopi differenti, permette in qualche modo di isolare i dati relativi le singole tecniche; infine si ha la possibilità, in caso di *setup* a multirivelatore, di vedere le risposte dei singoli rivelatori posizionati secondo geometrie diverse.

Per fare questo, nella finestra di visualizzazione dello spettro (sezione 4.3),

è stato aggiunto un pulsante denominato *Detectors*. Se premuto, compare una finestrella all'interno della quale è possibile scegliere il rivelatore 1, il rivelatore 2 o entrambi. Di *default* il programma seleziona la modalità di visualizzazione di tutti e due i rivelatori. Se si cambia rivelatore durante l'acquisizione *online*, lo spettro cambia in base alla scelta fatta, ma se si vuol passare dalla mappa di un rivelatore alla mappa di un altro, bisogna selezionare il rivelatore desiderato e ricaricare la mappa attraverso il pulsante *Load File*.

4.5 Test preliminari

Prima di effettuare le scansioni vere e proprie con l'XRF e con il microfascio, è stata necessaria una fase preliminare in cui si è testato l'algoritmo implementato per il multirivelatore. Per fare questo si è ricorso all'aiuto dell'emulatore di segnale DT5800D. In particolare, è stata simulata una situazione ideale attraverso la generazione di due segnali con le stesse caratteristiche ma con diversa forma esponenziale. Questo perchè i rivelatori, per quanto possano essere simili e per quanto vedano gli stessi eventi, forniranno sempre un diverso segnale di risposta. Questi segnali producono due spettri teoricamente identici, creati attraverso il *software* dalla CAEN insieme all'emulatore, contenenti sette righe distanti circa 2000 canali l'una dall'altra ed ognuna con un numero di conteggi uguale al numero di canali. Nella pratica, quello che si ottiene sono due spettri non perfettamente coincidenti ma sfasati, dove le linee del primo spettro distano ΔS_1 l'una dall'altra e le linee del secondo spettro distano ΔS_2 l'una dall'altra. Lo sfasamento tra i due spettri va ad aumentare di un fattore pari alla differenza $\Delta S_1 - \Delta S_2$. Dunque le linee a più alta energia saranno più separate di quanto non lo siano quelle a più bassa energia⁷. Questo fenomeno è visibile in Figura 4.8.

Questo problema, come detto nel paragrafo precedente, si è risolto con la calibrazione il cui risultato è visibile in Figura 4.9.

⁷I termini "energia" e "canali" sono intercambiabili in quanto, si ricorda, che i canali sono proporzionali all'energia.

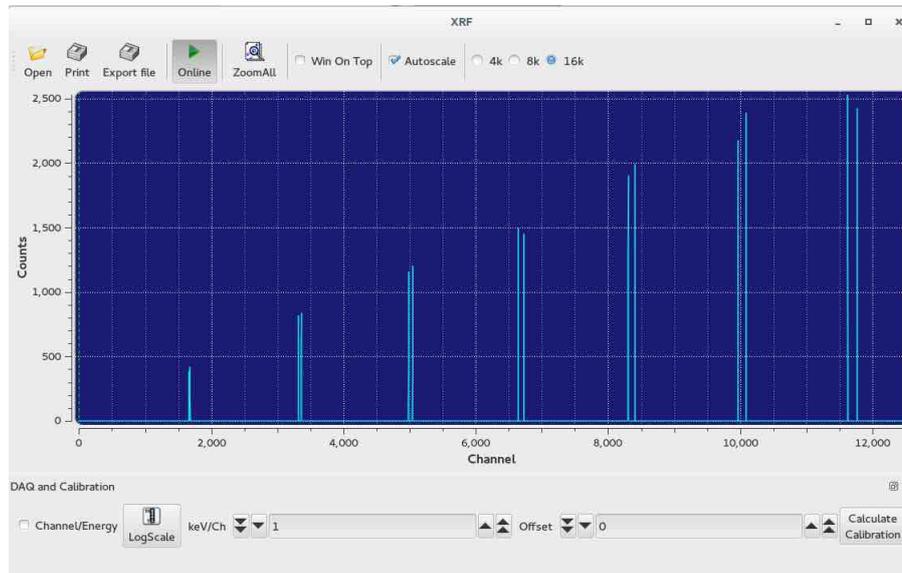


Figura 4.8: In questa immagine sono riportati i due spettri. Si può notare lo sfasamento tra le linee che aumenta all'aumentare dell'energia.

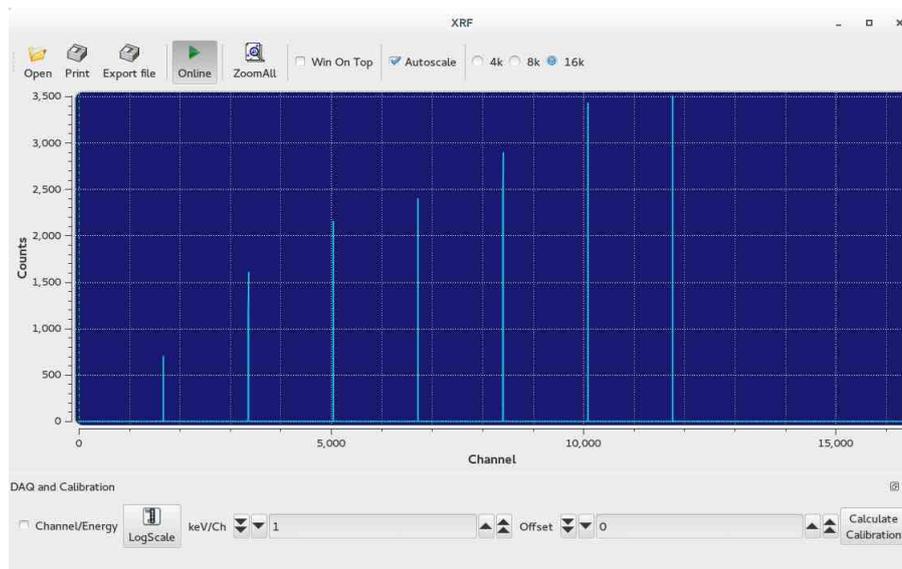


Figura 4.9: In questa immagine si può vedere l'effetto della calibrazione: gli sfasamenti sono scomparsi ed i picchi sono sovrapposti in modo praticamente perfetto.

Capitolo 5

Applicazioni sperimentali e analisi dei risultati ottenuti

Una volta sviluppato il *software* per la gestione dei due rivelatori, è stato verificato il buon funzionamento di tutto il sistema. Dopo una prima parte di test preliminari con l'emulatore di segnale e riportati nella sezione 4.5 del Capitolo 4, si è passati alle prove con il *setup* dell'acceleratore e con quello dello *scanner* XRF. Con il primo sono state svolte prove per stimare la dimensione dello *spot* del fascio e prove per valutare eventuali effetti dovuti alla geometria dell'apparato. Queste ultime sono state effettuate anche con lo *scanner* XRF ed in più sono state effettuate prove di risoluzione spaziale. Le misure per stimare lo *spot* del fascio non sono state necessarie in quanto è stato usato un collimatore cilindrico con un diametro interno noto.

Per cominciare a sfruttare le grandi potenzialità di un sistema multirivelatore, come applicazione di interesse per l'ambito dei Beni Culturali sono state fatte scansioni su una particolare carta preparata al piombo sulla quale sono presenti dei disegni eseguiti con diverse punte metalliche.

Questo tipo di campioni, solitamente richiede l'utilizzo di tecniche analitiche molto sensibili, come ad esempio la PIXE e la XRF, poiché sulla carta si deposita una piccolissima quantità di materiale (ordine dei $\mu\text{g}/\text{cm}^2$).

La preparazione con *tetrossido di tripiombo*¹ (Pb_3O_4) veniva utilizzata in passato per conferire alla carta la necessaria rigidità affinché l'artista ci potesse disegnare sopra. Inoltre, il tipico colore rosso forniva un contrasto cromatico diverso rispetto a quello che si otteneva disegnando sulle più comuni pergamene fatte con pelli di animali [48]. Qui sono presenti dei disegni fatti dai restauratori dell'Officio delle Pietre Dure con quattro differenti punte metalliche: oro (Au), rame

¹Estratto dal minerale *minio*, un ossido misto di piombo(II) e piombo(IV).

(Cu), piombo (Pb) ed argento (Ag) e per queste misure ci siamo soffermati in particolare sui disegni fatti con la punta di Pb, Ag e Cu.

Prima di effettuare tali misure, però, è stato eseguito anche un *upgrade* del *setup* dello *scanner* XRF. Nello specifico, il prototipo multirivelatore da noi messo a punto (Figura 5.1) prevede la rimozione del cono di ottone posizionato davanti alla finestra di Be del tubo a raggi X ed il posizionamento dei due rivelatori, fissati ad un supporto in fibra di carbonio, sullo stesso piano della sorgente di radiazione ma a 50° rispetto alla direzione di emissione della radiazione primaria.



Figura 5.1: Vista frontale e dall'alto del nuovo *scanner* XRF a due rivelatori.

Il posizionamento simmetrico rispetto alla direzione del fascio primario è dovuto al fatto che si è cercato di distribuire il peso in modo tale da non affaticare i motori. Inoltre, la scelta dell'angolo nasce dalla necessità di posizionare i rivelatori il più vicino possibile al punto di impatto del fascio primario con la superficie del campione. Calcolando però l'ingombro del *case* di ottone e considerando il fatto che il suo spessore non poteva essere inferiore ai 4 mm , si è visto che l'angolo minimo tra direzione del fascio primario e rivelatori era appunto 50° . Sia la finestra d'uscita del tubo che i rivelatori sono inseriti all'interno di un unico nasino di plastica ottenuto con una stampante 3D. Questo affinché rivelatori e tubo a raggi X fossero tutti vincolati tra loro e costituissero un corpo unico per mantenere costante la geometria del sistema. La struttura del nasino di plastica prevede anche la possibilità di inserirvi due piccoli tubi per il flussaggio dell'elio.

5.1 Prove sperimentali con microfascio

In questo paragrafo verranno brevemente descritte le misure effettuate con l'acceleratore mostrando soltanto le mappe essenziali. Altre immagini sono visibili nell'Appendice A in quanto possono comunque risultare interessanti per il lettore e possono aiutare la comprensione. Tutte le misure sono state eseguite con pro-

toni di energia pari a 3 MeV ; le scansioni, salvo diversa indicazione, sono di tipo XY.

I rivelatori X sono stati equipaggiati con dei piccoli fogli di *mylar* dello spessore di circa $100 \mu\text{m}$ davanti alle finestre di Be. Questo per evitare di rivelare anche i protoni che fanno *back scattering* sugli atomi del bersaglio (uno spessore di $100 \mu\text{m}$ è maggiore del *range* dei protoni all'interno del *mylar*) in quanto rilasciano grandi quantità di energia (dell'ordine del MeV , quindi 3 ordini di grandezza in più rispetto alle energie degli X che sono dell'ordine del keV) portando a saturazione l'elettronica e peggiorando inevitabilmente la risoluzione energetica. Inoltre, come ben noto, l'impiantazione di particelle nel rivelatore, a lungo andare, lo danneggia. Lo strato di *mylar*, bloccando i protoni, previene tale danneggiamento.

Le misure sono state organizzate in due turni, data la disponibilità del tempo macchina all'acceleratore: nel primo, dopo le misure di caratterizzazione dello *spot* del fascio sono state eseguite misure per la caratterizzazione degli effetti di non planarità del campione con il *setup* birivelatore e misure su un disegno a punta metallica (Pb) raffigurante un'aquila. Nel secondo turno sono state misurate di nuovo le dimensioni del fascio e poi è stato studiato un secondo disegno a punta metallica (Ag) raffigurante un profilo umano.

Per la stima dello *spot* del fascio sono state eseguite misure su una lastra di tantalio (Ta) dello spessore di circa 0.5 mm con scansioni lineari di 4 mm per il primo turno e 7 mm per il secondo, passo $20 \mu\text{m}$, velocità $100 \mu\text{m/s}$, corrente del fascio attorno a 1 nA . Ogni misura è stata fatta valutando il numero dei raggi X del Ta rivelati muovendo il fascio dall'interno della lastra all'esterno. Lo strumento comincia la scansione lineare quando il fascio incidente è ancora dentro il campione, lontano dal bordo: in questi punti si ottiene il massimo numero di conteggi del Ta. Spostandosi verso l'esterno, una frazione sempre minore del fascio incide sulla lastra, causando una diminuzione dei conteggi. Continuando la scansione, l'intero *spot* cadrà interamente al di fuori della lastra e i conteggi andranno a zero. Nella mappa del Ta, quindi, questo si traduce col passaggio da una colorazione rossa (conteggi massimi sulla lama) ad una nera (conteggi minimi nell'aria). Il numero di *pixel* interessati dalla transizione da pieno a vuoto corrisponderà al numero di step necessari allo spot del fascio per passare dalla lama all'aria. Si può così costruire una curva di profilo del fascio e darne una stima delle dimensioni assumendo che la larghezza sia rappresentata dall'intervallo in cui il fascio passa dal 10 al 90% della sua intensità massima. Il procedimento ed i risultati saranno mostrati più in dettaglio nella sezione 5.3.1.

Per verificare come il sistema risponde agli effetti di tridimensionalità del campione, è stata presa in considerazione una cornice di ottone² spessa 1 mm, all'interno della quale è stato fissato un vetrino, come si può vedere in Figura 5.2.



Figura 5.2: Cornice in ottone con vetro centrale. Il riquadro rosso indica la zona in cui è stata fatta la scansione. Come si può notare, tale scansione comprende sia una parte di ottone che una parte di vetro.

Si è scelto di fare una scansione a cavallo tra il vetrino e la cornice di ottone per questo motivo: il vetrino è composto essenzialmente da silicio, i cui raggi X di bassa energia (1.74 keV) si rivelano molto bene con il nostro *setup PIXE*. Ma dal momento che tra il vetrino e la cornice c'è uno scalino, per un effetto di parallasse, per un breve tratto ci si aspetta che uno dei due rivelatori non riveli più gli X del silicio in quanto lo scalino farà ombra e l'ottone, dato il suo alto Z , assorbirà facilmente tale radiazione (per dare un'idea, già $5 \mu\text{m}$ di Cu sono sufficienti a dare un fattore di trasmissione pari a 10^{-6} per gli X del Si).

Inizialmente sono state scansionate aree grandi 1 cm^2 e anche maggiori, con passo e velocità costanti di valore, rispettivamente, $100 \mu\text{m}$ e $500 \mu\text{m/s}$. Le correnti del fascio erano dell'ordine del nA e frazioni. Ulteriori misure sono state eseguite soltanto sulla cornice di ottone ma su aree con dimensioni ridotte: si è passati da 1 cm^2 a 9 mm^2 , passo, velocità di scansione e corrente del fascio sono stati mantenuti invariati rispetto alle misure precedenti.

Come già accennato, per le misure di interesse per i Beni Culturali abbiamo lavorato su disegni a punta metallica su carta preparata con del piombo (Figura 5.3). In particolare, sono stati presi in considerazione i disegni fatti con il piombo e l'argento. Il primo elemento è facilmente rivelabile e ci si aspetta di vedere una

²L'ottone è una lega formata da rame (Cu) e zinco (Zn).

netta differenza di conteggi tra il fondo e le zone in cui invece è presente il disegno in quanto qui la quantità di piombo depositata è significativamente maggiore. Il caso dei disegni in argento è interessante in quanto la rivelazione delle righe K_α e K_β dell'argento è problematica poiché hanno bassissima sezione d'urto mentre le L cadono sulla coda alle righe M del Pb, elemento presente in quantità molto più grande rispetto all'Ag.



Figura 5.3: Carta preparata con piombo. Da sinistra a destra sono visibili i diversi disegni fatti rispettivamente con le punte metalliche in oro, rame, piombo ed argento.

Il primo disegno esaminato è stato l'aquila in punta di piombo, visibile in Figura 5.4.

Per poter meglio apprezzare la variazione di conteggi dovuta alla maggior quantità di Pb, si è deciso di soffermarci sui dettagli dove il tratto sembra più deciso e "pesante". Quindi sono state fatte delle scansioni sull'occhio, sulla punta del becco e sull'intera testa dell'aquila. Abbiamo fatto scansioni di 4 mm^2 con passo $100 \mu\text{m}$, velocità $500 \mu\text{m/s}$ e corrente del fascio dell'ordine del nA nel caso dei dettagli più piccoli mantenendo un passo sensibilmente più piccolo del tratto del disegno. Nel caso della scansione di tutta la testa, la velocità è stata raddoppiata per limitare il tempo di misura. L'area scansionata, infatti, è stata di 88 mm^2 , passo $100 \mu\text{m}$, velocità 1 mm/s , corrente iniziale del fascio dell'ordine di

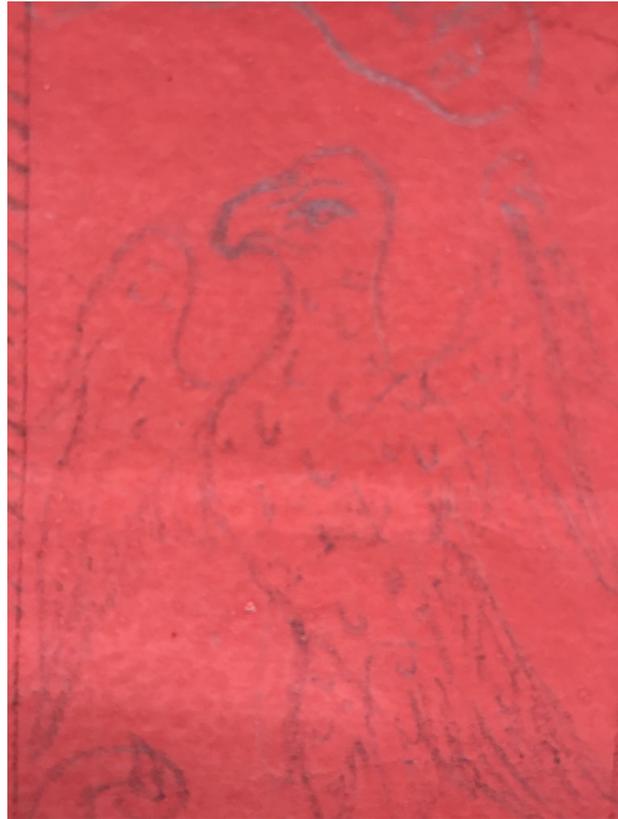


Figura 5.4: Particolare dell'aquila disegnata con la punta di Pb.

2.5 nA e corrente finale dell'ordine di 1 nA.

Il secondo disegno esaminato è quello fatto con la punta d'argento dove si è preso in considerazione un particolare del labbro inferiore del profilo umano disegnato sulla carta (Figura 5.5).

Tali misure sono state fatte su un'area di 40 mm², il passo è stato mantenuto costante a 100 μm, la velocità è stata riportata a 500 μm/s mentre la corrente, per riuscire ad avere un maggior numero di conteggi vista la leggerezza del tratto, è stata portata fino a 4 nA.

5.2 Prove sperimentali con lo *scanner* XRF

Le prime misure sono state fatte sullo *standard* della Edmund Optics per valutare la risoluzione spaziale dello *scanner*.

Quindi si è passati alle misure sul campione composto dalla cornice di ottone e vetro già usato per le misure al microfascio per valutare gli effetti di non planarità descritti nel paragrafo precedente anche con lo *scanner* XRF.



Figura 5.5: Profilo di un volto umano disegnato con la punta di Ag.

Successivamente sono state effettuate misure sulla carta preparata al Pb cercando di prendere in esame gli stessi particolari considerati durante le scansioni al microfascio, con l'aggiunta però di un disegno eseguito con la punta di Cu.

Come per la precedente sezione, le misure verranno riportate in modo molto sintetico e anche qui si sottolinea il fatto che le scansioni, salvo diversa indicazione, sono tutte del tipo *XY*.

Le misure della testa dell'aquila (punta di Pb) sono state fatte utilizzando un collimatore da $800\ \mu\text{m}$ per una rapida identificazione della zona di interesse. Successivamente le misure sono state fatte con un collimatore da $400\ \mu\text{m}$ per avere una risoluzione spaziale analoga a quella col microfascio di protoni.

Le aree scansionate avevano una dimensione di circa $1.5\ \text{cm}^2$, il passo utilizzato per alcune mappe è stato $200\ \mu\text{m}$ mentre per altre è stato $100\ \mu\text{m}$, la velocità era di $500\ \mu\text{m}/\text{s}$, la differenza di potenziale tra catodo ed anodo era di $25\ \text{kV}$ mentre la corrente del catodo era di $100\ \mu\text{A}$.

Le misure successive sono state eseguite sul disegno in punta di Ag. Le scansioni eseguite sono state due, nelle seguenti condizioni sperimentali: area scansionata di $56\ \text{mm}^2$, passo $100\ \mu\text{m}$, velocità $500\ \mu\text{m}/\text{s}$, differenza di potenziale tra catodo ed anodo pari a 30 e 35 kV , corrente del catodo pari a $100\ \mu\text{A}$.

Infine sono state eseguite anche due misure su un disegno, raffigurante un'oca,

fatto in punta di rame e mostrato in Figura 5.6. Nello specifico, le scansioni hanno riguardato la testa del volatile e tale disegno non era stato preso in considerazione durante i giorni di misura con il microfascio.

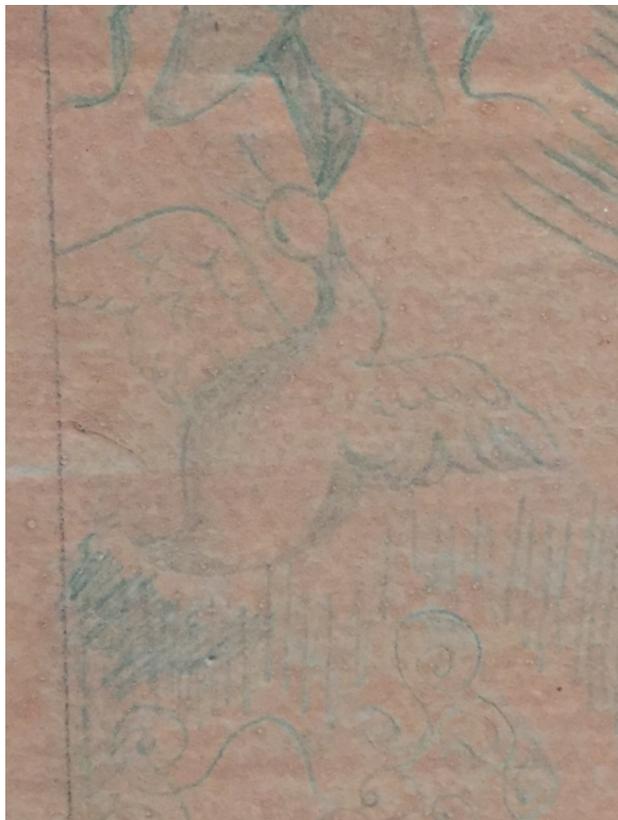


Figura 5.6: Particolare del disegno in punta di rame.

Queste le caratteristiche delle due misure: mappe di dimensioni 60 mm^2 e 72 mm^2 , passo $100 \mu\text{m}$, velocità $500 \mu\text{m/s}$, differenza di potenziale tra catodo ed anodo pari a 25 kV e corrente del catodo pari a $100 \mu\text{A}$.

5.3 Analisi ed interpretazione dei risultati ottenuti

In questo paragrafo, come suggerito dal titolo, verranno riportati, analizzati e discussi tutti i dati raccolti durante il periodo di misure all'acceleratore di particelle e durante il periodo di misure con lo *scanner* XRF. I valori delle energie delle righe di emissione dei vari elementi che verranno citati sono stati presi dalla tabella consultabile nell'Appendice C [49] mentre i valori delle risoluzioni spaziali relative allo *standard* della *Edmund Optics* sono stati presi dal sito internet della ditta [50] e riportati nella tabella in Appendice D.

Seguendo lo schema logico adottato nei paragrafi sulle prove sperimentali (5.1 e 5.2), le misure fatte al microfascio e quelle fatte con lo *scanner* XRF verranno trattate separatamente riportando prima i risultati relativi alle caratterizzazioni dei setup sperimentali (stima dello spot del fascio ed effetti di non planarità del campione) e quindi la discussione dei risultati ottenuti dalle misure fatte sui disegni a punta metallica.

5.3.1 Stima dello *spot* del fascio e della risoluzione spaziale

Microfascio

Come descritto nella sezione 5.1, all'inizio di ognuno dei due turni di misura sono state effettuate misure per stimare le dimensioni dello *spot* del fascio.

Il metodo utilizzato, detto *knife edge* [51], consiste nel ricavare la dimensione del fascio dal profilo di intensità che si ottiene con una scansione lineare attraverso un bordo molto netto di un materiale. La larghezza del fascio viene convenzionalmente presa come la distanza tra i due punti che corrispondono al 10% e 90% della curva di profilo del fascio.

In ognuno dei due turni, la scansione lineare attraverso il bordo della lastra di Ta è stata ripetuta più volte per avere un buon contenuto statistico. È stato fatto un *merge* di tutte le misure in modo tale da avere delle mappe-somma, visibili in Figura 5.7 e dagli spettri di queste mappe è stato individuato l'intervallo di canali all'interno del quale cadeva il picco del Ta.



Figura 5.7: Mappe-somma, relative al primo ed al secondo turno di misure, delle scansioni lineari. La prima scansione lineare è lunga circa 4 mm, la seconda circa 7

Successivamente è stata utilizzata la funzione *Export for PyMca* che, per ognuna delle due mappe, ha prodotto un numero di file *.txt* pari al numero di *pixel* di ogni mappa, in particolare 193 *file* per la prima mappa e 343 *file* per la seconda mappa (come già spiegato nella sezione 4.2). Ognuno di questi file *.txt* contiene i conteggi (e quindi lo spettro) relativi ad ogni singolo *pixel*. Il numero di file (e quindi di *pixel*) è diverso in quanto, come si è già detto, la seconda scansione è più grande della prima. Nel corso di questa tesi è stato scritto un semplice programma in linguaggio C che leggesse ognuno di questi file, facesse la somma dei valori compresi nell'intervallo all'interno del quale sapevamo cadere il picco del Ta e scrivesse questi valori all'interno di un *file .txt*. Alla fine dell'operazione, quindi, il programma avrà prodotto due *file .txt* contenenti, rispettivamente, 193

e 343 valori scritti su un'unica colonna e di questi è stato eseguito il *plot* (in Figura 5.8 si riporta l'esempio di quello relativo alle misure del primo turno).

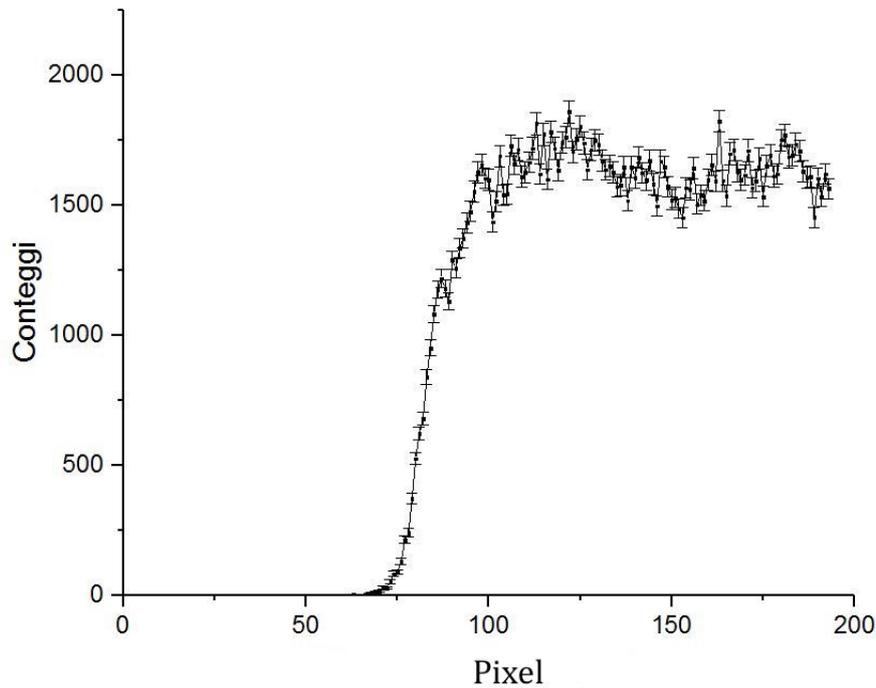


Figura 5.8: Plot della curva di profilo relativa alle misure effettuate durante il primo turno di misure.

Per limitare gli effetti delle fluttuazioni statistiche, è stata fatta un'operazione di *smooth* per entrambe le curve, e abbiamo preso la media dei conteggi che corrispondono alla regione del Ta. Questo valor medio è stato preso come valore massimo del quale calcolare il 10% e il 90%. Sono stati poi individuati i corrispondenti valori sull'asse x (in cui sono riportati i numeri dei *pixel*), è stata fatta la differenza che è stata poi moltiplicata per la dimensione di ogni singolo *pixel* (cioè $20 \mu m$). Si sono così ottenute le dimensioni dei due *spot* che valgono rispettivamente $380 \mu m \pm 10 \mu m$ e di $200 \mu m \pm 10 \mu m$. L'errore sulla stima delle dimensioni del fascio è dato da due contributi: l'indeterminazione dovuta al passo discreto ($20 \mu m$) e l'errore strumentale sulla posizione dello *scanner* ($1 \mu m$, in assenza di *backlash* in quanto le misure sono state fatte tutte nella stessa direzione). Abbiamo assunto che il primo contributo sia pari alla metà dello *step* e quindi $10 \mu m$ e abbiamo trascurato il secondo. Abbiamo quindi approssimato l'errore complessivo a $10 \mu m$.

con cui è stata registrata la curva d'intensità, che nel nostro caso assumiamo sia pari a metà dello *step* e quindi $10 \mu m$ che nel nostro caso è trascurabile.

Scanner XRF

Per quanto riguarda la stima della risoluzione spaziale del fascio primario dello *scanner* XRF, è stato utilizzando lo *standard* della ditta *Edmund Optics Inc.* visibile in Figura 5.9.

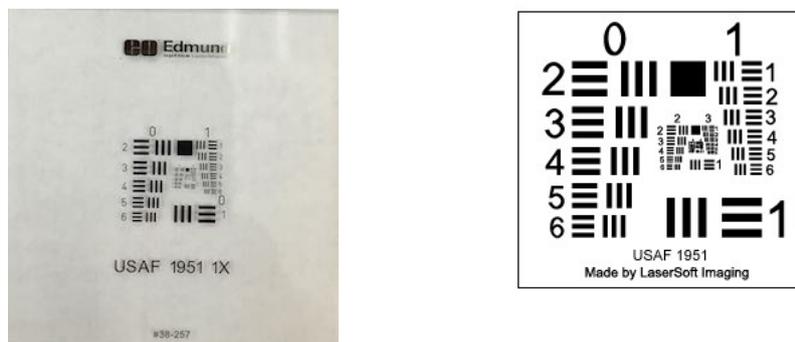


Figura 5.9: A sinistra, una fotografia dello *standard* da noi utilizzato. A destra una rappresentazione digitale ingrandita.

Si tratta di un vetrino quadrato di dimensioni $50 \times 50 \text{ mm}^2$ sul quale sono depositate le linee di *romo* di diverse dimensioni divise in gruppi ognuno dei quali contiene sei elementi³ le cui dimensioni vanno diminuendo dal gruppo numero uno fino al gruppo numero sei. Nello specifico, è stato preso in considerazione l'elemento con le righe di $400 \mu\text{m}$ separate da $400 \mu\text{m}$ (elemento 0 del gruppo 3).

Lo spettro di questa mappa-somma è riportato in Figura 5.10. In questo campione si possono distinguere i seguenti elementi: Ca (dovuto al vetro), Cr e Fe (dovuti alla deposizione).

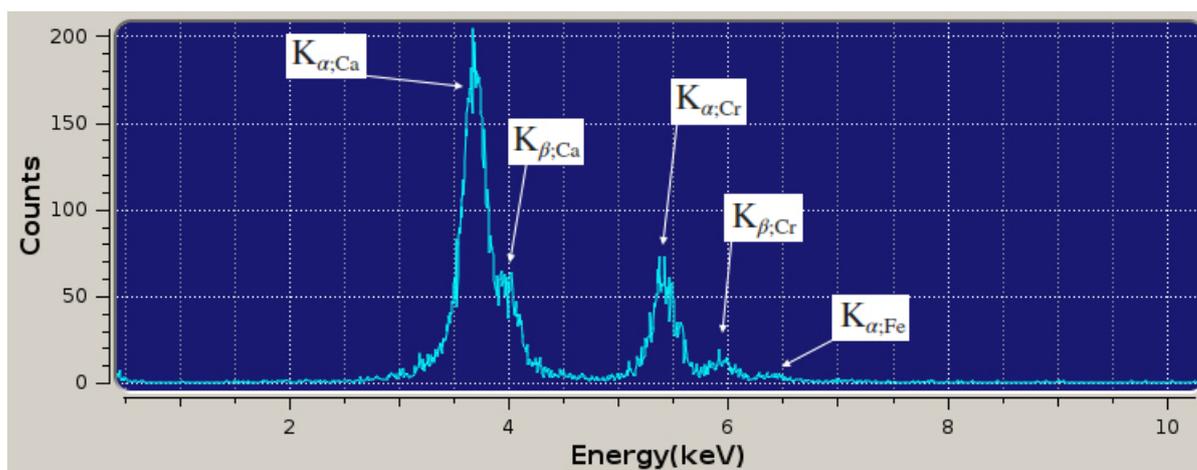


Figura 5.10: Spettro relativo alla mappa delle deposizioni dello *standard Edmund Optics*.

³Ogni elemento è composto da tre linee di cromo di uguali dimensioni.

la mappa del *merge* delle due scansioni è mostrata in Figura 5.11, dalla quale è evidente come si sia ai limiti di capacità di risoluzione dello strumento, il che è ragionevole poiché il nostro collimatore è di circa di $400 \mu m$.

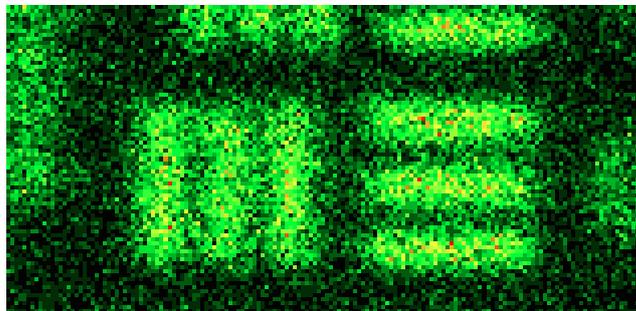


Figura 5.11: *Merge* delle due mappe ottenute dalle due scansioni eseguite sullo *standard* della *Edmund Optics*.

5.3.2 Risultati ottenuti al microfascio

Di *default*, la visualizzazione degli spettri avviene ponendo i canali sull'asse delle x . Quello che ci interessa, per poter meglio identificare i vari elementi presenti all'interno del campione analizzato, sono le energie. Va quindi effettuata la calibrazione. Come precedentemente spiegato, questa viene generalmente fatta acquisendo lo spettro di un campione noto. Nel nostro caso è stato utilizzato lo spettro ottenuto da una delle acquisizioni fatte sul campione di ottone e vetro. L'ottone, infatti, è composto da rame e zinco mentre il vetro da silicio e calcio. Lo spettro da noi considerato è visibile in Figura 5.12.

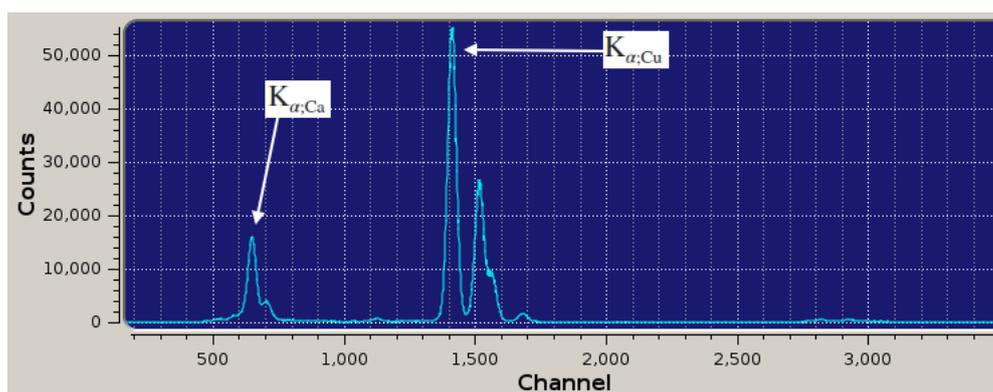


Figura 5.12: Spettro di una delle acquisizioni effettuate sulla cornice di ottone con vetro prima della calibrazione. Sull'asse delle x , infatti, ci sono i canali.

In particolare, sono stati presi in considerazione il picco con il maggior numero di conteggi, quello della riga K_α del rame, ed il picco sulla sinistra, che corrisponde alla riga K_α del calcio. Il canale corrispondente alla K_α del rame è il 1418 e

l'energia corrispondente è 8.048 keV mentre il canale corrispondente alla K_{α} del calcio è il 650 con energia pari a 3.692 keV . Questi valori sono stati inseriti nella finestra *Calculate Calibration* (descritta nella sezione 4.3) e sono stati ottenuti il coefficiente angolare m e l'intercetta q della retta di calibrazione, come mostrato nella Figura 5.13.

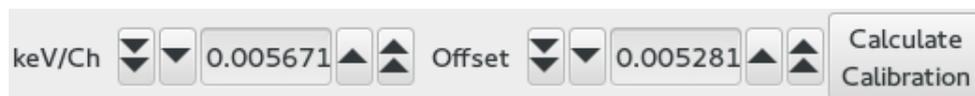


Figura 5.13: Coefficienti della retta di calibrazione così come vengono visualizzati nella finestra di interfaccia utente.

Il risultato è visibile in Figura 5.14.

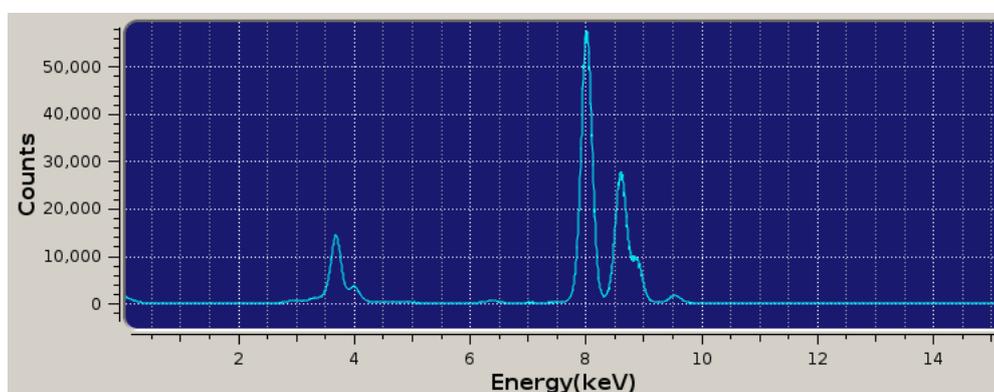


Figura 5.14: Spettro che si ottiene dopo aver effettuato la calibrazione. Sull'asse delle x ora ci sono le energie.

Una volta effettuata la calibrazione, le prime mappe che sono state visualizzate sono quelle fatte sulla cornice di ottone e vetro. Queste misure sono interessanti perchè mostrano come un sistema a più rivelatori permetta di avere maggiori informazioni sulla tridimensionalità e sulla geometria del campione, in particolare su eventuali dissimmetrie. In questo specifico caso ci troviamo di fronte ad un oggetto che non è piatto ma che si sviluppa in profondità. La cornice di ottone ed il vetrino, infatti, non sono sullo stesso piano in quanto il vetro si trova dietro la cornice. Tra l'ottone ed il vetro, quindi si viene a creare una sorta di scalino. Quello che ci si aspetta di vedere, come già spiegato, è un'ombra a ridosso della zona in cui si passa dall'ottone al vetro. Questo è un effetto di parallasse dovuto al fatto che i rivelatori si trovano a 45° rispetto alla direzione di propagazione del fascio.

Per cercare di comprendere meglio quello che succede, supponiamo di essere a cavallo del fascio. Quando il campione si muove, si arriva ad un punto in cui i raggi X emessi dalla zona del vetro limitrofa all'ottone sono assorbiti dallo

spessore della cornice e quindi uno dei due rivelatori, in particolare quello a destra secondo il nostro sistema di riferimento, sarà cieco a tali raggi X e non potrà dunque rivelarli, a differenza del rivelatore sulla sinistra. Quella che si ottiene è una mappa con una zona d'ombra in cui i conteggi sono molto inferiori in numero, in quanto, appunto, sono dovuti soltanto a uno solo dei due rivelatori (Figura 5.15).

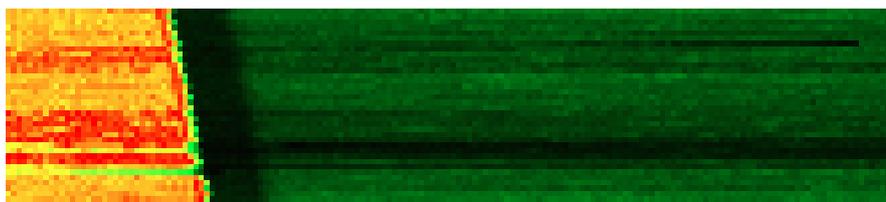


Figura 5.15: Mappa di dimensioni 17×4 mm ottenuta da una scansione fatta sulla cornice di ottone e vetro. È evidente la zona d'ombra dovuta all'effetto di parallasse.

Abbiamo osservato che tutte le mappe acquisite presentano disomogeneità rappresentati da delle righe, più o meno larghe, distribuite su tutta l'area. Questa condizione era del tutto inaspettata poichè sia il vetro che la cornice in ottone sono materiali molto omogenei. Due esempi sono mostrati in Figura 5.16.

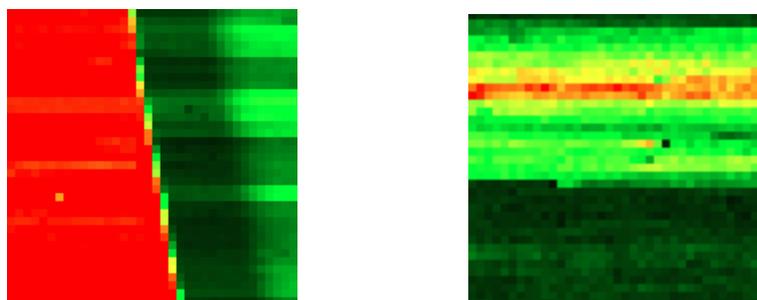


Figura 5.16: Mappe che presentano evidenti disomogeneità. Quella a sinistra è una mappa ottenuta facendo una scansione a cavallo tra ottone e vetro, quella a destra è ottenuta facendo una scansione soltanto sulla cornice di ottone.

Escluso che le cause di tale disomogeneità fossero dovute al *target* (una lastra di ottone liscia, pulita ed omogenea, come verificato al microscopio ottico), al sistema di motorizzazione (abbiamo cambiato tutti e tre i motori) e al sistema di rivelazione (i test con la sorgente di ^{57}Co erano del tutto normali), abbiamo monitorato la corrente di fascio col *Beam Profile Monitor* posto prima dello *Switching Magnet*. Si è così potuto constatare che i problemi riscontrati sulle mappe erano dovuti ad una importante instabilità del fascio. Questa era dovuta principalmente alla sorgente di protoni. Gli effetti delle instabilità, le quali hanno tempi caratteristici brevi (dalla frazione di secondo alla decina di secondi) possono essere diminuiti sommando più misure equivalenti. Infatti, essendo questi

effetti di tipo casuale, la somma diventa sempre più omogenea all'aumentare del numero delle misure. Questo si fa attraverso l'opzione *Merge File* precedentemente descritta nella sezione 4.2. Un esempio è riportato in Figura 5.17, dove si può notare una netta diminuzione di disomogeneità nella mappa (c) che è la somma delle altre due mappe. Ovviamente, maggiore è il numero di mappe che si sommano e maggiore sarà l'omogeneità della mappa risultante.

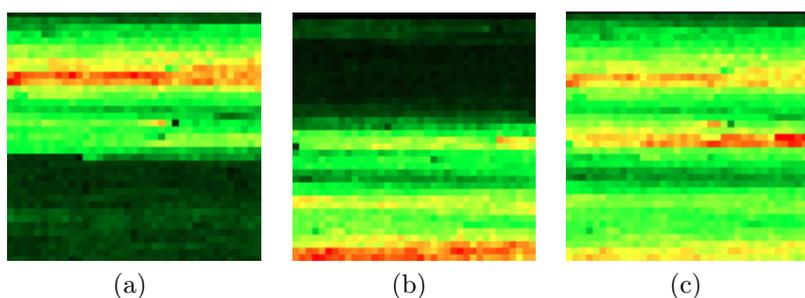


Figura 5.17: La mappa (c) è la somma delle mappe (a) e (b).

Problemi di disomogeneità sono emersi anche durante le misure eseguite sulla carta preparata al piombo, come mostrato in Figura 5.18. Queste mappe sono ottenute considerando tutti i canali dello spettro e le differenze sono evidenti: la mappa (c) risulta sostanzialmente omogenea se paragonata, ad esempio, alla mappa (b).

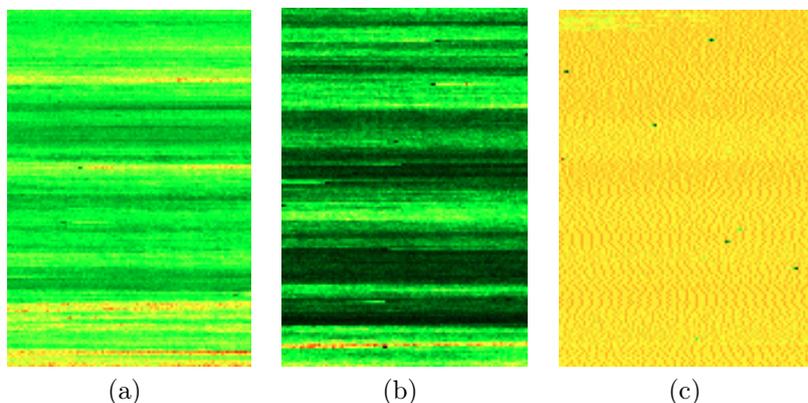


Figura 5.18: Alcune delle mappe ottenute dalle scansioni fatte sul disegno della testa dell'aquila fatta con la punta di piombo.

Lo stesso effetto, ovviamente, si ha selezionando il picco della L_{α} del piombo e guardando la mappa della testa dell'aquila. Questa operazione la si fa attraverso il comando *Change ch. interval* precedentemente descritto nella sezione 4.2. Il risultato è visibile in Figura 5.19.

È evidente la differenza tra la mappa (a) quasi completamente omogenea come sfondo e la mappa (b), dove a stento si riesce ad intravedere la testa dell'aquila a

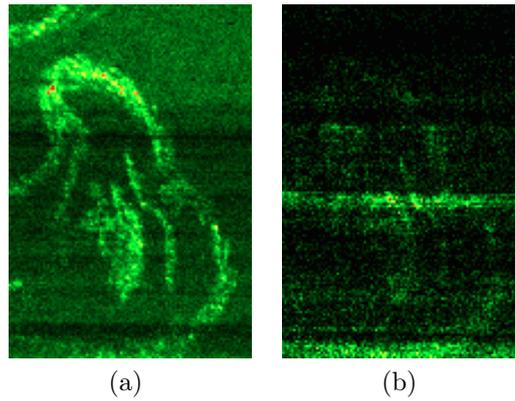


Figura 5.19: Mappe ottenute selezionando soltanto il picco del piombo.

causa delle fluttuazioni dei conteggi legate alle variazioni di corrente, che mascherano la variazione locale di conteggi di Pb effettivamente dovute alle differenti concentrazioni.

Naturalmente, anche in questo caso si può effettuare una somma di mappe per cercare di diminuire gli effetti dovuti alle oscillazioni di intensità del fascio, come mostrato in Figura 5.20.

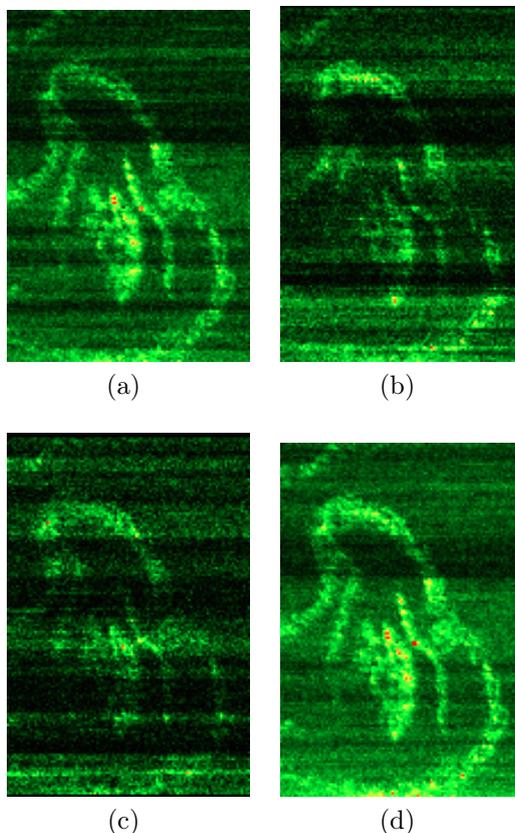


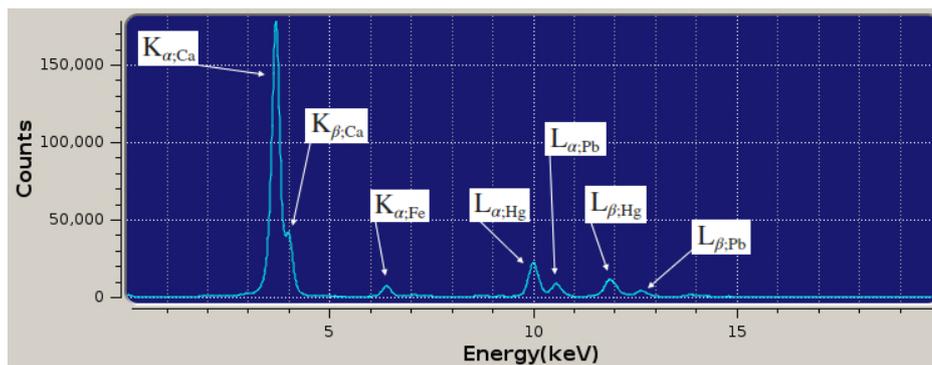
Figura 5.20: La mappa (d) è data dalla somma delle mappe (a), (b) e (c).

Questo effetto è evidenziabile anche direttamente dagli spettri. In Figura 5.21 è mostrato il confronto tra gli spettri delle mappe (a) e (d) di Figura 5.19. Gli elementi presenti sono: Ca, dovuto alla carta; Fe e Hg dovuti alla preparazione; Pb dovuto sia alla preparazione che al tratto lasciato dalla punta metallica.

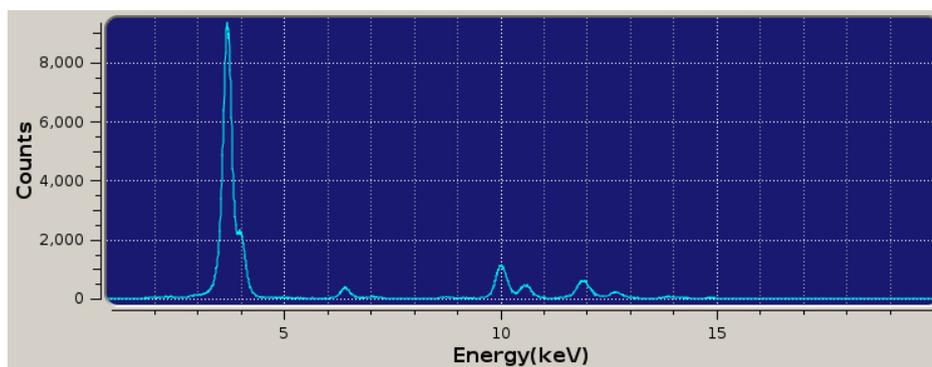
È evidente la differenza di conteggi nei due spettri. Nel primo, al picco relativo alla K_{α} del Ca corrispondono circa $1.8 \cdot 10^5$ conteggi e al picco relativo alla L_{α} del Pb (10.551 keV) corrispondono circa $9.7 \cdot 10^3$ conteggi mentre nel secondo spettro i conteggi sono rispettivamente $\sim 9.1 \cdot 10^3$ e $\sim 8 \cdot 10^2$.

Considerazioni del tutto analoghe possono essere fatte anche sulle mappe ottenute dalle scansioni effettuate sul disegno a punta di Ag.

Di seguito, in Figura 5.22, si riportano due mappe in cui è evidente il fatto che tale variazione di intensità porti ad un differente numero di conteggi e quindi ad una scarsa nitidezza dei dettagli presenti sul disegno. Possiamo notare come la mappa (a) contenga, seppur in maniera meno evidente rispetto alle mappe della



(a)



(b)

Figura 5.21: Spettri di due mappe della testa dell'aquila messi a confronto. Nello specifico, (a) spettro della mappa (a) di Figura 5.19 e (b) spettro della mappa (d) di Figura 5.19.

testa d'aquila, alcune strisce più scure associabili ad una diminuzione d'intensità del fascio.

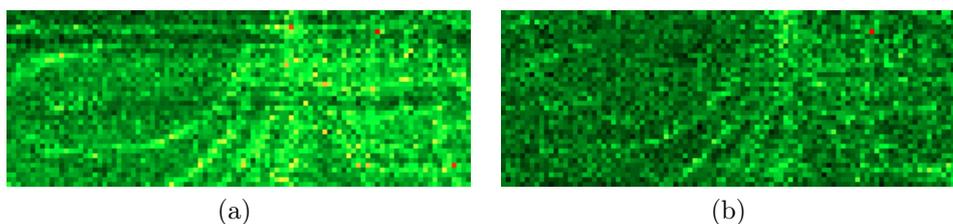
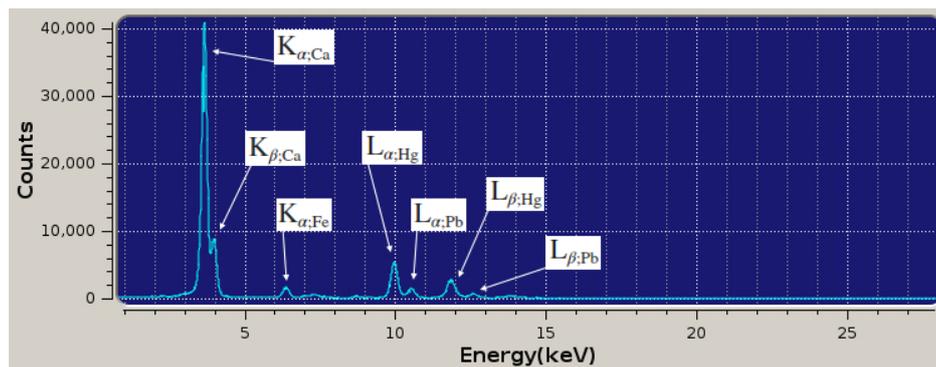


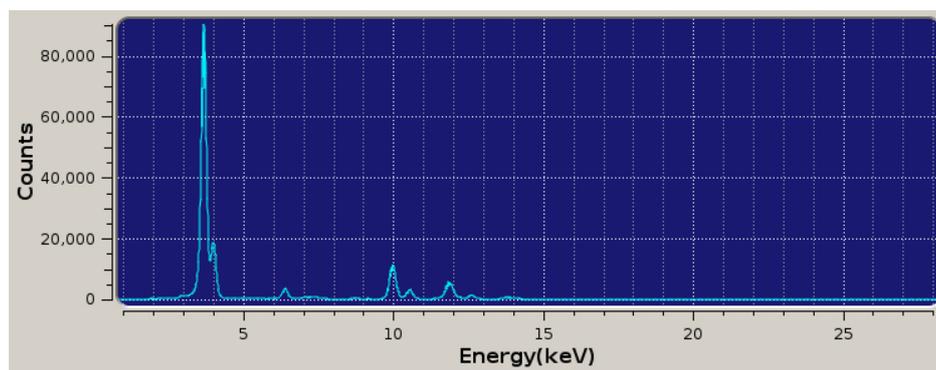
Figura 5.22: Due mappe del disegno fatto con la punta di Ag.

La differenza nel numero di conteggi è ovviamente apprezzabile anche osservando gli spettri. In Figura 5.23 si riportano gli spettri delle due mappe di Figura 5.22.

Nello spettro (b), relativo alla mappa con i dettagli più nitidi, al picco corrispondente alla K_{α} del Ca corrisponde un numero di conteggi pari a circa $9.1 \cdot 10^4$ mentre al picco corrispondente alla L_{α} del Pb corrisponde un numero di conteg-



(a)

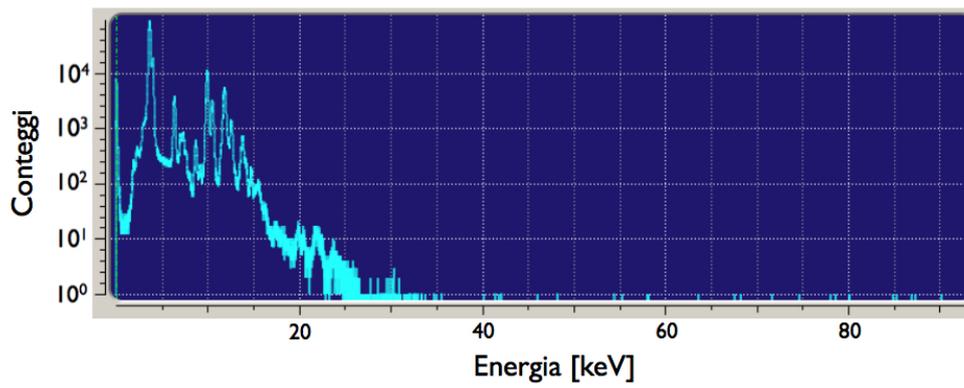


(b)

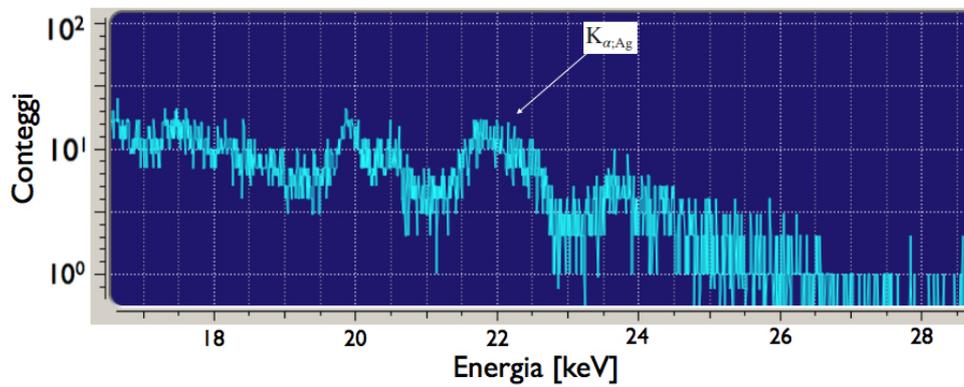
Figura 5.23: Spettri delle mappe (a) e (b) di Figura 5.22.

gi pari a circa $3.2 \cdot 10^3$. Nello spettro (a) suddetti picchi hanno dei conteggi, rispettivamente, pari a $\sim 4.1 \cdot 10^4$ e $\sim 1.3 \cdot 10^3$.

Da notare il fatto che, osservando lo spettro in scala lineare, non si riescono a vedere i picchi relativi alle righe K_{α} e K_{β} dell'Ag di energie rispettivamente pari a 22.163 keV e 24.943 keV che però appaiono se lo si guarda in scala logaritmica (Figura 5.24). Qui, facendo uno *zoom* nella zona di energia 22 keV , si può notare il picco della riga K_{α} e si può vedere che i suoi conteggi sono dell'ordine della decina.



(a)



(b)

Figura 5.24: (a) spettro in scala logaritmica di una delle mappe del disegno in punta di Ag; (b) zoom dello spettro sulla regione in cui cadono le righe di emissione K_{α} e K_{β} dell'Ag.

5.3.3 Risultati ottenuti con lo *scanner* XRF

Come nel caso delle misure fatte con il microfascio, anche nel caso dell'XRF il primo passo da fare è stato eseguire la calibrazione per trasformare i canali in energie. Di nuovo, è stata utilizzata la funzione *Calculate Calibration* e come riferimenti sono stati presi i picchi delle K_α del rame e dello zinco, i principali elementi che compongono l'ottone. I parametri della retta di calibrazione sono i seguenti:

$$m = 0.005575 \text{ [keV/Ch]}$$

$$q = 0.110909 \text{ [Conteggi]}$$

Eseguita la calibrazione, si è passati all'analisi delle mappe ottenute.

Come anticipato nella sezione 5.2, dalle prime mappe ottenute sulla cornice di ottone e vetro, un cui esempio è riportato in Figura 5.25, sono emerse alcune criticità.

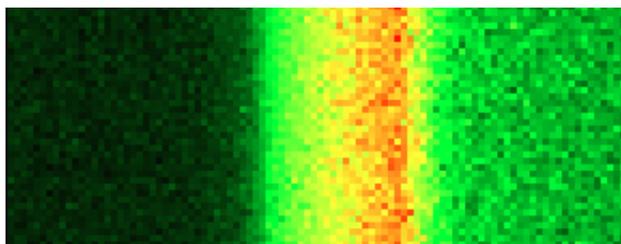


Figura 5.25: Mappa ottenuta da una delle scansioni eseguite sulla cornice di ottone e vetro, considerando però soltanto la distribuzione del rame.

Sulla parte sinistra della mappa c'è il vetro e dunque, osservando la distribuzione del Cu, ci si aspetta di non osservare conteggi ed è esattamente ciò che si riscontra. L'anomalia si osserva sulla parte destra della mappa, quella che corrisponde alla cornice di ottone. Ci si aspetterebbe infatti di vedere una zona sostanzialmente omogenea e con un elevato numero di conteggi, essendo l'ottone ricco di Cu. Ciò che si osserva, invece, è una prima riga verticale in cui i conteggi sono elevati e poi una diminuzione.

Sono emersi dei problemi anche osservando gli spettri di tali mappe. Un esempio è mostrato in Figura 5.26.

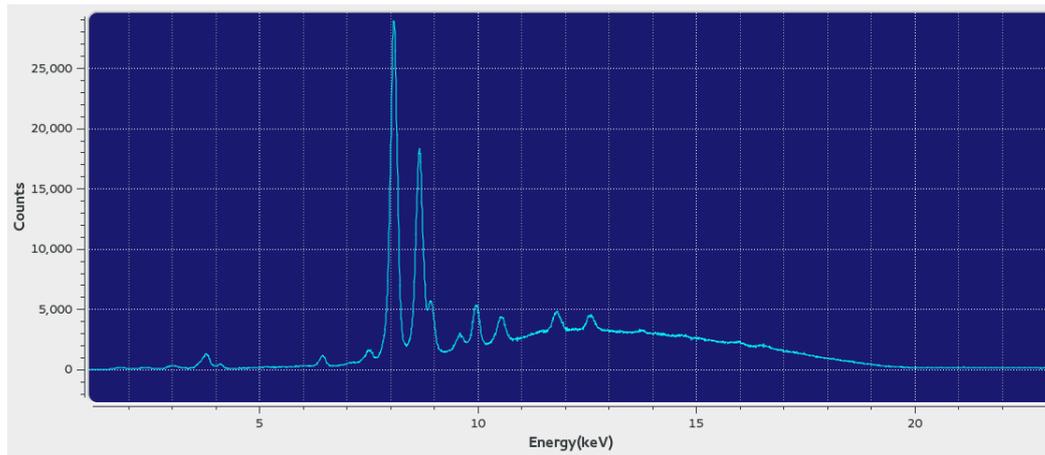


Figura 5.26: Spettro di una delle mappe della cornice di ottone e del vetro.

Ad alte energie è infatti evidente una sorta di “gobba” dovuta alla *bremsstrahlung* che negli altri spettri non si vedeva.

Per spiegare questi fenomeni, osservando l’apparato strumentale, siamo giunti ad alcune conclusioni:

- Il fuoco del sistema, che è dato dal punto di intersezione tra la direzione in cui vengono emessi i raggi X primari e le direzioni in cui guardano i due rivelatori, si trova totalmente all’interno del nasino di plastica che riveste la testa di misura. Questo è un primo problema in quanto il fuoco, per poter ottenere delle buone misure, deve stare sul campione che non può ovviamente essere inserito all’interno del nasino di plastica. Per dare un’idea del tipo di problema si pensi che uno spessore di plastica, quale quello del nasino, dello spessore di 1 *mm*, assorbe più del 50% dei raggi X del Cu.
- Nella testa di misura sono presenti due collimatori cilindrici, uno con diametro interno pari a 2 *mm* e uno con diametro interno pari a 400 μm (vedi Figura 5.27, dove A e B sono i due rivelatori, C e D sono i due collimatori e le frecce rosse indicano la radiazione emessa in tutte le direzioni). Ma per come è stato pensato questo primo prototipo, tali collimatori non sono a contatto. Come si può notare, non essendoci nulla che possa schermare la radiazione uscente dal primo collimatore, questa colpisce direttamente i rivelatori e causa la “gobba” della *bremsstrahlung*.

I primi due problemi sono risolvibili riprogettando il nasino di uscita. Per ovviare al terzo inconveniente abbiamo tolto il nasino di plastica lasciando scoperte le finestre di Be dei rivelatori e abbiamo reinserito il cono di ottone affinché schermasse la radiazione uscente dal primo collimatore. Questo nuovo *setup* è visibile in Figura 5.28.

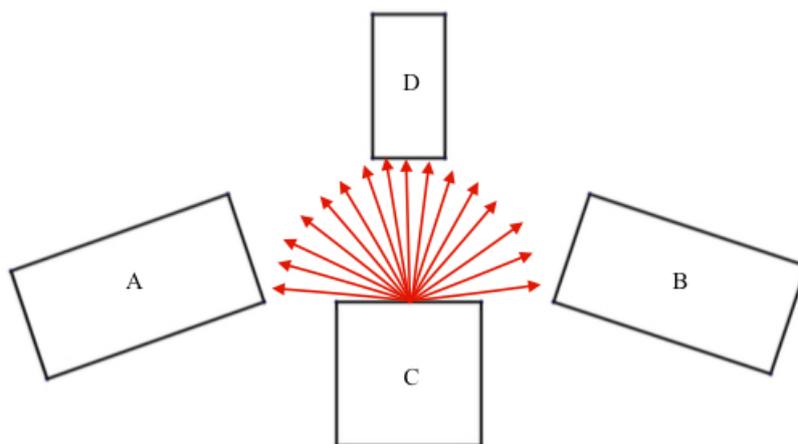


Figura 5.27: Schematizzazione non in scala della testa di misura.

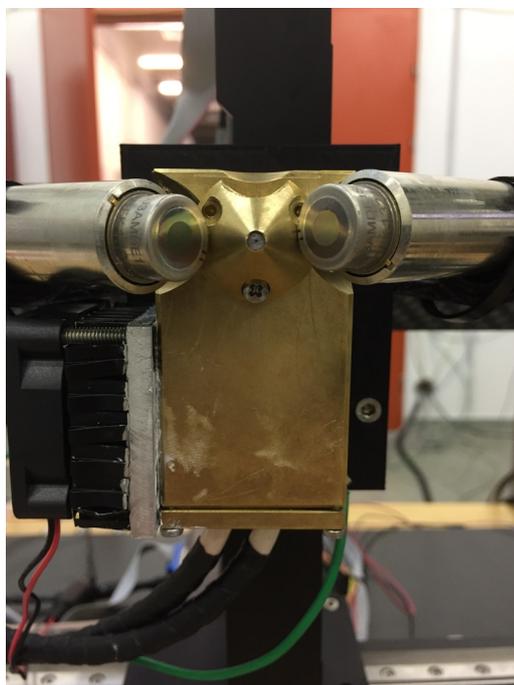


Figura 5.28: Vista frontale del *setup* di misura in cui sono visibili le finestrelle di berillio dei due rivelatori ed il cono di ottone che circonda i collimatori.

Con questo nuovo *setup* abbiamo ripetuto la misura precedente e lo spettro questa volta non ha alcun aspetto anomalo, come si può vedere in Figura 5.29.

Si può notare che la curva dovuta alla *bremsstrahlung* è praticamente sparita, a dimostrazione del fatto che il problema era dovuto alla radiazione uscente dal primo collimatore e che ora è schermata dal cono di ottone.

Sono quindi state effettuate le misure sulla carta preparata al piombo. Alcuni dei risultati delle scansioni effettuate sui disegni a punta di piombo e a punta di rame sono visibili in Figura 5.30.

Le misure fatte confermano la flessibilità del nuovo sistema, che consente di la-

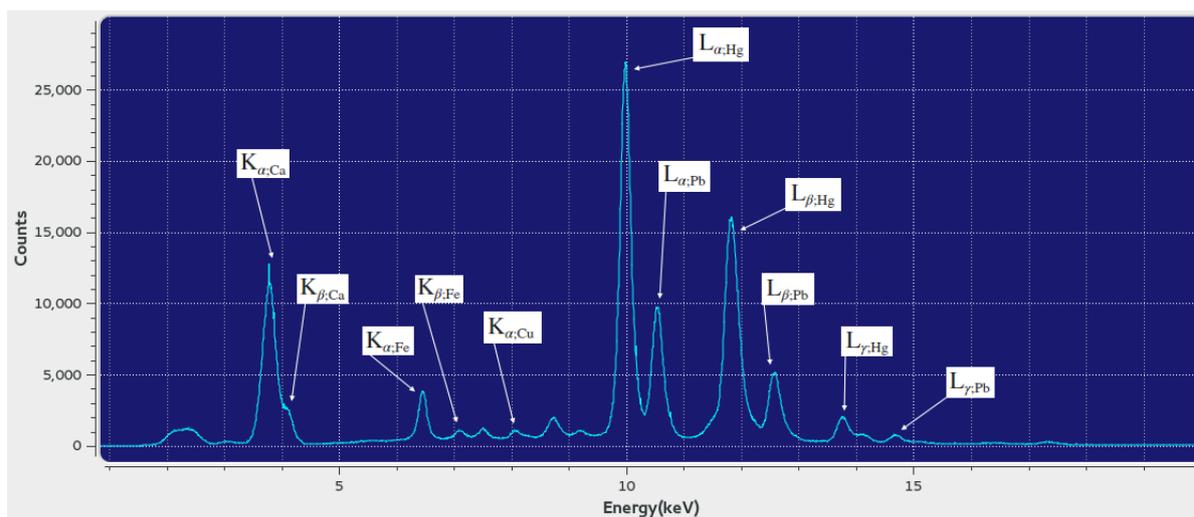


Figura 5.29: Spettro di una delle mappe ottenute dalle scansioni fatte sulla testa dell'aquila.

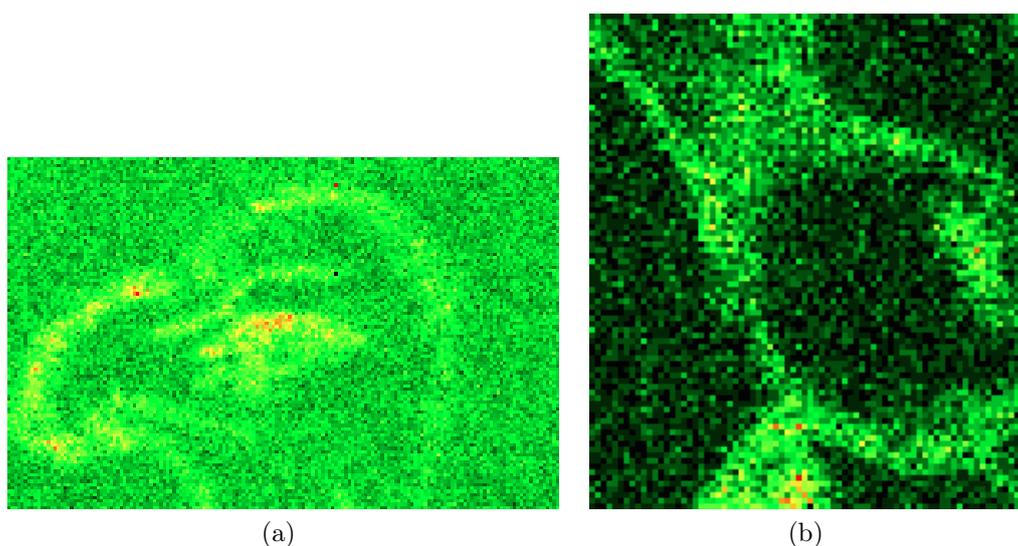


Figura 5.30: (a) una delle mappe della testa dell'aquila (Pb); (b) una delle mappe della testa dell'oca (Cu).

vorare sia su un sistema fisso come il canale di microfascio dell'acceleratore che su un sistema portatile come lo *scanner* XRF.

Questo nuovo sistema di acquisizione e scansione a due rivelatori consente di ottenere la stessa quantità di informazioni in minor tempo rispetto al *setup* precedente. Nel nostro caso, utilizzando due rivelatori identici, alla stessa distanza dal campione, il tempo di acquisizione si dimezza, a parità di numero di conteggi, rispetto al sistema monorivelatore.

Disponendo di più rivelatori, si riesce anche ad avere indicazioni sulla struttura in profondità del campione, impossibile da ottenere con un singolo rivelatore (vedi

misure sulla cornice di ottone).

Il nuovo sistema di acquisizione: consente di fare acquisizioni multitecnica (ad esempio 1 rivelatore PIXE più 1 rivelatore PIGE, oppure 1 rivelatore PIXE più 1 rivelatore BS ecc.); può essere immediatamente scalato fino a 8 rivelatori (il numero massimo di canali immediatamente disponibili sul sistema di acquisizione VME), rendendo quindi subito disponibili sistemi completamente multitecnica; potrà gestire completamente l'acquisizione su canali complessi, come quello del microfascio, dove sono già disponibili 3 rivelatori PIXE, un PIGE, un BS, un IBIL e due rivelatori *Forward Scattering* (FS).

Nel corso di questa tesi è stato sviluppato un nuovo *scanner* XRF a due rivelatori che ovviamente è stato equipaggiato con il nuovo sistema sviluppato. Proprio la possibilità di lavorare con due rivelatori ha consentito di identificare problemi nell'allestimento meccanico del nuovo scanner. Grazie a questi test, come vedremo meglio nel prossimo capitolo, la meccanica del nuovo *scanner* è stata completamente ridisegnata per superare tali problemi.

Capitolo 6

Conclusioni e prospettive

L'utilizzo di tecniche atomiche e nucleari risulta di grande interesse per diversi ambiti di ricerca quali, ad esempio, la geologia, le scienze ambientali ed i Beni Culturali. In quest'ultimo caso, ormai da decenni, si ricorre alle tecniche di *Ion Beam Analysis (IBA)* e *X-Ray Fluorescence (XRF)* per svolgere indagini non distruttive e non invasive di tipo chimico e fisico su diversi tipi di campioni, come affreschi, dipinti e reperti archeologici di vario genere (manufatti, gioielli ecc.).

Le informazioni che si possono estrarre dall'utilizzo delle tecniche IBA e XRF sono molteplici e sono utili sia per le finalità di restauro che per indagini di tipo storico e geografico. È infatti possibile indagare la composizione elementare del campione sia superficialmente che in profondità, rivelando sia gli elementi più leggeri che quelli più pesanti; si possono rivelare i cosiddetti elementi in traccia, cioè quegli elementi presenti in poche decine di parti per milione utili per datare il campione e per determinarne la provenienza; si possono ottenere informazioni sullo stato di conservazione; si possono evidenziare i cosiddetti pentimenti dell'artista ed eventuali interventi di restauro precedenti.

La direzione verso cui si stanno muovendo tutti i laboratori che fanno ricerca nell'ambito dei Beni Culturali utilizzando le tecniche IBA e XRF, è quella di sviluppare sistemi multirivelatore. Questi presentano numerosi vantaggi:

- utilizzare contemporaneamente un maggior numero di tecniche di indagine, anche complementari tra loro.
- aumentare dell'angolo solido di rivelazione che consente di rivelare un maggior numero di eventi a parità di tempo di scansione o diminuire la dose fornita a parità di statistica.
- avere una maggiore probabilità di rivelare eventi provenienti da piccole quantità di elementi nel campione.

- diminuire il tempo necessario ad estrarre informazioni utili da una scansione. Questo aspetto è importante soprattutto per gli *scanner* portatili in quanto il tempo a disposizione, ad esempio in un museo, per effettuare le indagini è limitato.

Partendo dal sistema di acquisizione e scansione monorivelatore sviluppato al LABEC, l'obiettivo di questo lavoro di tesi è stato quello di estendere le capacità del sistema per gestire un'acquisizione multirivelatore mantenendo tutte le caratteristiche già esistenti. Il sistema consiste in una parte hardware e software dove quest'ultima è scritta con i linguaggi *C* e *C++* ed utilizza le librerie *Qt* per costruire l'interfaccia grafica. Tale software gestisce la scansione, l'acquisizione tramite i rivelatori, la digitalizzazione dei segnali, la visualizzazione e l'analisi delle mappe elementali e gli spettri.

Una delle necessità era quella di rendere il *software* il più versatile possibile per l'utente, dando la possibilità da una parte di poter scegliere se lavorare con entrambi i rivelatori o con i due rivelatori in modo separato e dall'altra di poterlo adattare a qualsiasi tipo di tecnica. Inoltre, il sistema è stato pensato per poter essere utilizzato sia con strumenti portatili in cui a muoversi è la testa di misura, che ai punti di misura degli acceleratori di particelle dove è il campione che si muove davanti al fascio.

Per trasformare il sistema monorivelatore in un prototipo birivelatore, nel codice sono stati aggiunti i parametri relativi al secondo rivelatore. È stata quindi modificata la modalità di salvataggio dei dati aggiungendo un identificatore diverso per ognuno dei due rivelatori in modo tale da mantenere separati i dati provenienti dall'uno e dall'altro. A tal proposito, nella finestra di visualizzazione dello spettro, è stato creato un apposito pulsante che consente all'utente di scegliere se visualizzare lo spettro o la mappa del primo rivelatore, del secondo o di entrambi.

A causa della diversa distribuzione degli eventi relativi ai due rivelatori nei canali del digitalizzatore, è stato riscontrato un effetto di sfasamento tra i due spettri che è stato risolto operando una calibrazione lineare che adattasse uno spettro all'altro. Questo processo, però, porta ad una perdita di informazione che si traduce nel fatto che, dopo la calibrazione, i conteggi relativi ad alcuni canali si azzerano. La soluzione da noi proposta è stata quella di effettuare un'interpolazione lineare tra il canale precedente e quello successivo al canale con conteggi pari a zero.

Per caratterizzare il sistema sviluppato, sono state eseguite prove sia al canale di microfascio dell'acceleratore Tandetron, dove è stata utilizzata la tecnica *PIXE* (*Particle Induced X-ray Emission*), sia con lo *scanner* XRF. Sono state

eseguite prove per la stima dello spot del fascio e prove per verificare gli effetti di non planarità del campione. Nel secondo caso sono state fatte anche misure di risoluzione spaziale.

Nello specifico, per valutare le dimensioni dello spot del microfascio, sono state fatte scansioni lineari passando dall'interno di una lastra di Ta all'esterno (metodo *knife edge*). Queste misure sono state eseguite in diversi momenti e diverse condizioni di trasporto del fascio: per il primo è stato trovato uno spot di $380 \mu m \pm 10 \mu m$ mentre per il secondo $200 \mu m \pm 10 \mu m$.

Misure su un campione composto da una cornice di ottone ed un vetro hanno dimostrato come particolari geometrie del *setup* multirivelatore possano mettere in evidenza la eventuale non planarità del campione. Grazie ad un effetto di parallasse, infatti, sulle mappe è possibile vedere un'ombra in corrispondenza dello scalino che c'è tra il vetro e l'ottone. Tale ombra è data dal fatto che per un tratto della scansione uno dei due rivelatori è cieco ai raggi X provenienti dal vetro (raggi X caratteristici del Si e del Ca) in quanto questi sono in parte schermati dalla cornice di ottone.

Infine, oltre a queste prove di caratterizzazione, sono state fatte anche misure su una carta preparata al piombo in cui sono presenti disegni fatti con diverse punte metalliche (Au, Cu, Pb e Ag). Questi campioni, che sono di particolare interesse per i Beni Culturali, richiedono una elevata sensibilità di rivelazione poichè la quantità di materiale depositata dalle punte metalliche è molto piccola (dell'ordine del $\mu g/cm^2$). Dalle mappe fatte sul disegno a punta di Pb, si vede che il sistema è riuscito a discriminare tra il fondo ed il disegno stesso. Inoltre, le mappe mostrano il vantaggio delle analisi a scansione rispetto a quelle puntuali.

Prima di eseguire le misure con lo *scanner* XRF, è stato fatto un *upgrade* dell'*hardware*. In questo primo prototipo, i due rivelatori sono stati posizionati a 50° rispetto alla direzione del fascio primario; è stato tolto il *case* di ottone che schermava la radiazione uscente dal tubo facendone passare soltanto una frazione grazie a dei collimatori; i due rivelatori sono stati posizionati vicino alla finestra di uscita del fascio primario e sono stati inseriti all'interno di un "nasino" di plastica.

Davanti alla finestra di uscita del tubo a raggi X dello *scanner* XRF è stato posizionato un collimatore da $400 \mu m$ e dunque non è stato necessario svolgere prove di caratterizzazione per determinare le dimensioni dello *spot* del fascio. Sono state eseguite prove di risoluzione spaziale con lo *standard* Edmund Optics prendendo in considerazione l'elemento 3 del gruppo 0 al quale corrisponde una risoluzione spaziale di 1.26 coppie di linee per *mm* e ciò significa che ogni linea (sia piena che vuota) è larga $400 \mu m$, che è proprio la dimensione dello *spot* del fascio. Come ci aspettavamo la spaziatura pieno-vuoto appare distinguibile nella

mappa X mostrando che siamo al limite della capacità di risoluzione spaziale dello strumento.

Le prove su un campione non planare (la cornice di ottone e vetro utilizzata al microfascio) hanno messo in evidenza degli errori nella struttura meccanica. Si è infatti visto che l'angolo a cui sono stati posizionati i rivelatori è troppo grande e questo comporta un posizionamento del fuoco del sistema troppo vicino alla testa di misura e quindi lontano dal campione. Inoltre, se davanti alla finestra di Be del tubo a raggi X si toglie la schermatura di ottone, parte della radiazione primaria finisce direttamente sui rivelatori facendo comparire negli spettri una componente di *bremstrahlung*.

Le soluzioni a questi problemi sono già state trovate e il nuovo *scanner* è in corso di allestimento: si è cambiata configurazione posizionando un rivelatore lateralmente rispetto al tubo a raggi X con un'angolazione di 45° , mentre il secondo verrà posizionato al di sopra del tubo, esattamente come era nella configurazione monorivelatore, dove non risente dell'ingombro dell'asse motorizzato. Inoltre verrà reinserito il cono di ottone che scherma i rivelatori dalla radiazione primaria. Questa nuova configurazione consente nuovamente l'uso di coni di plastica per il flusso dell'He. Questo nuovo *setup* è mostrato in Figura 6.1.

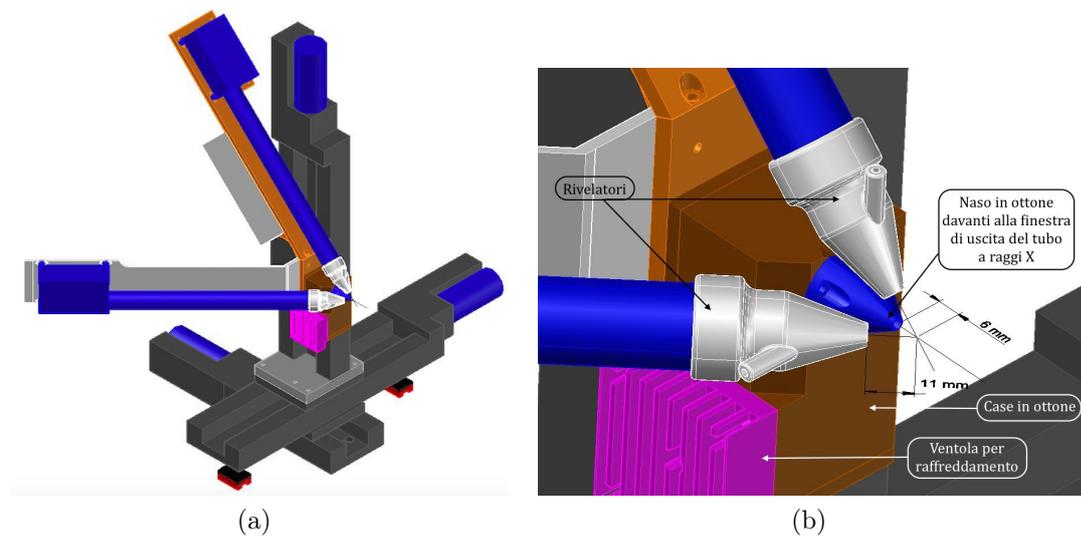


Figura 6.1: (a) vista globale del nuovo setup hardware; (b) ingrandimento sulla testa di misura.

Evidenziato il problema dell'allestimento meccanico del primo prototipo, il problema è stato temporaneamente risolto lavorando senza nasino per l'He e reinserendo il cono di ottone per la schermatura della radiazione primaria. I disegni presi in considerazione per le misure sono quelli fatti con la punta di Pb e con la punta di Cu. Il test del sistema, ancorché nell'allestimento provvisorio, è

stato positivo: le mappe che si ottengono sommando i contributi dei due rivelatori sono migliori (si vedono più dettagli ed il contrasto è maggiore) rispetto a quelle ottenute con un solo rivelatore, grazie all'aumento della statistica. Un esempio è riportato in Figura 6.2 dove sono mostrate le mappe ottenute dai singoli rivelatori e dalla loro somma.

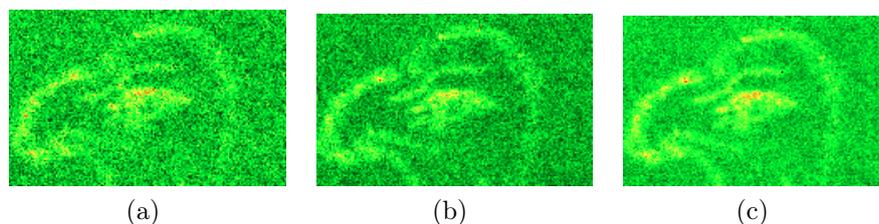


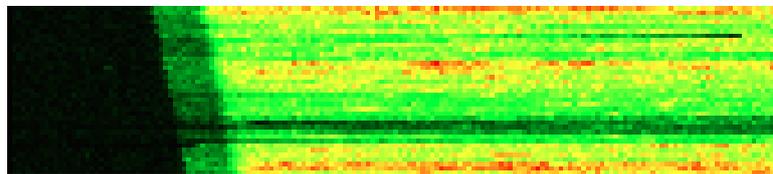
Figura 6.2: Mappe ottenute dalla stessa scansione con lo *scanner* XRF sul disegno a punta di Pb. (a) mappa relativa al primo rivelatore, (b) mappa relativa al secondo rivelatore, (c) mappa ottenuta sommando (a)+(b).

Questa tesi apre le porte a numerose linee di ricerca al LABEC che prevedono l'utilizzo di più rivelatori sia sull'acceleratore che sullo *scanner* portatile e quindi la possibilità di fare analisi multitecnica. Abbiamo già sviluppato un prototipo preliminare che può lavorare con otto rivelatori e quindi abbiamo già un sistema in grado di controllare oltre ai due rivelatori X di alta e bassa energia, anche il rivelatore X, che consente di avere una misura *live* ed indiretta della corrente del fascio grazie alla rivelazione dei raggi X caratteristici del silicio della finestra di estrazione di Si_3N_4 , il rivelatore γ usato per la tecnica PIGE, il rivelatore per la IBIL e i tre rivelatori di particelle per BS e FS. Oltre all'informazione aggiuntiva sulla carica del fascio che permetterà di normalizzare le misure effettuate sui campioni e di ridurre eventuali variazioni dovute alle fluttuazioni d'intensità, si ha già un sistema predisposto per le analisi multitecnica.

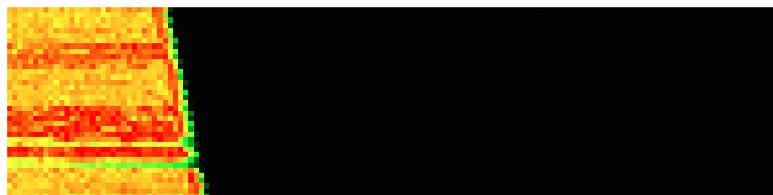
In conclusione, si può affermare che l'obiettivo prefissato all'inizio di questo lavoro è stato ampiamente raggiunto in quanto ora il laboratorio LABEC è dotato di un sistema di acquisizione multirivelatore funzionante, adattabile a qualsiasi tipo di tecnica, che sia questa IBA o XRF, ed utilizzabile sia sui canali dell'acceleratore che sullo *scanner* portatile.

Appendice A

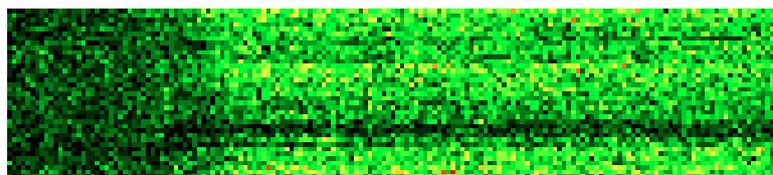
Immagini supplementari



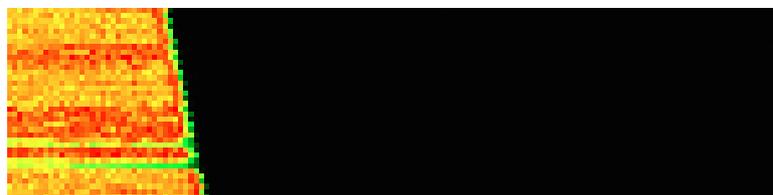
(a) *Mappa del Ca*



(b) *Mappa del Cu*



(c) *Mappa del Si*



(d) *Mappa dello Zn*

Figura A.1: Mappe della cornice in ottone con vetro ottenute selezionando soltanto gli intervalli di energia relativi alle righe di emissione K_{α} di calcio, rame, silicio e zinco.

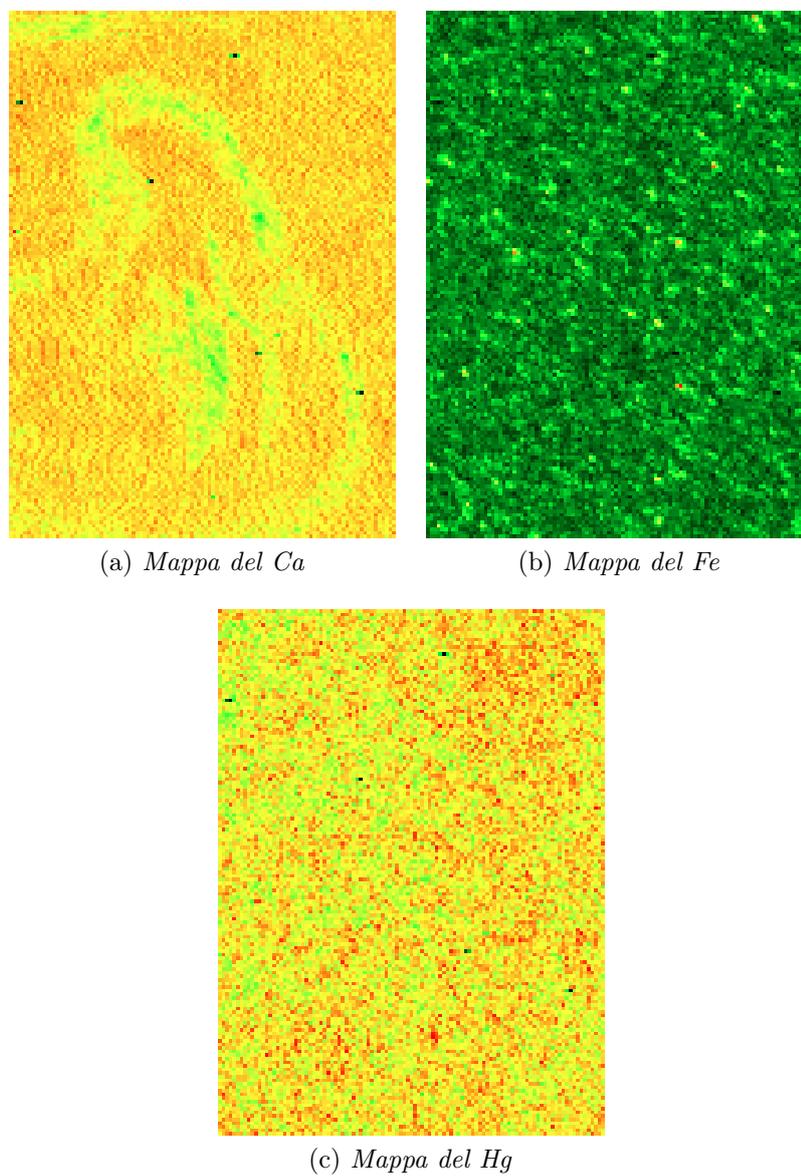
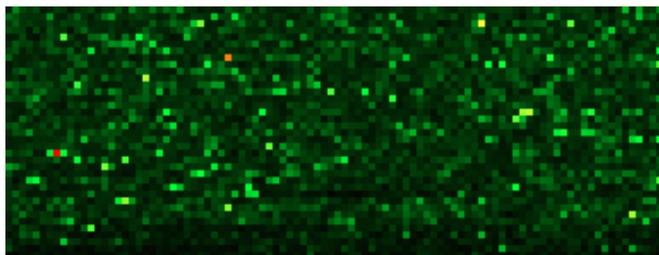
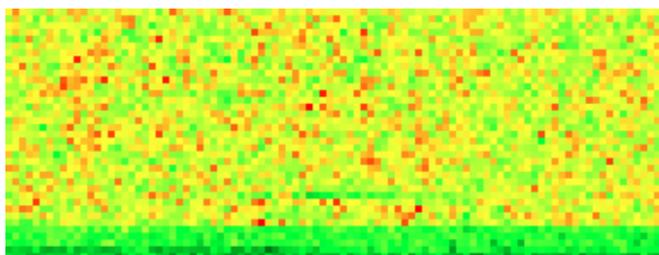


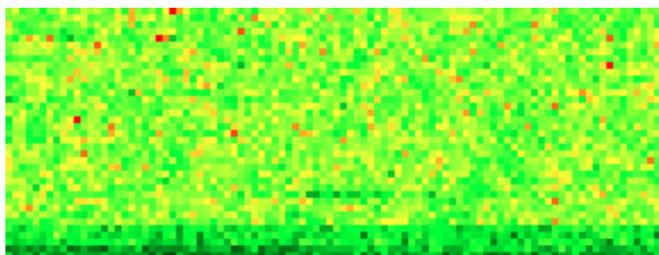
Figura A.2: Mappe del disegno in punta di piombo ottenute selezionando soltanto gli intervalli di energia relativi alle righe di emissione K_{α} di calcio e ferro e L_{α} del mercurio.



(a) *Mappa del Fe*



(b) *Mappa del Hg*



(c) *Mappa del Pb*

Figura A.3: Mappe del disegno in punta d'argento ottenute selezionando soltanto gli intervalli di energia relativi alle righe di emissione K_{α} del ferro e L_{α} del mercurio e del piombo.

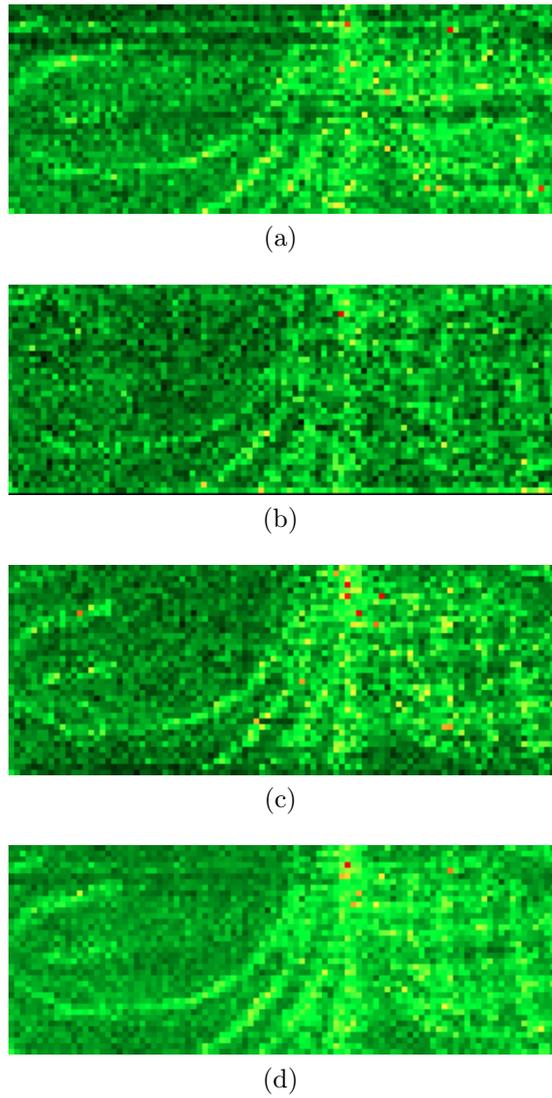


Figura A.4: La mappa (d) è la somma delle mappe (a), (b) e (c).

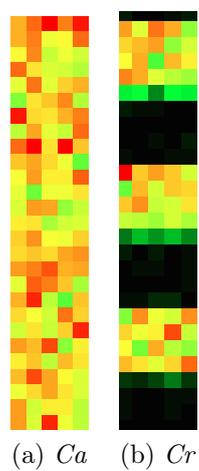


Figura A.5: Mappe dello *standard Edmund Optics* ottenute selezionando soltanto gli intervalli di energia relativi alle righe di emissione K_{α} del calcio del cromo.

Appendice B

Memoria condivisa (*Shared memory*)

La memoria condivisa è uno strumento di comunicazione interprocesso (*IPC-Interprocess Communication*) molto veloce ed efficiente che permette lo scambio di dati tra processi che lavorano nello stesso momento. Un processo crea un segmento di memoria nella *RAM* (*Random Access Memory*) attraverso la funzione `shmget()`, da condividere poi con tutti gli altri processi che ne hanno il *permesso*.

Tale segmento di memoria condivisa è descritto da una struttura di controllo con un *identificatore* unico, chiamato `shmid`, che punta ad un'area di memoria fisica. La sintassi è la seguente:

```
int shmid;  
shmid = shmget(key_t key, size_t size, int shmflg);
```

dove l'argomento `key` è il valore di accesso al segmento di memoria, l'argomento `size` è la dimensione in *bytes* del segmento di memoria che si vuol condividere e `shmflg` specifica i permessi di accesso ed i *flag* di controllo e creazione. Il valore di quest'ultimo può essere:

- `IPC_CREAT`: crea un nuovo segmento. Se questa *flag* non è utilizzata allora la funzione `shmget()` cerca il segmento associato all'argomento `key` e controlla che l'utente abbia il permesso per accedere al segmento di memoria.
- `IPC_EXCL`: è utilizzato insieme a `IPC_CREAT` per determinare il “fallimento” del processo qualora il segmento esista già.

Una volta creato, un segmento di memoria condivisa può essere collegato allo spazio di indirizzamento del processo con la funzione `shmat()` e scollegato con la

funzione `shmdt()`. Una volta collegato con `shmat()`, il segmento può essere letto o scritto a patto che il processo abbia i *permessi* necessari per farlo.

I permessi possono essere modificati attraverso la funzione `shmctl()` la cui sintassi è

```
int shmctl(int shmid, int cmd, struct shmid_ds *buf);
```

dove l'argomento `cmd` specifica il comando e può avere diverse funzioni, come `SHM_LOCK` che blocca il segmento o `SHM_UNLOCK` che sblocca il segmento o ancora `IPC_RMID` che rimuove il segmento, tanto per fare alcuni esempi.

`buf` è una struttura di tipo `struct shmid_ds`, definita nella libreria `<sys/shm.h>`.

Diamo un'occhiata alle funzioni `shmat()` e `shmdt()`:

```
void *shmat(int shmid, void *shmaddr, int shmflg);  
int shmdt(const void *shmsddr);
```

`shmat()` collega il segmento di memoria condivisa, identificato da `shmid` e creato con la funzione `shmget()`, con l'indirizzo del processo che lo vuol utilizzare. Tale indirizzo è specificato da `shmaddr` secondo questi criteri:

- Se `shmaddr` è `NULL` e `shmflg` è uguale a `SHM_RND`, il collegamento avviene con l'indirizzo uguale a `shmaddr`.
- Se `shmflg` è uguale a `SHM_RDONLY`, il segmento è collegato solo in lettura. Diversamente, il segmento è collegato sia in lettura che in scrittura e ovviamente il processo che vuol accedere al segmento deve avere i *permessi* necessari. Non c'è la possibilità di creare un segmento che sia collegato solamente in scrittura.

`shmdt()` scollega il segmento di memoria condivisa il cui indirizzo è specificato da `shmaddr`, che deve essere lo stesso indicato nella funzione `shmat()`.

Appendice C

Energie di emissione caratteristiche degli elementi

Z	Simbolo	K_α [KeV]	K_β [KeV]	L_α [KeV]	L_β [KeV]	M_α [KeV]	M_β [KeV]
11	Na	1.041					
12	Mg	1.254					
13	Al	1.487	1.560				
14	Si	1.740	1.839				
15	P	2.010	2.135				
16	S	2.308	2.464				
17	Cl	2.622	2.816				
18	Ar	2.954	3.187				
19	K	3.314	3.590				
20	Ca	3.692	4.013				
21	Sc	4.091	4.461				
22	Ti	4.511	4.934				
23	V	4.952	5.430				
24	Cr	5.415	5.949				
25	Mn	5.899	6.493				
26	Fe	6.405	7.061				
27	Co	6.930	7.651				
28	Ni	7.478	8.263	0.851	0.868		
29	Cu	8.048	8.906	0.930	0.949		
30	Zn	8.639	9.573	1.012	1.035		
31	Ga	9.252	10.264	1.100	1.122		
32	Ge	9.886	10.982	1.188	1.219		
33	As	10.544	11.726	1.282	1.317		
34	Se	11.222	12.496	1.379	1.419		

Z	Simbolo	K_α [KeV]	K_β [KeV]	L_α [KeV]	L_β [KeV]	M_α [KeV]	M_β [KeV]
35	Br	11.924	13.292	1.481	1.526		
36	Kr	12.651	14.111	1.581	1.632		
37	Rb	13.395	14.961	1.694	1.752		
38	Sr	14.165	15.835	1.806	1.872		
39	Y	14.958	16.738	1.923	1.996		
40	Zr	15.775	17.667	2.042	2.124		
41	Nb	16.615	18.623	2.166	2.257		
42	Mo	17.479	19.607	2.293	2.395		
43	Tc	18.367	20.619	2.424	2.537		
44	Ru	19.279	21.657	2.558	2.683		
45	Rh	20.216	22.724	2.697	2.834		
46	Pd	21.177	23.819	2.839	2.990		
47	Ag	22.163	24.943	2.984	3.151		
48	Cd	23.174	26.095	3.134	3.316		
49	In	24.210	27.276	3.287	3.487		
50	Sn	25.271	28.486	3.444	3.663		
51	Sb	26.359	29.726	3.605	3.843		
52	Te	27.472	30.995	3.769	4.030		
53	I	28.612	32.295	3.938	4.221		
54	Xe	29.779	33.624	4.108	4.413		
55	Cs	30.973	34.987	4.266	4.620		
56	Ba	32.194	36.378	4.466	4.827		
57	La	33.442	37.801	4.651	5.042		
58	Ce	34.720	39.258	4.840	5.263		
59	Pr	36.026	40.748	5.033	5.489		
60	Nd	37.361	42.271	5.230	5.722		
61	Pm			5.432	5.961		
62	Sm			5.636	6.206		
63	Eu			5.846	6.457		
64	Gd			6.058	6.713		
65	Tb			6.273	6.977		
66	Dy			6.495	7.248		
67	Ho			6.720	7.526		
68	Er			6.949	7.811		
69	Tm			7.180	8.102		
70	Yb			7.416	8.404		
71	Lu			7.656	8.709		
72	Hf			7.899	9.023	1.644	1.698

Z	Simbolo	K_α [KeV]	K_β [KeV]	L_α [KeV]	L_β [KeV]	M_α [KeV]	M_β [KeV]
73	Ta			8.146	9.343	1.709	1.766
74	W			8.398	9.672	1.773	1.834
75	Re			8.652	10.010	1.836	1.901
76	Os			8.910	10.354	1.908	1.977
77	Ir			9.175	10.708	1.978	2.052
78	Pt			9.412	11.071	2.049	2.127
79	Au			9.713	11.442	2.120	2.204
80	Hg			9.989	11.824	2.194	2.282
81	Tl			10.268	12.213	2.268	2.362
82	Pb			10.551	12.614	2.345	2.444
83	Bl			10.839	13.023	2.420	2.525
84	Po			11.131	13.444		
85	At			11.427	13.875		
86	Rn			11.727	14.317		
87	Fr			12.031	14.771		
88	Ra			12.340	15.236		
89	Ac			12.652	15.713		
90	Th			12.968	16.202	2.992	3.146
91	Pa			13.290	16.707		
92	U			13.615	17.220	3.166	3.337

Z	Simbolo	L_{η} [KeV]	L_{γ} [KeV]	M_{η} [KeV]	M_{γ} [KeV]
11	Na				
12	Mg				
13	Al				
14	Si				
15	P				
16	S				
17	Cl				
18	Ar				
19	K				
20	Ca				
21	Sc				
22	Ti				
23	V				
24	Cr				
25	Mn				
26	Fe				
27	Co				
28	Ni	0.760	0.000		
29	Cu	0.831	0.000		
30	Zn	0.907	0.000		
31	Ga	0.984	0.000		
32	Ge	1.068	0.000		
33	As	1.155	0.000		
34	Se	1.245	0.000		
35	Br	1.339	0.000		
36	Kr	1.435	0.000		
37	Rb	1.542	0.000		
38	Sr	1.649	0.000		
39	Y	1.762	0.000		
40	Zr	1.876	2.304		
41	Nb	1.996	2.461		
42	Mo	2.121	2.623		
43	Tc	2.249	2.791		
44	Ru	2.382	2.964		
45	Rh	2.519	3.143		
46	Pd	2.660	3.329		
47	Ag	2.806	3.520		
48	Cd	2.957	3.717		

Z	Simbolo	L_η [KeV]	L_γ [KeV]	M_η [KeV]	M_γ [KeV]
49	In	3.112	3.921		
50	Sn	3.272	4.132		
51	Sb	3.437	4.348		
52	Te	3.606	4.571		
53	I	3.780	4.801		
54	Xe	3.955	5.034		
55	Cs	4.142	5.281		
56	Ba	4.331	5.531		
57	La	4.529	5.790		
58	Ce	4.730	6.051		
59	Pr	4.929	6.323		
60	Nd	5.146	6.598		
61	Pm	5.364	6.885		
62	Sm	5.589	7.174		
63	Eu	5.817	7.476		
64	Gd	6.049	7.781		
65	Tb	6.284	8.097		
66	Dy	6.534	8.419		
67	Ho	6.790	8.750		
68	Er	7.048	9.088		
69	Tm	7.310	9.431		
70	Yb	7.580	9.780		
71	Lu	7.857	10.144		
72	Hf	8.139	10.516	1.281	1.884
73	Ta	8.428	10.895	1.331	1.953
74	W	8.724	11.285	1.384	2.022
75	Re	9.027	11.685	1.439	2.094
76	Os	9.337	12.096	1.492	2.163
77	Ir	9.650	12.513	1.546	2.238
78	Pt	9.975	12.942	1.602	2.315
79	Au	10.309	13.382	1.660	2.391
80	Hg	10.647	13.830	1.724	2.459
81	Tl	10.994	14.291	1.780	2.550
82	Pb	11.349	14.765	1.839	2.631
83	Bl	11.712	15.247	1.901	2.713
84	Po	12.085	15.742		
85	At	12.466	16.250		
86	Rn	12.855	16.769		

Z	Simbolo	L_{η} [KeV]	L_{γ} [KeV]	M_{η} [KeV]	M_{γ} [KeV]
87	Fr	13.255	17.302		
88	Ra	13.662	17.848		
89	Ac	14.082	18.409		
90	Th	14.511	18.979	2.365	3.332
91	Pa	14.947	19.570		
92	U	15.400	20.167	2.507	3.523

Appendice D

Risoluzioni spaziali dello *standard* *Edmund Optics*

Nella prima tabella sono riportati i valori relativi ai diversi elementi appartenenti ai diversi gruppi misurati in coppie di linee per millimetro (*line pairs per millimeter - lpp/mm*), dove la coppia è data da una linea piena ed una vuota e cioè una linea di cromo e una di vetro. Nella seconda tabella sono riportate le dimensioni in *mm* di ogni singola linea ricavate dalla formula

$$dim = \frac{1}{2 \cdot n}$$

dove *n* sono i valori relativi alla prima tabella.

Elemento	Numero del gruppo									
	-2	-1	0	1	2	3	4	5	6	7
1	0.250	0.500	1.00	2.00	4.00	8.00	16.00	32.0	64.0	128.0
2	0.280	0.561	1.12	2.24	4.49	8.98	17.95	36.0	71.8	144.0
3	0.315	0.630	1.26	2.52	5.04	10.10	20.16	40.3	80.6	161.0
4	0.353	0.707	1.41	2.83	5.66	11.30	22.62	45.3	90.5	181.0
5	0.397	0.793	1.59	3.17	6.35	12.70	25.39	50.8	102.0	203.0
6	0.445	0.891	1.78	3.56	7.13	14.30	28.50	57.0	114	228.0

Elemento	Numero del gruppo									
	-2	-1	0	1	2	3	4	5	6	7
1	2	1	0.5	0.25	0.125	0.062	0.031	0.015	0.007	0.004
2	1.785	0.9	0.446	0.223	0.111	0.055	0.027	0.013	0.007	0.0034
3	1.6	0.8	0.4	0.2	0.1	0.05	0.024	0.012	0.0062	0.0031
4	1.416	0.7	0.354	0.176	0.088	0.044	0.022	0.011	0.005	0.0027
5	1.26	0.63	0.314	0.157	0.08	0.04	0.02	0.01	0.005	0.0024
6	1.123	0.561	0.28	0.140	0.07	0.034	0.017	0.008	0.0043	0.002

Bibliografia

- [1] L. Pichon, et al. Development of a multi-detector and a systematic imaging system on the aglae external beam. *Nucl. Instr. and Meth. B*, (318):27–31, 2013.
- [2] L. Beck, et al. Recent trends in iba for cultural heritage studies. *Nucl. Instr. and Meth. B*, (332):439–444, 2014.
- [3] A. Zucchiatti, et al. Detection of actinides and rare earths in natural matrices with the aglae new, high sensitivity detection setup. *Nucl. Instr. and Meth. B*, (332):245–250, 2014.
- [4] G. Calzolari, et al. Improvements in pixe analysis of hourly particulate matter samples. *Nucl. Instr. and Meth. B*, (363):99–104, 2015.
- [5] M. Morelle, et al. Pixe and rbs applied to cultural heritage objects: Complementarity and limitations. *Nucl. Instr. and Meth. B*, (240):600–605, 2005.
- [6] L. Beck, et al. Iba techniques: Examples of useful combinations for characterisation of cultural heritage materials. *Nucl. Instr. and Meth. B*, (269):2999–3005, 2011.
- [7] L. Pichon, et al. Implementation of ionoluminescence in the aglae scanning external microprobe. *Nucl. Instr. and Meth. B*, (348):68–72, 2014.
- [8] M. Albéric, et al. Non-invasive quantitative micro-pixe-rbs/ebs/ebs imaging reveals the lost polychromy and gilding of the neo-assyrian ivories from the louvre collection. *Talanta*, (137):100–108, 2015.
- [9] C. Ruberto. *Elemental maps with X-Ray Fluorescence (XRF)*. PhD thesis, Dipartimento di Chimica, Università di Firenze, 2017.
- [10] M. P. Morigi. *Interazioni radiazione-materia*. Dispense di Fisica Sanitaria, 2014.
- [11] P. A. Mandó, et al. Pixe (particle induced x-ray emission) - nuclear methods. *Encyclopedia of Analytical Chemistry*, 1995.
- [12] C. Czelusniak. *Development of the Time-Resolved Ion Beam Luminescence Technique and its Application to the Provenance Studies of Lapis Lazuli*. PhD thesis, Dipartimento di Fisica e Astronomia, Università di Firenze, 2016.

- [13] M. Massi. *Development of the external proton microbeam line at the new 3 MV Tandetron accelerator in Florence*. PhD thesis, Dipartimento di Fisica e Astronomia, Università di Firenze, 2005.
- [14] C. Ruberto. *Un'applicazione con la XRF portatile sui Beni Culturali: studi sull'affresco della Madonna delle Ombre del Beato Angelico, in San Marco*. PhD thesis, Dipartimento di Chimica, Università di Firenze, 2013.
- [15] A. Mazzinghi. *Sviluppo di strumentazione XRF a scansione per applicazioni ai Beni Culturali*. PhD thesis, Dipartimento di Chimica, Università di Firenze, 2015.
- [16] S. Johansson, et al. Pixe: a novel technique for elemental analysis. *Endeavour*, (13):48–53, 1989.
- [17] L. Giuntini. *Tecniche di analisi dei materiali con fasci di ioni: tecniche IBA*. Springer, 2016.
- [18] L. Giuntini. *Acceleratori elettrostatici ed applicazioni*. Springer, 2016.
- [19] G. Poggi. *Esperimenti di elettricità e magnetismo*. Springer, 1988.
- [20] M. Massi. *Progetto e realizzazione di una facility di microfascio esterno all'acceleratore KN3000 di Firenze*. PhD thesis, Dipartimento di Fisica e Astronomia, Università di Firenze, 2000.
- [21] S. Calusi. *Il nuovo punto di misura al canale di microfascio esterno dell'acceleratore Tandetron di Firenze*. PhD thesis, Dipartimento di Fisica e Astronomia, Università di Firenze, 2006.
- [22] L. Giuntini. A review of external microbeams for ion beam analyses. *Analytical and bioanalytical chemistry*, (401):785–793, 2011.
- [23] L. Giuntini, et al. The external scanning proton microprobe of firenze: A comprehensive description. *Nucl. Instr. and Meth. B*, (576):266–273, 2007.
- [24] L. Giuntini, et al. Wide area scanning system and carbon microbeams at the external microbeam facility of the infn-labec laboratory in florence. *Nucl. Instr. and Meth. B*, (348):14–17, 2014.
- [25] A. Migliori, et al. A novel portable xrf spectrometer with range of detection extended to low-z elements. *Nucl. Instr. and Meth. B*, (40):107–112, 2011.
- [26] Moxtek Inc. *40 kV Cable with MAGNUM Reflection X-ray Source Datasheet*. 2016.
- [27] CAEN-Electronic Instrumentation. *WP2081 - Digital Pulse Processing In Nuclear Physics*. 2011.
- [28] V. Jordanov, et al. Digital synthesis of pulse shapes in real time for high resolution radiation spectroscopy. *Nucl. Instr. and Meth. A*, (345):337–345, 1994.

- [29] V. Jordanov, et al. Digital techniques for real-time pulse shaping in radiation measurements. *Nucl. Instr. and Meth. A*, (353):261–264, 1994.
- [30] Z. Guzik, et al. Algorithms for digital γ -ray spectroscopy. *Nukleonika*, (58):333–338, 2013.
- [31] E. Gatti, et al. Semiconductor drift chamber - an application of a novel charge transport scheme. *Nucl. Instr. and Meth.*, (225):608–614, 1984.
- [32] M. P. Morigi. *Rivelatori a semiconduttore*. Dispense di Fisica Sanitaria, 2014.
- [33] M. P. Morigi. *Elementi di spettrometria γ* . Dispense di Fisica Sanitaria, 2014.
- [34] G. Barbiero. *Upgrade of LABEC portable XRF system for multi-sensor detection*. PhD thesis, Dipartimento di Fisica, Università di Milano - Bicocca, 2015.
- [35] D. Nouais, et al. The alice silicon drift detector system. *Nucl. Instr. and Meth. A*, (501):119–125, 2003.
- [36] A. Rachevski, et al. First results of a novel silicon drift detector array designed for low energy x-ray fluorescence spectroscopy. *Nucl. Instr. and Meth. A*, (824):452–454, 2016.
- [37] *Silicon Drift Detectors Explained*. Oxford Instruments - The Business Of Science.
- [38] Amptek Inc. *XR-100SDD Operating Manual*. 2010.
- [39] www.amptek.com.
- [40] Ketek GmbH Creative Detector Solutions. *AXAS-A Analytical X-Ray Acquisition System-Analogue - user's Manual*. 2012.
- [41] www.ketek.net.
- [42] www.pymca.sourceforge.net.
- [43] M. Radepont, et al. Towards a sharpest interpretation of analytical results by assessing the uncertainty of pixe/rbs data at the aglae facility. *Measurement*, 2016.
- [44] L. Eriksson, et al. *J. Radioanal. Chem.*, page 12, 1972.
- [45] A. Re, et al. New markers to identify the provenance of lapis lazuli: trace elements in pyrite by means of micro-pixe. *Appl. Phys. A*, (111):69–74, 2013.
- [46] L. Pichon, et al. Programs for visualization, handling and quantification of pixe maps at the aglae facility. *Nucl. Instr. and Meth. B*, (363):48–54, 2015.

- [47] CAEN-Electronic Instrumentation. *UM3182 - DPP-PHA and MC² Analyzer User Manual*. 2015.
- [48] C. Czelusniak, et al. Multi-purpose and multi-sensor detection acquisition software developed at labec laboratory. *Nota interna all'INFN sezione di Firenze*, 2017.
- [49] J. A. Maxwell. Gupix database. 1997.
- [50] www.edmundoptics.com.
- [51] J. A. Hubbell, et al. Pair, triplet, and total atomic cross sections (and mass attenuation coefficients) for 1 mev-100 gev photon in elements z=1 to 100. *Journal of Physical and Chemical*, (9), 1980.

Ringraziamenti

Il mio primo, doveroso ringraziamento va alla Dottoressa Caroline Czelusniak che, nonostante la mole di lavoro da svolgere, con tanta pazienza mi ha tenuto per mano lungo tutto questo percorso, aiutandomi ogni volta che ne ho avuto bisogno. Mi ha dato tanto dal punto di vista scientifico e lavorativo. Mi ha insegnato che la fisica sperimentale, con tutti i suoi problemi, è una strada tutta in salita ma una volta arrivati in cima la soddisfazione che si ha è enorme e compensa tutto lo sforzo.

Ringrazio la Professoressa Maria Pia Morigi ed il Dottor Francesco Taccetti che hanno acconsentito affinché io potessi fare questo lavoro di tesi e questa esperienza formativa.

Un grande e sincero ringraziamento va al Professor Lorenzo Giuntini: persona dotata di un'enorme conoscenza scientifica, tanto umorismo, tanta ironia ed una quantità smisurata di umanità, quest'ultima difficilmente riscontrabile al giorno d'oggi. Anche lui mi ha insegnato tantissime cose, soprattutto a prendere la scienza e la vita un po' più alla leggera.

Grazie di cuore alla Dottoressa Anna Mazzinghi per il supporto tecnico e morale e alla Dottoressa Chiara Ruberto che, nonostante mi abbia provocato una crisi di identità, oltre ad avermi dato consigli, spiegazioni e chiarimenti, è sempre riuscita a strapparmi un sorriso, soprattutto nelle giornate più dure.

Grazie al Professor Pier Andrea Mandò, le Dottoresse Mariaelena Fedi, Lucia Liccioli e Giulia Calzolari, al Professor Massimo Chiari e alla Dottoressa Nicla Gelli per i preziosissimi consigli.

Grazie ai meccanici Marco Manetti e Bernardo Casini per aver accontentato tutti i nostri capricci da fisici.

Infine ringrazio i Pink Floyd, che con la loro musica mi hanno tenuto compagnia durante gli innumerevoli viaggi in treno.

Alla mamma, al babbo e alla Carlotta.

Ai miei adorati nonni e le mie adorate nonne.

Ai miei zii, zie, cugini e cugine.

Al Gibo.

Ai miei amici storici di Urbania.

Ai miei amici di Urbino.

Ai coinquilini ed ex coinquilini con i quali ho condiviso l'esperienza della convivenza.

A tutti quelli che direttamente o indirettamente mi hanno accompagnato e sostenuto durante gli anni universitari e soprattutto durante questa faticosissima, snervante ma soddisfacente esperienza di tesi. in primis la mia famiglia, i miei amici storici di Urbania e i miei compagni di facoltà (Chiara, Alessia, Vittoria, Francesca, Vito, Federico, Nico, Jacopo, Mimmo e Andrea).

A tutte le persone che ho avuto il piacere di incontrare durante questi anni di studio e con le quali ho stretto un legame più o meno profondo.

Alla città di Bologna, che come una bella donna si è fatta corteggiare a fatica e per lungo tempo ma che alla fine si è fatta amare dondosi tutta se stessa, con i suoi pregi ed i suoi difetti. Questa città sarà per sempre un porto sicuro per me.

A tutti quelli che mi sono dimenticato di nominare.

A tutti voi voglio dire semplicemente *GRAZIE*.