# Capítulo 5 Resultados experimentales

#### 5.1. Introducción

En este capítulo se muestran, finalmente, los resultados experimentales que se han obtenido al filtrar el espectro de rayos-X proveniente del tubo por medio de la acción de filtros. Los filtros que hemos diseñado, construido y probado varían desde una lámina delgada de Cu, óxido de cobre encapsulado entre placas de vidrio y finalmente óxido de cobre encapsulado en resina epoxica. Por último, se explica la manera en que se calibra y designa energía a los espectros obtenidos.

#### 5.2. Arreglo experimental

Como se puede observar en la figura 5.1 el experimento está formado por un tubo de rayos-X *OXFORD modelo XTF-5011* que en su interior tiene un blanco de plata (ánodo), soportando un voltaje entre 5kV y 50kV y una corriente de 1mA; teniendo como un componente extra, un colimador cilíndrico, hecho de Cu colocado en la ventana de salida del haz, en cuyo centro se encuentra insertado otro tubo de aluminio con un pequeño orificio de 2 mm de diámetro; ya que el aluminio tiene una baja capacidad de absorción ayuda a que el haz de rayos-X llegue al filtro lo más intacto posible, además de que el tubo colima el haz, reduciendo el ángulo de salida, dejándolo finalmente con un ángulo menor a 25°. Se cuenta también con un fotodetector marca AMPTEK modelo XR-100CR que contiene una ventana de Be que también tiene una baja capacidad de absorción pues al excitar la capa K esta arrojaría fotones con una energía de 0.1805 keV y que al registrarlo en la computadora estaría colocado el espectro muy a la izquierda lejos de los espectros de energías mayores a 5keV. Lo que sigue inmediatamente despues de la ventana de Be dentro del fotodetector es un fotodiodo de Si-PIN termoelectricamente enfriado. Como tercer componente se cuenta con un amplificador marca AMP-TEK modelo PX2CR que aumenta o disminuye el rango máximo de energía del intervalo donde se genera un espectro en la pantalla de la computadora; que a su vez esta dividido en 2047 canales. Si aumentamos la ganancia del amplificador, el rango máximo del intervalo que va de un extremo de la pantalla de la computadora a otro, será menor a 50keV y esto permitirá observar mejor los detalles de un espectro, revelando en algunas ocaciones si un espectro esta formado por dos. Por otro lado si lo que nos interesa es ver toda la gama de espectros de 0 a 50keV, entonces una menor ganancia será requerida.

Para este experimento se han tomando espectros con una ganancia de 3, porque son los espectros que muestran una mejor estructura así como también esta ganancia nos permite ver si un pico de algún espectro esta formado por varios picos. En la figura 5.2 se muestran los espectros resultantes para la misma muestra de Cu para los valores de la ganancia 1,3,5 y 7.



Figura 5.1: arreglo experimental, los fotones incidentes tienen un angulo de  $25^{\circ}$  antes de ser colimados, los filtros a) y b) de la figura 4.6 son colocados entre el tubo de rayos-X y el detector.



Figura 5.2: Espectros de fluorescencia del Cu para diferentes ganancias; como se puede apreciar, si cambiamos la magnitud de la ganancia cambiaremos también el ancho del espectro característico, pues el ancho de los intervalos cambian también. El espectro verde es de ganancia 1, el violeta es de ganancia 3, el azul de ganancia 5 y el amarillo de ganancia 7.

#### 5.3. Calibración de energías

Para asignarle el valor de la energía correspondiente a cada pico de los espectros que se han obtenido, ya sea por fluorescencia o por filtrado se han utilizado espectros de fluorescencia de rayos-X de muestras de Ag, Au, Cu y Pb figuras 5.4 5.5 5.6; todas ellas con una pureza mayor al 99 % y menor al 100 %. Una vez que el fotodetector XR-1000CR de AMPTEK ha registrado fotones provenientes de la fluorescencia de las muestras el analizador multicanal traduce esta información en canales y es compilada y mostrada en la pantalla de la computadora, donde gracias al programa PMCA es posible observar los espectros de fluorescencia o de filtrado que se han tomado.

Una vez que ha sido mostrada toda una gama de espectros de fluorescencia de muestras puras, se ha consultado una tabla como la del apéndice A, que corresponde a los valores de la energía de las líneas de emisión de rayos-X para cada elemento. De esta forma se asignan las energías a los picos que estemos seguros les corresponde esa energía de transición, ayudandonos también por el hecho de que el voltaje que se la ha suministrado al tubo de rayos-X nos dará picos no más allá de la energía que le estemos proporcionando al tubo de rayos-X.

Tomando estos factores en cuenta, se consultan, unos datos que contienen las tablas de las figuras 5.1,5.2 acerca de las probabilidades de transición que sirven para decidir entre una línea de emisión y otra cuando las transiciones son muy juntas. Toda esta información ha sido utilizada para formar unas tablas que sirven para hacer una aproximación polinomial, como los muestran las figuras 5.3, 5.5, 5.6, 5.6; las cuales nos han proporcionado las energías aproximadas para cada canal, y así poder asignarles energías a todos los picos de los espectros desconocidos.

En todos los espectros con un voltaje entre 5kV y 10kV y entre 10kV y 15kV que se han obtenido, excisten picos cuya apariencia hace que no estemos muy seguros a simple

Elemento	Canal	Transiciones	Probabilidad de transición	Energía (keV)
Ag	302	$L_{lpha 2}$	0.0510	2.978
Ag	335	$L_{\alpha 1}$	0.0160	2.984
Ag	422	$L_{\beta 1}$	0.0520	3.1509
Cu	1109	$K_{lpha 2}$	0.8310	8.027
Cu	1215	$K_{\beta 1}$	0.8310	8.9052
Au	1338	$L_{lpha 2}$	0.3340	9.6280
Au	1579	$L_{\beta 1}$	0.3200	11.442
$\operatorname{Pb}$	1453	$L_{lpha 2}$	0.3730	10.449
Pb	1736	$L_{\beta 1}$	0.3600	12.6137

Tabla 5.1: Relación canal-energía dependiendo de su probabilidad de transición 5kV < V < 10kV.

vista si están formados o no de dos o más picos. Por esta razón ha sido necesario simularlos, sumando en algunas ocaciones más de dos funciones lorentzianas expresadas de la siguiente forma

$$I_{CuK\alpha 1}(x) = \frac{N_{\alpha 1}a_{\alpha 1}}{a_{\alpha 1}^2 + (x - E_{CuK\alpha 1})^2} , \ I_{CuK\alpha 2}(x) = \frac{N_{\alpha 2}a_{\alpha 2}}{a_{\alpha 2}^2 + (x - E_{CuK\alpha 2})^2}$$

Por lo tanto, la simulación final del pico característico estará formado por la siguiente función

$$I_{total}(x) = I_{Cuk\alpha 1}(x) + I_{CuK\alpha 2}(x).$$

Lo que se ha obtenido al reproducir los espectros en *MATHCAD*, figura: 5.8, es que en algunas ocasiones como en el caso del cobre y de la plata, es necesario sumar dos funciones lorentzianas figura 5.8, resultado de dos transiciones muy juntas de la capa K. Por último, tomando en cuenta todas estas ideas, ha sido posible asignarle una energía a los espectros de fluorescencia y de filtrado que más adelante se mostrarán.

Elemento	Canal	Transiciones	Probabilidad de transición	Energía $(keV)$
Ag	305	$L_{lpha 2}$	0.0510	2.978
Ag	336	$L_{\alpha 1}$	0.0160	2.984
Ag	418	$L_{\beta 1}$	0.0520	3.1509
Cu	1103	$K_{lpha 2}$	0.8310	8.027
Au	1335	$L_{lpha 2}$	0.3340	9.6280
Au	1581	$L_{\beta 1}$	0.3200	11.442
$\mathbf{Pb}$	1449	$L_{\alpha 2}$	0.3730	10.449
Pb	1729	$L_{\beta 1}$	0.3600	12.6137

Tabla 5.2: Relación canal-energía dependiendo de su probabilidad de transición para un 10kV < V < 15kV.



Figura 5.3: Ajuste polinomial para la calibración de energías con un voltaje entre 5kV y 10kV.



Figura 5.4: Ambas gráficas corresponden a espectros de fluorescencia (EFA) de muestras de una pureza mayor al 99% y menor al 100% tanto de la Ag como del Cu. Para asignarle energías se ha usado la tabla de líneas de emisión del Apéndice A.



Figura 5.5: La figura de la izquierda corresponde a un espectro de fluorescencia de una muestra de Au, que tiene una pureza mayor al 99 % y menor al 100 % para un voltaje entre 10kV y 15kV. La figura de la derecha corresponde al ajuste polinomial que se hizo utilizando la tabla del apéndice A, para asignarle energía a los picos del Au.



Figura 5.6: La figura de la izquierda corresponde a un espectro de fluorescencia de una muestra de Pb con una pureza entre 99 % y 100 %, utilizando un voltaje entre 10kV y 15kV. La figura de la derecha corresponde al ajuste polinomial que se hizo para asignarle energía a los tres picos del Pb.



Figura 5.7: La figura de la izquierda corresponde a todos los espectros de fluorescencia para la calibración de energías, y sus respectivas ubicaciones según la energía que tienen. La gráfica de la derecha es al ajuste polinomial de todos los espectros según sus características.



Figura 5.8: Simulación del pico K del Cu a partir de los picos  $k_{a1}$  y  $k_{a2}$ , para un voltaje entre 10kV y 15kV utilizando funciones lorentzianas simuladas en MATHCAD.

## 5.4. Resultados experimentales usando un filtro de lámina delgada de Cu

Se ha obtenido un espectro de filtrado para un voltaje entre 5kV y 10kV figura: 5.9, la magnitud del coeficiente de atenuación de los átomos del filtro de Cu disminuye en comparación con los demás espectros de filtrado, pues para un voltaje entre 5kV y 10kV, el número de fotones por canal registrado es mayor en comparación con los espectros de filtrado obtenidos para voltajes mayores; atenuando en mucho menor cantidad los fotones provenientes del tubo de rayos-X, por lo tanto, fotones con una energía entre 5keV y 10keV han tenido una gran probabilidad de interactuar con los átomos del filtro de Cu.

La radiación filtrada se muestra en la figura: 5.9 mostrando un espectro formado por dos picos, el pico menos energético pero con mayor número de fotones tiene una energía de 8.05keV, y el más energético pero con un menor número de fotones tiene una energía



Figura 5.9: La figura de la izquierda es el espectro del tubo de rayos-X entre 5kV y10kV. La figura de la derecha muestra la radiación filtrada del tubo de rayos-X para un voltaje entre 5kV y 10kV aproximadamente usando una lámina delgada de Cu.

de  $8.79 \rm keV.$ 

Para un voltaje entre 10kV y 15kV se ha obtenido un espectro de filtrado de rayos-X, donde el coeficiente de atenuación se ha incrementado para el intervalo de voltaje que se ha utilizado. Por lo tanto, la radiación del tubo de rayos-X ha sido atenuada con mayor eficacia y, el número de fotones por unidad de área del pico con energía 7.42keV es menor que el del pico con una energía de 8.06keV.

Se ha observado también que el último espectro filtrado con una lámina delgada de Cu, no parece estar formado por dos picos como el espectro anterior figura 5.9. Como se puede ver en la figura 5.10 este espectro es muy simétrico comparado con el anterior.



Figura 5.10: La figura de la izquierda refleja datos experimentales que representan el espectro del tubo de rayos-X entre 10kV y 15kV. La figura de la derecha son datos experimentales que muestran la radiación filtrada del tubo de rayos-X para un voltaje entre 10kV y 15kV, aproximadamente, usando una lámina delgada de Cu.

# 5.5. Resultados experimentales usando un filtro de óxido de cobre encapsulado en dos placas de vidrio.

Se ha obtenido un espectro de filtrado del tubo de rayos-X con un voltaje entre 10kV y 15kV. La radiación del tubo de rayos-X ha sido fuertemente atenuada debido a que el coeficiente de atenuación del filtro de Cu se ha incrementado, pues el número de fotones por canal que ha sido detectados, es el menor de todos los espectros de filtrado, utilizando entre 10kV y 15kV aproximadamente, disminuyendo fuertemente la probabilidad de que un fotón atraviese el filtro y logre ser detectado. Por otro lado, se ha obtenido un haz cuasimonoenergético que consta de dos picos bien definidos. El menos energético tiene un mayor número de fotones con una energía igual a 7.48keV,



Figura 5.11: La figura de la izquierda muestra el espectro del tubo de rayos-X entre 10kV y 15kV, mientras que la figura de la derecha representa la radiación filtrada del tubo de rayos-X para un voltaje entre 10kV y 15kV aproximadamente, usando un filtro de óxido de cobre encapsulado en dos placas de vidrio.

mientras que el segundo pico de mayor energía 8.21keV tiene un menor número de fotones comparado con el primer pico, figura 5.11.

El filtro que se ha usado consiste de polvo de óxido de cobre compactado entre dos placas de vidrio, el grosor de la oblea de óxido de cobre se obtiene de  $l = x^{,} - x$ . Para este intervalo de voltaje la magnitud del coeficiente de atenuación de los átomo de Cu está en su mínimo valor pero, como el filtro tiene un grosor relativamente grande, si recordamos la función que describe el decaimiento de la intensidad cuando ésta atraviesa un ancho de materia x:  $I = I_0 e^{-\mu x}$ , podremos saber que el filtro es muy grueso para fotones con energías entre 10kV y 15kV.

## 5.6. Resultados experimentales usando un filtro de óxido de Cu encapsulado en resina epóxica

Para un voltaje entre 5kV y 10kV se ha obtenido un espectro figura: 5.12 filtrando la radiación proveniente del tubo de rayos-X, utilizando un filtro de resina epóxica que encapsula una delgada capa de óxido de Cu de un grosor de 2.880  $mm \pm .0005 mm$ . Como se puede observar, no toda la radiación proveniente del tubo de rayos-X por abajo de los 8.06keV ha sido completamente filtrada. Por otra parte, por arriba de los 8.76keV de energía se ha obtenido un pequeño escalón que no ha conseguido ser filtrado.

Por otro lado, la estructura del espectro filtrado está compuesta por dos picos de los que, como en los casos anteriores, el menos energético (8.06keV) es el que contiene un mayor número de fotones, mientras que el pico de mayor energía que se ha obtenido (8.76keV) tiene un menor número de fotones.

Para un voltaje entre 10kV y 15kV el espectro filtrado que se ha obtenido muestra una mayor simetría que el anterior pero aún así se ha podido apreciar que el espectro final puede estar compuesto por dos picos. Finalmente, el filtro ha atenuado la radiación proveniente del tubo de rayos-X con energías menores a 8.04keV, mientras que para energías mayores a ésta, se observa como en el caso del espectro anterior, que aún predomina un pequeño escalón figura 5.13 que no se ha logrado filtrar completamente, aunque el número de fotones que contiene ese escalón es mucho menor comparado con los picos principales.



Figura 5.12: Para un voltaje entre 5kV y 10kV aproximadamente se ha obtenido un espectro del tubo de rayos-X (figura izquierda). La figura de la derecha son datos experimentales que muestran la radiación filtrada del tubo de rayos-X para el mismo voltaje, usando un filtro de óxido de cobre encapsulado en resina epóxica.



Figura 5.13: A la izquierda se muestra el espectro del tubo de rayos-X para un voltaje entre 10kV y 15kV, con sus respectivas energías para cada pico importante. La figura de la derecha son datos experimentales que muestran la radiación filtrada del tubo de rayos-X para el mismo voltaje, usando un filtro de óxido de cobre encapsulado en resina epóxica.