

Determinazione dei fattori strumentali per analisi PIXE quantitative da parametri fondamentali su campioni sottili

Determination of instrumental factors for fundamental parameters
quantitative PIXE analysis of thin samples

Candidato: **Giulio Grechi** (giulio.grechi@stud.unifi.it)

Relatore: **Dr. Massimo Chiari** (chiari@fi.infn.it)

La PIXE (*Particle Induced X-ray Emission*) è una tecnica di analisi con fasci di ioni che permette l'analisi quantitativa e multielementale della composizione di un campione, basata sulla rivelazione dei raggi X emessi a seguito dell'interazione con un fascio di particelle. Presso il laboratorio LABEC dell'INFN di Firenze è da tempo presente un acceleratore in cui una linea del fascio è dedicata esclusivamente ad analisi PIXE con fascio esterno di campioni di particolato atmosferico, che attualmente si pone all'avanguardia in campo internazionale per le analisi in campo ambientale.

Recenti aggiornamenti tecnici nel set-up hanno permesso di rendere fisse e riproducibili nel tempo le geometrie dei rivelatori per raggi X utilizzati; una prima parte di questo lavoro di tesi è stata dedicata a trovare le configurazioni dei tre rivelatori, un Silicon Drift Detector (SDD) da 30 mm^2 e due SDD gemelli da 80 mm^2 , che permettono di massimizzare l'efficienza e la sensibilità delle misure, compatibilmente con le limitazioni fisiche e geometriche dell'apparato. In questa fase abbiamo stimato anche l'eventuale errore sulle concentrazioni misurate dovuto ad errati posizionamenti dei campioni, che risulta trascurabile nella configurazione selezionata per il rivelatore SDD da 30 mm^2 e ben inferiore al 10 % per gli altri due rivelatori SDD da 80 mm^2 .

Per effettuare la misura diretta delle concentrazioni elementari a partire dai parametri strumentali è necessario inoltre conoscere con estrema precisione i parametri caratteristici di rivelatori (spessore dell'area attiva, degli strati morti e della finestra di ingresso) ed in particolare della geometria di misura del set-up. Fissata la geometria migliore del set-up sperimentale, la misura dei fattori strumentali è avvenuta in modo indiretto. Il programma di deconvoluzione degli spettri PIXE GUPIXWin ha permesso di utilizzare una procedura iterativa: a partire dall'analisi degli spettri ottenuti bombardando degli standard elementari di concentrazione areale nota, è stato ricavato l'angolo solido sotteso da ognuno dei rivelatori; tale valore deve essere una costante rispetto all'energia dei raggi X emessi dagli elementi negli standard. Variando i parametri forniti al software per la deconvoluzione si è cercato un set di valori che rendesse vera questa ipotesi, effettuando per ogni variazione di parametri un test del χ^2 su una funzione costante. Per ogni rivelatore è stato trovato un set di parametri per cui l'angolo solido ricavato è in ottima approssimazione una costante, entro gli errori sperimentali. Con tale set di parametri è stata poi effettuata una misura di verifica su uno standard di riferimento per i campioni di particolato atmosferico, fornito dal National Institute of Standards and Technology (NIST); i valori misurati sono in ottimo accordo con quelli certificati, anche variando l'energia del fascio di protoni incidente sul campione. Possiamo quindi ritenere che il set di fattori strumentali ricavato riproduca in modo corretto il set-up sperimentale installato, e che quindi possa essere utilizzato nel software di deconvoluzione GUPIXWin per le successive misure su campioni di particolato atmosferico, senza necessità di effettuare ogni volta delle misure per confronto con degli standard per ogni elemento di interesse.

Durante questo lavoro di tesi infatti sono state inoltre evidenziate le problematiche relative all'utilizzo degli standard commerciali; nel nostro caso uno studio preliminare ha permesso di scartare alcuni standard la cui concentrazione areale certificata non risultava compatibile con i dati sperimentali; l'incertezza sulle concentrazioni certificate appare molte volte essere maggiore di quella dichiarata.

A conclusione di questo lavoro di tesi la nuova calibrazione del set-up e la possibilità di effettuare misure di concentrazioni da parametri fondamentali, hanno quindi reso possibili analisi PIXE più efficienti e veloci, aumentando il numero di campioni analizzabili e l'accuratezza dei risultati. Inoltre, dato che l'azienda produttrice degli standard commerciali risulta essere attualmente l'unica in grado di fornire standard sottili, è evidente il vantaggio di aver trovato e validato un metodo alternativo per la misura quantitativa PIXE di campioni sottili.