

UNIVERSIDAD NACIONAL DEL CALLAO
FACULTAD DE CIENCIAS NATURALES Y MATEMÁTICA
UNIDAD DE INVESTIGACIÓN DE LA FACULTAD DE CIENCIAS NATURALES Y
MATEMÁTICA



**“CALIFICACIÓN DE OPERACIÓN DEL SISTEMA DE
DETECCIÓN DEL EQUIPO XR 4.0 PHYWE PARA ANÁLISIS
POR FLUORESCENCIA DE RAYOS X”**

CARLOS ALBERTO QUIÑONES MONTEVERDE

**Callao, 2019
PERÚ**

DEDICATORIA

A mi madre Isolina, la principal promotora de mis sueños, quien supo confiar y creer en mis expectativas, por los consejos, valores y principios que me inculcó.

A mis esposa Blanca, mi compañera de vida, por su cariño, paciencia, comprensión y apoyo incondicional en todo momento.

A mis hijos Andrés y Aimeé, en quienes proyecto mi existencia, por ser los motores más fieles y confiables que pude encontrar en mi vida, por hacerme sentir orgulloso por todos sus logros alcanzados.



AGRADECIMIENTO

A todas las personas que hicieron posible esta investigación, en especial:

A mi familia, por el estímulo recibido y la tolerancia durante el lapso en que este trabajo absorbió gran parte del tiempo que debí haberles dedicado.

Al Dr. Richard Saúl Toribio Saavedra, Jefe de Laboratorios y Talleres de Física y Química de la Facultad de Ciencias Naturales y Matemática, por brindarme todas las facilidades para el uso del Laboratorio de Difractometría de rayos X, donde se llevó a cabo la parte experimental del proyecto.

A la Sra. Susana Raquel Rivas Huash, Secretaria del Departamento Académico de Física, por el apoyo brindado en la digitación y diagramación de los textos de los informes trimestrales y el informe final del proyecto de investigación.

A todos aquellos que, de alguna manera, estuvieron conmigo en los momentos difíciles, alegres, y tristes que me tocó vivir durante la ejecución del proyecto.



ÍNDICE

	Página
INDICE	1
TABLAS DE CONTENIDO	3
RESUMEN	7
INTRODUCCIÓN	9
I. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA	11
1.1. Descripción de la realidad problemática	11
1.2. Formulación del problema	12
1.3. Objetivos	13
1.4. Limitantes de la investigación	13
II. MARCO TEÓRICO	15
2.1. Antecedentes. Internacional y Nacional	15
2.2. Bases teóricas	17
2.3. Conceptual	30
2.4. Definición de términos básicos	30
III. HIPÓTESIS Y VARIABLES	32
3.1. Hipótesis	32
3.2. Definición conceptual de variables	32
3.3. Operacionalización de variables	33
IV. DISEÑO METODOLÓGICO	34
4.1. Tipo y diseño de Investigación	34
4.2. Método de investigación	34
4.3. Población y muestra	41
4.4. Lugar de estudio y período desarrollado	41
4.5. Técnicas e instrumentos para la recolección de la información	42
4.6. Análisis y procesamiento de datos	51
V. RESULTADOS	63
5.1. Resultados descriptivos	63
5.2. Resultados inferenciales	72
5.3. Otro tipo de resultados estadísticos	72
VI. DISCUSIÓN DE RESULTADOS	73
6.1. Contrastación y demostración de la hipótesis con los resultados	73



6.2. Contrastación de los resultados con otros estudios similares	74
6.3. Responsabilidad ética de acuerdo a los reglamentos vigentes	75
CONCLUSIONES	76
RECOMENDACIONES	78
REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS	79
ANEXOS	81
- Matriz de consistencia	82
- Espectros de fluorescencia de rayos X obtenidos	83
- Longitudes de onda y energías para las radiaciones características	89



TABLAS DE CONTENIDO

INDICE DE FIGURAS	Página
Figura N° 2.1. Espectro EDXRF de la caparazón de un camarón.	18
Figura N° 2.2. Interacciones de los rayos X con la materia	20
Figura N° 2.3. Dispersiones Compton y Rayleigh	21
Figura N° 2.4. Producción de la radiación característica	22
Figura N° 2.5. Coeficiente de absorción en función de la energía	23
Figura N° 2.6. Fluorescencia producida para electrones K y L	24
Figura N° 2.7. Líneas más importantes y sus transiciones	25
Figura N° 2.8. Espectrómetro de Fluorescencia de rayos X	26
Figura N° 4.1. Montaje del colimador, el goniómetro y la lámina	35
Figura N° 4.2. Selección del multicanal en el programa	36
Figura N° 4.3. Ventana del analizador multicanal	36
Figura N° 4.4. Ventana grabación de espectros	37
Figura N° 4.5. Menú del panel de control	38
Figura N° 4.6. Opciones de la función temporizador	38
Figura N° 4.7. Definición de la duración del registro	39
Figura N° 4.8. Opción encendido del menú estado	39
Figura N° 4.9. Botón inicio del panel de control	40
Figura N° 4.10. Ventana grabación de espectros	41
Figura N° 4.11. El equipo XR 4.0 PHYWE	43
Figura N° 4.12. Panel de control del equipo XR 4.0 PHYWE	43
Figura N° 4.13. El tubo de rayos X	45
Figura N° 4.14. El goniómetro del equipo XR 4.0 PHYWE	46
Figura N° 4.15. Detector de energía de rayos X PHYWE	47
Figura N° 4.16. Esquema de un diodo de Si tipo pin	47
Figura N° 4.17. Elementos funcionales y de operación del analizador multicanal PHYWE	50
Figura N° 4.18. Láminas metálicas de Cu, Ni y Zn	51
Figura N° 4.19. Menú medida del programa PHYWE measure 4.6.15.3	52

Figura N° 4.20. Ventana Opciones de Representación	52
Figura N° 4.21. Interpolación lineal del espectro de fluorescencia	53
Figura N° 4.22. Área seleccionada del espectro	53
Figura N° 4.23. Ampliación del área seleccionada del espectro	54
Figura N° 4.24. Selección de la línea $K\alpha$ del espectro	54
Figura N° 4.25. Menú Análisis	55
Figura N° 4.26. Ventana Ajuste de Función	55
Figura N° 4.27. Curva de Distribución Normal de la línea $K\alpha$	56
Figura N° 4.28. Selección de la línea $K\beta$ del espectro	56
Figura N° 4.29. Curva de Distribución Normal de la línea $K\beta$	57
Figura N° 4.30. Curvas de Distribución Normal y el espectro	57
Figura N° 4.31. Curvas de Distribución Normal de las líneas $K\alpha$ y $K\beta$	58
Figura N° 4.32. Curva de Distribución Normal de la línea $K\alpha$	58
Figura N° 4.33. Selección de la curva correspondiente a la línea $K\alpha$	59
Figura N° 4.34. Ventana Análisis	59
Figura N° 4.35. Ventana Análisis de picos	60
Figura N° 4.36. Número de canales correspondiente a la línea $K\alpha$	60
Figura N° 4.37. Curva de Distribución Normal de la línea $K\beta$	61
Figura N° 4.38. Número de canales correspondiente a la línea $K\beta$	61
Figura N° 4.39. Número de canales de las líneas $K\alpha$ y $K\beta$	62
Figura N° 4.40. Determinación del ancho de energía a media altura	62
Figura N° 5.1. Curva de distribución normal del número de canales para el cobre. Factor de amplificación: nivel 2	63
Figura N° 5.2. Curva de distribución normal del número de canales para el cobre. Factor de amplificación: nivel 4	64
Figura N° 5.3. Curva de distribución normal del número de canales para el níquel. Factor de amplificación: nivel 2	64
Figura N° 5.4. Curva de distribución normal del número de canales para el níquel. Factor de amplificación: nivel 4	65
Figura N° 5.5. Curva de distribución normal del número de canales para el zinc. Factor de amplificación: nivel 2	65
Figura N° 5.6. Curva de distribución normal del número de canales para	



el zinc. Factor de amplificación: nivel 4	66
Figura N° 5.7. Energía vs Número de canales	67
Figura N° 5.8. Curva de distribución normal de la energía de la línea $K\alpha$ del cobre y el ancho a media altura	68
Figura N° 5.9. Curva de distribución normal de la energía de la línea $K\beta$ del cobre y el ancho a media altura	68
Figura N° 5.10. Curva de distribución normal de la energía de la línea $K\alpha$ del níquel y el ancho a media altura	69
Figura N° 5.11. Curva de distribución normal de la energía de la línea $K\beta$ del níquel y el ancho a media altura	69
Figura N° 5.12. Curva de distribución normal de la energía de la línea $K\alpha$ del zinc y el ancho a media altura	70
Figura N° 5.13. Curva de distribución normal de la energía de la línea $K\beta$ del zinc y el ancho a media altura	70
Figura N° 5.14. Cuadrado de anchos a media altura vs Energía para las líneas $K\alpha$	71
Figura N° 5.15. Cuadrado de anchos a media altura vs Energía para las líneas $K\beta$	72
Figura N° A.1. Espectro de Fluorescencia del Cobre. Factor de amplificación: Nivel 2	83
Figura N° A.2. Espectro de Fluorescencia del Cobre. Factor de amplificación: Nivel 4	84
Figura N° A.3. Espectro de Fluorescencia del Níquel. Factor de amplificación: Nivel 2	85
Figura N° A.4. Espectro de Fluorescencia del Níquel. Factor de amplificación: Nivel 4	86
Figura N° A.5. Espectro de Fluorescencia del Zinc. Factor de amplificación: Nivel 2	87
Figura N° A.6. Espectro de Fluorescencia del Zinc. Factor de amplificación: Nivel 4	88

ÍNDICE DE TABLAS

	Página
Tabla N° 5.1. Energías de las líneas $K\alpha$ y $K\beta$ de los elementos y el número de canales determinados experimentalmente	66
Tabla N° 5.2. Energías de las líneas $K\alpha$ y $K\beta$ de los elementos y sus anchos a media altura	71
Tabla N° 6.1. Energías de las líneas $K\alpha$ y $K\beta$ de los elementos y el número de canales	74
Tabla N° 6.2. Energías de las líneas $K\alpha$ y $K\beta$ de los elementos y sus anchos a media altura	75

RESUMEN

El sistema de detección de un equipo XR 4.0 PHYWE fue calificado para realizar análisis por fluorescencia de rayos X. Para este fin, el detector de energía de rayos X y el analizador multicanal fueron sometidos a ensayos experimentales para verificar el comportamiento lineal de la energía emitida por determinados elementos y el número de canales del analizador multicanal, así como, la dependencia lineal entre el cuadrado del ancho a media altura del nivel de energía de la línea característica del espectro de rayos X y su nivel de energía E_0 para determinados elementos.

Siguiendo las instrucciones del Manual de Experimentos del equipo XR 4.0 PHYWE, se obtuvieron los espectros de fluorescencia de láminas metálicas de cobre, níquel y zinc, los cuales fueron analizados con el software Measure 4.6.18.4, proporcionado por el fabricante, a fin de determinar los valores correspondientes de energía y los anchos a media altura del nivel de energía de las líneas características.

Los resultados experimentales han permitido comprobar las hipótesis planteadas en el proyecto y, por lo tanto, calificar el sistema de detección de rayos X del equipo RX 4.0 PHYWE de la Facultad de Ciencias Naturales y Matemática por cuanto el detector de energía de rayos X y el analizador multicanal se encuentran en óptimas condiciones de operación para ofrecer buenos resultados en análisis por fluorescencia de rayos X.

Palabras claves: Espectros de fluorescencia de rayos X, detector de energía, analizador multicanal, equipo RX 4.0 PHYWE.



ABSTRACT

The detection system of an XR 4.0 PHYWE equipment was qualified to perform X-ray fluorescence analysis. For this purpose, the X-ray energy detector and the multichannel analyzer were subjected to experimental tests to verify the linear behavior of the emitted energy, by certain elements and the number of channels of the multichannel analyzer, as well as, the linear dependence between the square of the width at half height of the energy level of the characteristic line of the X-ray spectrum and its level of energy for certain elements.

Following the instructions of the XR 4.0 PHYWE Equipment Experiments Manual, the fluorescence spectra of metallic copper, nickel and zinc sheets were obtained, which were analyzed with the Measure 4.6.18.4 software, provided by the manufacturer, in order to determine the corresponding energy values and the widths at half height of the energy level of the characteristic lines.

The experimental results have allowed to verify the hypotheses raised in the project and, therefore, to qualify the X-ray detection system of the RX 4.0 PHYWE equipment of the Faculty of Natural Sciences and Mathematics, because the X-ray energy detector and the Multichannel analyzer are in optimal operating conditions to offer good results in X-ray fluorescence analysis.

Keywords: X-ray fluorescence spectra, energy detector, multichannel analyzer, RX 4.0 PHYWE equipment.

INTRODUCCIÓN

La fluorescencia de rayos X es una técnica espectroscópica de análisis, ampliamente usada, para la determinación de la composición química de las sustancias en diversas formas: sólidas, líquidas o polvos. El equipo que lleva a cabo esta labor consta de tres partes fundamentales: la fuente que genera los rayos X que inciden sobre la sustancia, un detector que convierte los rayos X emitidos por la sustancia en una señal electrónica que puede ser medida y una unidad de procesamiento que, además de registrar la señal, calcula la concentración de los elementos presentes en la sustancia.

Los equipos de Fluorescencia de rayos X poseen varios sistemas internos por lo que no pueden calibrarse como si fuera una unidad; por el contrario, se deben realizar diferentes pruebas para verificar que cada una de sus partes está desempeñándose correctamente. A este tipo de verificación se denomina Calificación de Operación.

Resulta evidente que, para obtener buenos resultados en los análisis realizados con estos equipos, el sistema de detección juega un papel muy importante. Una falla en su fabricación, un deterioro en su transporte, una mala instalación o la falta de calibración conduce a que los resultados de los análisis realizados por estos equipos sean erróneos. Por todo ello, es importante y necesario comprobar que el funcionamiento del sistema de detección sea eficiente.

La Facultad de Ciencias Naturales y Matemática adquirió un equipo de rayos X - el XR 4.0 de la empresa PHYWE - que puede realizar análisis por fluorescencia de rayos X cuando se usa un tubo de rayos X altamente energético con ánodo de Tungsteno. Su sistema de detección consiste de un detector de energía de rayos X y un analizador multicanal; este sistema de detección, por lo anteriormente expuesto, deberá calificarse antes de entrar en operación.

El manual del fabricante del equipo XR 4.0 PHYWE indica que en ensayos de fluorescencia de rayos X, practicados a diversas muestras metálicas, la energía emitida por estas muestras varía linealmente con el número de canales del analizador

multicanal, y además que, el cuadrado del ancho de energía a media altura del nivel de energía de la línea característica del espectro del material de la lámina, $(\Delta E_{FWHM})^2$, tiene un comportamiento lineal respecto al nivel de energía E_0 .

Por esta razón, se planteó el objetivo de Calificar la operación del sistema de detección del equipo XR 4.0 PHYWE para realizar análisis por fluorescencia de rayos X, verificando experimentalmente el comportamiento lineal de la energía emitida por determinados elementos y el número de canales del analizador multicanal y, además, la dependencia lineal entre $(\Delta E_{FWHM})^2$ de la línea característica de rayos X y su nivel de energía E_0 para láminas metálicas de diversos elementos químicos.

La importancia de la investigación radicó en el hecho de que permitió reconocer que el sistema de detección de rayos X del equipo RX 4.0 PHYWE, adquirido por la Facultad de Ciencias Naturales y Matemática, se encontraba en óptimas condiciones de operación, de acuerdo a las especificaciones del proveedor, para ofrecer buenos resultados analíticos por fluorescencia de rayos X.

El proyecto se justificó por el hecho que, una vez calificado el sistema de detección del equipo, se podrá aplicar la técnica de fluorescencia de rayos X en el estudio de materiales desde el punto de vista académico y de investigación.

Asimismo, el valor de la investigación consistió en que los procedimientos que se llevaron a cabo para la calificación de operación del sistema de detección de rayos X del equipo XR 4.0 PHYWE para el análisis por fluorescencia de rayos X, podrán ser aplicados para la calificación de operación de otros equipos similares sin la ayuda de personal técnico de los proveedores de los equipos.

I. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

1.1. Descripción de la realidad problemática

La fluorescencia rayos X es una técnica espectroscópica, de análisis cualitativo y cuantitativo, que se basa en la medición de las longitudes de onda o las energías de los rayos X de las líneas características en un espectro, que se obtiene cuando sobre una muestra incide un haz de rayos X, con la finalidad de determinar su composición química [1].

Para aplicar esta técnica en el estudio de sustancias, es necesario contar con un equipo de fluorescencia de rayos X, el cual consta de tres partes fundamentales: (1) la fuente que genera los rayos X, (2) un detector que convierte los rayos X emitidos por la sustancia en una señal electrónica que puede ser medida; y (3) una unidad de procesamiento que, además de registrar la señal, calcula la concentración de los elementos en la sustancia [2].

Los equipos de Fluorescencia de rayos X generalmente pueden ser de dos tipos: sistemas de fluorescencia de rayos X de energía dispersiva (EDXRF) y sistemas de fluorescencia de rayos X de longitud de onda dispersiva (WDXRF). La diferencia entre estos tipos se debe al sistema de detección de la radiación usada. Los sistemas EDXRF usan principalmente detectores de radiación de estado sólido, mientras que los sistemas WDXRF usan detectores de gas y de centelleo [3].

Los equipos de Fluorescencia de rayos X pertenecen al tipo de instrumentos que, por la gran cantidad de sistemas internos que poseen, no pueden ser calibrados como un todo, por lo que es necesario realizar una serie de pruebas para verificar que cada parte instrumental del equipo está desempeñándose correctamente. Este tipo de verificación es conocida como Calificación de Operación [1].

Resulta evidente que, para obtener buenos resultados en los análisis realizados con estos equipos, el sistema de detección juega un papel muy importante. Una falla en su

fabricación, un deterioro en su transporte, una mala instalación o la falta de calibración conduce a que los resultados de los análisis realizados con estos equipos sean erróneos. Por todo ello es importante y necesario comprobar que el funcionamiento del sistema de detección sea eficiente.

La Facultad de Ciencias Naturales y Matemática adquirió un equipo de rayos X - el XR 4.0 de la empresa PHYWE – que, además de realizar análisis por difracción de rayos X, se puede emplear para realizar análisis por fluorescencia de rayos X. En este caso, su sistema de detección de rayos X consiste de un detector de energía de rayos X de estado sólido y un analizador multicanal; este sistema de detección, por lo anteriormente expuesto, debió calificarse antes de entrar en operación.

Según el manual de experimentos del equipo XR 4.0 PHYWE, en ensayos por fluorescencia de rayos X, se pudo observar que la energía emitida por determinados elementos tenía un comportamiento lineal respecto al número de canales del analizador multicanal y que existía una relación lineal entre el cuadrado del ancho de energía a media altura del nivel de energía - $(\Delta E_{FWHM})^2$ - de la línea característica de rayos X y su nivel de energía E_0 para determinados elementos [4].

1.2. Formulación del problema

Para realizar análisis correctos por fluorescencia de rayos X con el equipo XR 4.0 PHYWE, se debió calificar la operación de su sistema de detección; esto es, se debió calificar la operación del detector de energía de rayos X y del analizador multicanal verificando:

1. El comportamiento lineal de la energía emitida por determinados elementos respecto al número de canales del analizador multicanal, y
2. La dependencia lineal del cuadrado del ancho de energía a media altura del nivel de energía $(\Delta E_{FWHM})^2$ de la línea característica de rayos X respecto al nivel de energía para determinados elementos.

Entonces, se pudieron plantear las siguientes preguntas:

¿Era posible la calificación de operación del sistema de detección del equipo XR 4.0 PHYWE para el análisis por fluorescencia de rayos X?

¿Tenía comportamiento lineal la energía emitida por determinados elementos respecto al número de canales del analizador multicanal?

¿Existía dependencia lineal entre $(\Delta E_{FWHM})^2$ de la línea característica de rayos X y su nivel de energía E_0 para determinados elementos?

1.3. Objetivos

Objetivo General

Calificar la operación del sistema de detección del equipo XR 4.0 PHYWE para realizar análisis por fluorescencia de rayos X.

Objetivos Específicos

1. Verificar el comportamiento lineal de la energía emitida por determinados elementos y el número de canales del analizador multicanal.
2. Verificar la dependencia lineal entre $(\Delta E_{FWHM})^2$ de la línea característica de rayos X y su nivel de energía E_0 para determinados elementos.

1.4. Limitantes de la investigación

La calificación de operación de un instrumento consiste en verificar, mediante pruebas, que el instrumento funcionará de acuerdo a las especificaciones operacionales, proporcionadas por el proveedor del instrumento, en un ambiente seleccionado. Por otro lado, las técnicas espectroscópicas son muy diversas y se usan para estudiar la interacción de la radiación electromagnética con la materia por detección de la absorción o emisión de energía, la que puede ser de diferente frecuencia y, por lo tanto, de diferente longitud de onda. Entre estas técnicas tenemos la espectroscopia infrarroja, la ultravioleta, la de luz visible, la de rayos X, la de rayos gamma, etc.



Asimismo, los sistemas de detección de radiación también son muy diversos entre los que se pueden citar los detectores de gas, los de estado sólido y los de semiconductores. Por lo expresado, la limitante teórica de la investigación se circunscribió en el ámbito de la calificación de operación de los sistemas de detección de radiación relacionados a equipos de análisis por espectroscopia de fluorescencia de rayos X. En este sentido, nuestra referencia teórica se limitó, principalmente, a lo que se describía para sistemas de fluorescencia de rayos X de energía dispersiva (EDXRF) [3] y en las Series de Publicaciones PHYWE [4], [5] y [6], que hacen referencia al detector de rayos X de Silicio.

Por otro lado, debido al tiempo que llevó realizar las diversas etapas del proyecto: revisión e interpretación de la información bibliográfica y su traducción al castellano en la mayoría de los casos, al montaje y el alineamiento de los equipos e instrumentos usados en el desarrollo del trabajo experimental y a la obtención e interpretación de los espectros de fluorescencia de rayos X, se estableció el plazo de 18 meses como límite temporal para el desarrollo de todo el proyecto.

La limitante espacial de la investigación estableció que ésta se debió realizar en la Universidad Nacional del Callao, toda vez que el equipo XR 4.0 PHYWE se encontraba instalado en el Laboratorio de Difractometría de Rayos X de la Facultad de Ciencias Naturales y Matemática.

II. MARCO TEÓRICO

2.1. Antecedentes: Internacional y Nacional

2.1.1 Antecedentes: Internacional

FUENTE MERINO, Ismael. [2015]. *Puesta a punto de un equipo de fluorescencia de rayos X portátil con fuentes radiactivas: Aplicaciones medioambientales*. Tesis Doctoral. Universidad de Cantabria.

Se puso en marcha y calibró un equipo portátil X-MET 2000 MetalMaster (Metorex) para realizar medidas de Fluorescencia de rayos X por Dispersión de energía usando los isótopos radiactivos, ^{109}Cd y ^{241}Am y quince muestras mono elementales. Este dispositivo - que cuenta con un detector de alta resolución de diodo de Si-PIN, refrigerado por efecto Peltier y un analizador multicanal interno de 2048 canales - fue probado con muestras patrones de acero inoxidable para probar su correcta calibración y usado en la caracterización elemental de suelos contaminados de la Comunidad de Cantabria, determinando la presencia de metales por fluorescencia de rayos X, entre otros métodos analíticos [7].

Para nuestro trabajo se usó un equipo XR 4.0 PHYWE instalado en el Laboratorio de Difractometría de Rayos X de la Facultad de Ciencias Naturales y Matemática y la fuente de energía primaria provino de un tubo de rayos X con ánodo de Tungsteno que puede operar hasta 35 kV y 1 mA. El sistema de detección también consistió de un detector de energía de diodo Si-PIN del equipo y un analizador multicanal de 4000 canales que permitieron la obtención de los espectros de fluorescencia de rayos X de varias muestras metálicas patrones.

ZAPATA Edith y otros. [2006]. *Calificación de operación de un espectrómetro de fluorescencia de rayos X*. Simposio de Metrología.

Se elaboró una guía genérica para la calificación de operación y de desempeño de un espectrómetro de fluorescencia de rayos X de longitud de onda dispersiva SIEMENS SRS 3000 realizando varias pruebas que se aplicaron a los componentes principales que



integran el instrumento: el tubo de rayos X con ánodo de Rh que puede operar hasta 60 kV, 150 mA, el goniómetro que tiene una precisión angular de $0,01^\circ$ y el sistema de detección que consiste de un contador proporcional y un contador de centelleo [1].

En nuestro trabajo, se elaboraron las instrucciones a seguir para la obtención de los espectros de fluorescencia de rayos X con el equipo XR 4.0 PHYWE, mejorando lo indicado en el manual de experimentos proporcionado por la empresa PHYWE y poder verificar el correcto funcionamiento del detector de energía de rayos X y el analizador multicanal con la finalidad de sólo calificar la operación del sistema de detección del referido equipo. Como se ha indicado, la fuente de radiación fue un tubo de rayos X con ánodo de Tungsteno, el goniómetro tenía una precisión angular de sólo $0,1^\circ$ y el sistema de detección consistió de un detector de energía de estado sólido y un analizador multicanal.

PHYWE series of publications. TESS expert, Laboratory Experiments. [2005]. *X-ray experiments*. Göttingen: PHYWE Systeme GmbH & Co.

Constituye un manual donde se exponen los lineamientos e instrucciones para realizar un conjunto de experimentos que se pueden llevar a cabo aplicando técnicas de Difracción y Fluorescencia de rayos X usando el equipo XR 4.0 PHYWE y detectores de radiación, que pueden ser, un tubo contador de gas Geiger-Muller, un detector de energía de estado sólido con un analizador multicanal y una cámara digital de alta resolución, como formas de sistemas de detección de los rayos X. La radiación puede provenir de tubos al vacío con ánodos de Cobre, Molibdeno, Fierro y Tungsteno. Se presentan resultados para los diversos experimentos que se exponen que pueden usarse como referencia [4].

Para nuestro trabajo experimental, se usó también el equipo XR 4.0 PHYWE y la fuente de energía primaria provino del tubo de rayos X con ánodo de Tungsteno. El sistema de detección usado consistió del detector de energía de rayos X de estado sólido y su analizador multicanal. Los resultados experimentales fueron comparados con los que presenta el manual.

2.1.2 Antecedentes: Nacional

No se encontraron referencias bibliográficas relacionadas al proyecto en el ámbito nacional al formular el proyecto.

2.2. Bases teóricas

2.2.1 Espectroscopía de Fluorescencia de rayos X

La espectrometría de fluorescencia de rayos X (XRF), es una técnica de análisis de elementos cualitativo y cuantitativo, no destructivo, basado en la medición de las longitudes de onda o la energía de los rayos X, emitidas por una muestra después de ser irradiada con rayos X [1], lo que permite determinar la composición química de toda clase de materiales sean éstos sólidos, líquidos, polvos, etc. La fluorescencia de rayos X también se puede utilizar para determinar el espesor y la composición de capas y recubrimientos metálicos.

El método de análisis es rápido, preciso y no destructivo y, por lo general, sólo requiere de una pequeña cantidad de muestra preparada. El rango de aplicación es muy amplio e incluyen las industrias del metal, cemento, aceite, polímeros, plásticos, farmacéutica y de alimentos. Además, la fluorescencia de rayos X se usa en minería, mineralogía, geología y para el análisis ambiental del agua y de materiales de desecho [3].

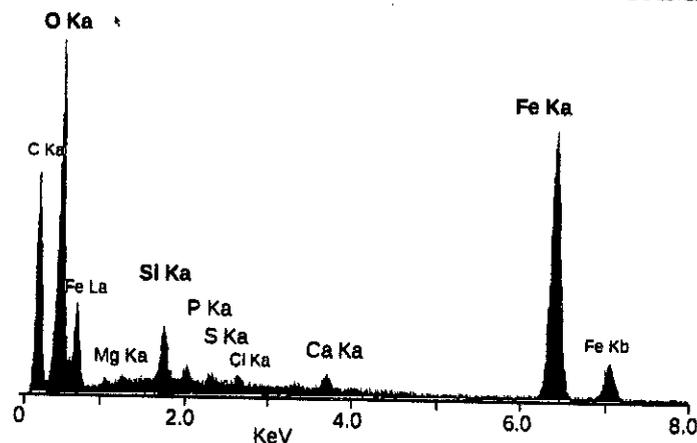
Los sistemas espectrométricos de fluorescencia de rayos X se pueden dividir en dos grupos principales: los sistemas de energía dispersiva (EDXRF) y los sistemas de dispersión de longitud de onda (WDXRF). Los elementos que pueden ser analizados y sus niveles de detección dependen principalmente del sistema espectrométrico utilizado. El rango de elementos en términos del número atómico para EDXRF va del Sodio (11) al Uranio (92). Para WDXRF, el rango es aún más amplio, del Berilio (4) al Uranio (92). El intervalo de concentración va desde niveles de (sub) ppm al 100%. En términos generales, los elementos con números atómicos altos tienen mejores límites de detección que los elementos más ligeros [3].

La precisión y reproducibilidad del análisis por Fluorescencia de rayos X es muy alta. Se pueden obtener resultados muy exactos si se disponen de buenas muestras estándar constituidas por un solo elemento metálico, pero también en aplicaciones de la técnica en las que no es posible contar con estas muestras estándar [3].

El tiempo empleado para realizar la medida depende del número de elementos a determinar en el análisis y la exactitud que se requiere en los resultados, y varía entre unos segundos y 30 minutos. El tiempo de análisis después de realizada la medida es de sólo unos pocos segundos, si el equipo dispone de un programa aplicativo instalado apropiado [3].

La Figura N° 2.1 muestra el espectro típico de la caparazón de un camarón medido con EDXRF [8], donde se pueden observar claramente los picos que corresponden a grandes valores de tasa de conteo. La mayoría de estos picos se deben a transiciones de electrones a la capa K de los átomos de los elementos presentes, C, O, Mg, Si, P, S, Cl, Ca, Fe, que son las Líneas $K\alpha$ y $K\beta$. Un pico se debe a la transición de electrones a la capa L del Hierro, que es la línea $L\alpha$. Las posiciones de los picos determinan los elementos presentes en la muestra, mientras que las alturas de los picos determinan las concentraciones.

FIGURA N° 2.1
ESPECTRO EDXRF DE LA CAPARAZÓN DE UN CAMARÓN



Fuente: https://en.wikipedia.org/wiki/Energy-dispersive_X-ray_spectroscopy

a) Los rayos X

Los rayos X se pueden tratar como ondas electromagnéticas asociadas a sus longitudes de onda o como haces de fotones con sus energías asociadas [3]. Todos los rayos X representan una porción muy energética del espectro electromagnético y tienen asociadas longitudes de onda comprendidas entre 0,1 a 100 angstroms (Å), donde $1\text{Å} = 10^{-10}\text{m}$. Los rayos x limitan con la luz ultravioleta a longitudes de onda largas y con los rayos gamma a longitudes de onda cortas. Los rayos X en el rango de 50 a 100 Å se denominan rayos X blandos debido a que tienen energías más bajas y son absorbidos fácilmente. El rango de interés de los rayos X es aproximadamente de 0,1 a 100 Å [9].

La relación entre la frecuencia ν de la radiación electromagnética y su energía corpuscular E , es dada por:

$$E = h \nu \quad (2.1)$$

Donde: $h = 6,62 \times 10^{-24}\text{ J}\cdot\text{s}$ es la constante de Planck y ν se expresa en Hertz.

Además, para todas las longitudes de onda λ , se cumple que:

$$\nu = c / \lambda \quad (2.2)$$

Donde: $c = 2,99782 \times 10^8\text{ m/s}$ es la velocidad de la luz en el vacío y λ se expresa en Å.

De (2.2) en (2.1):

$$E = \frac{hc}{\lambda} = \frac{(6,62 \times 10^{-24}\text{ J}\cdot\text{s})(2,99782 \times 10^8\text{ m/s})}{\lambda} = \frac{1,98636 \times 10^{-24}}{\lambda}$$

Donde: E se expresa en Joule y λ en metros.

Considerando que: $1\text{Å} = 10^{-10}\text{m}$ y $1\text{eV} = 1,6021 \times 10^{-19}\text{J}$, reemplazando estos valores

se tiene la ecuación de Duane-Hunt:

$$E(\text{eV}) = \frac{12,396}{\lambda(\text{Å})} \quad (2.3)$$

Observar que existe una relación inversa entre la energía y la longitud de onda; esto es, longitudes de onda cortas corresponden a energías altas y longitudes de onda largas a bajas energías. Las energías en el rango de las longitudes de onda de los rayos X son 124 keV (0,1 Å) a 124 eV (100 Å). Las magnitudes de las energías de los rayos X sugirieron a los investigadores iniciales que los rayos X se producen desde el interior de un átomo. Los producidos a partir de un material consisten en dos componentes superpuestas distintas: la radiación continua o radiación blanca, que tiene una distribución continua de intensidades sobre todo el rango de las longitudes de onda, y la



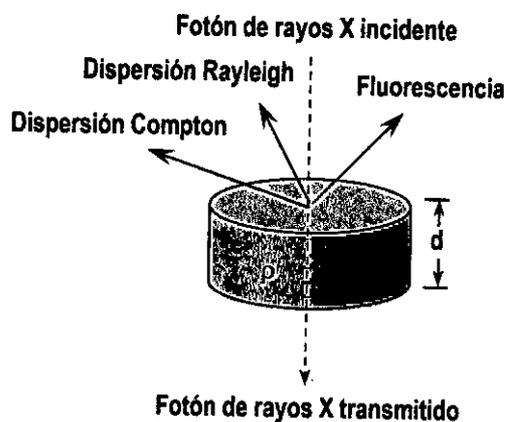
radiación característica, que se produce como un pico de intensidad variable a longitudes de onda discretas [9].

Los rayos X poseen las siguientes propiedades: son invisibles; se propagan con la velocidad de la luz; no son afectados por campos eléctricos y magnéticos; son absorbidos de manera diferente cuando pasan a través de materiales de composición, densidad y espesor variable; son reflejados, difractados, refractados y polarizados; son capaces de ionizar a los gases; son capaces de afectar a las propiedades eléctricas de los sólidos y los líquidos; son capaces de ennegrecer una placa fotográfica; son capaces de liberar fotoelectrones; son emitidos en un espectro continuo; son emitidos también en un espectro de líneas características del elemento químico y tienen espectros característicos de absorción del elemento químico [9].

b) Interacción de los rayos X con la materia

Cuando los rayos X inciden sobre la materia se pueden observar tres interacciones principales: Fluorescencia, Dispersión Compton y Dispersión Rayleigh, como muestra la Figura N° 2.2 [3].

FIGURA N° 2.2
INTERACCIONES DE LOS RAYOS X CON LA MATERIA



Fuente: Adaptada de Brouwer, Theory of XRF, 2010

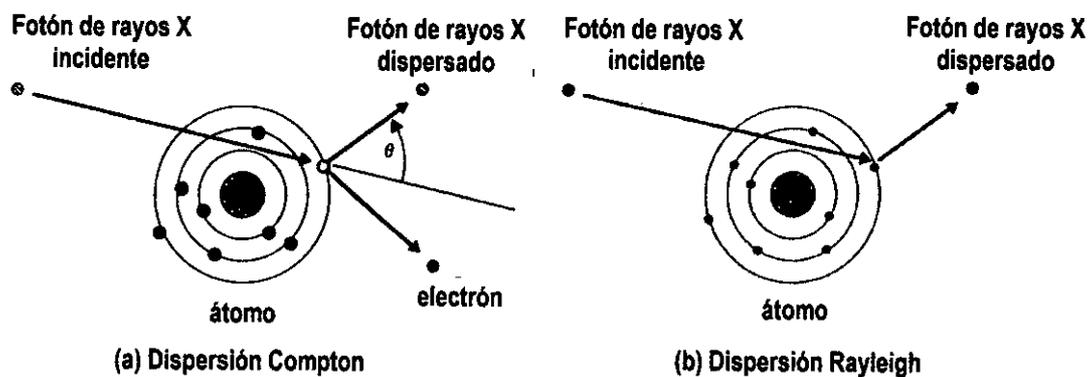
Si un haz de fotones de rayos X incide sobre una porción de material, una fracción se transmite, una fracción se absorbe produciendo radiación fluorescente y una fracción se dispersa. La dispersión puede ocurrir con una pérdida de energía, conocida como dispersión Compton, y sin pérdida de energía, conocida como dispersión Rayleigh. La



fluorescencia y la dispersión dependen del espesor d , la densidad ρ y la composición del material, y de la energía de los rayos X [3].

En la dispersión Compton o dispersión Incoherente, una parte de los rayos X incidentes es dispersada por la muestra en lugar de producir radiación característica. Esto ocurre porque el fotón rebota al chocar con un electrón, perdiendo una fracción de su energía que es tomada por el electrón, como se muestra la Figura N° 2.3 (a). La fracción de energía que se pierde depende del ángulo al que fue golpeado el electrón [3].

FIGURA N° 2.3
DISPERSIONES COMPTON Y RAYLEIGH



Fuente: Bounakhla y Tahri. X-ray Fluorescence Analytical Techniques [10]

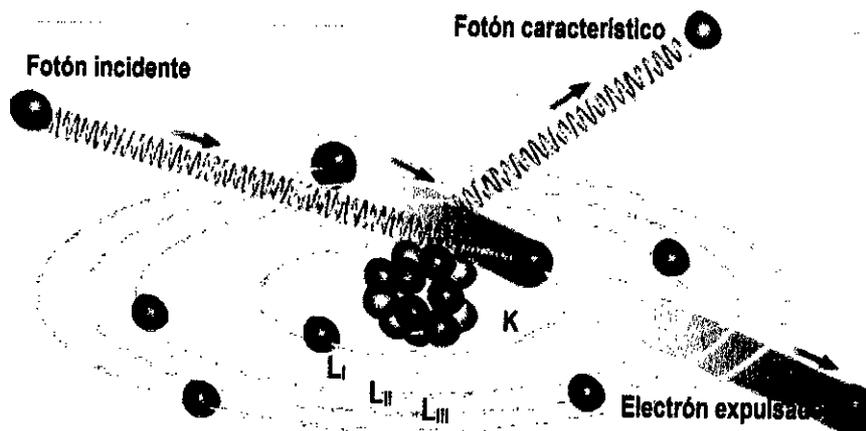
En el caso de la dispersión Rayleigh, los fotones de rayos X incidentes chocan contra electrones fuertemente ligados, los que permanecen en su capa, pero comienzan a oscilar a la misma frecuencia de la radiación incidente. Como consecuencia de esta oscilación, los electrones emiten radiación a la misma frecuencia y con la misma energía que la radiación incidente, como muestra la Figura N° 2.3 (b). Esto causa la impresión de que la radiación incidente es dispersada por el átomo [3].

Las muestras con elementos ligeros, esto es, aquellos que poseen un bajo peso atómico, dan lugar a una dispersión Compton alta y a una dispersión Rayleigh baja, debido a que sus electrones se encuentran débilmente ligados. A medida que los elementos se vuelven más pesados la dispersión Compton disminuye, desapareciendo por completo para los elementos pesados, y sólo tiene lugar la dispersión Rayleigh [3].

c) Producción de la radiación fluorescente característica

Un átomo consiste de un núcleo, que contiene protones - que son partículas cargadas positivamente - y neutrones - que son partículas sin carga - rodeado de electrones distribuidos en capas u orbitales. La capa más interna se denomina la capa K, seguida por la capa L, la capa M, etc. La capa L tiene 3 sub-capas llamadas L_I , L_{II} y L_{III} . La capa M tiene 5 sub-capas M_I , M_{II} , M_{III} , M_{IV} y M_V . Las capas K, L y M pueden contener, respectivamente, 2, 8 y 18 electrones. La energía de un electrón depende de la capa que ocupa y del elemento al que pertenece. Cuando partículas tales como fotones de rayos X y electrones con energía suficientemente alta inciden sobre un átomo, pueden expulsar un electrón de la órbita del átomo, como muestra la Figura N° 2.4 [3].

FIGURA N° 2.4
PRODUCCIÓN DE LA RADIACIÓN CARACTERÍSTICA



Fuente: Adaptada de Brouwer, Theory of XRF, 2010

Este hecho produce una vacancia en una capa. En el caso que se muestra en la Figura N° 2.4, la vacancia inicial se crea en la capa K, poniendo al átomo en un estado excitado inestable con una energía más alta. Como el átomo quiere restaurar la configuración original, transfiere un electrón de una capa exterior, tal como la capa L, para cubrir la vacancia en la capa K. Puesto que, un electrón de la capa L tiene una energía más alta que un electrón de la capa K; entonces, cuando un electrón de la capa L se transfiere a la capa K, debe emitir el excedente de energía como un fotón de rayos X. En un espectro de fluorescencia de rayos X, esto se observa como una línea [3].

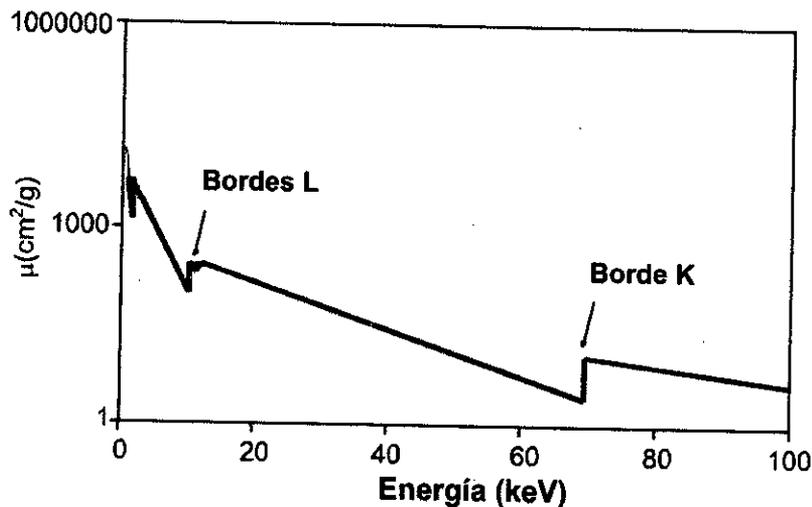
La energía de los rayos X emitidos por el átomo depende entonces de la diferencia de las energías entre la capa con la vacancia inicial y la energía del electrón que cubre la



vacancia. Cada átomo tiene sus niveles de energía con valores específicos, por lo que la radiación emitida por él es característica de ese átomo. Un átomo puede emitir energías de diferentes valores debido a que los fotones incidentes pueden originar diferentes vacancias que pueden ser cubiertas por diferentes electrones. El espectro de fluorescencia de rayos X, que es la colección de las líneas emitidas por un átomo, es una característica del elemento y se puede considerar como la huella digital del elemento [3].

Para conseguir expulsar un electrón de un átomo, los rayos X incidentes deben tener un mayor valor de energía que la energía de enlace del electrón. Si se logra expulsar un electrón del átomo, la radiación incidente se absorbe, y cuanto mayor sea la absorción más alta es la fluorescencia. Si, por otro lado, la energía de los rayos X incidentes es demasiada alta, muchos fotones traspasarán al átomo y sólo unos pocos electrones de éste serán removidos. La Figura N° 2.5 muestra cómo varía el coeficiente de absorción másico del elemento con el valor de las energías de la radiación incidente.

FIGURA N° 2.5
COEFICIENTE DE ABSORCIÓN EN FUNCIÓN DE LA ENERGÍA



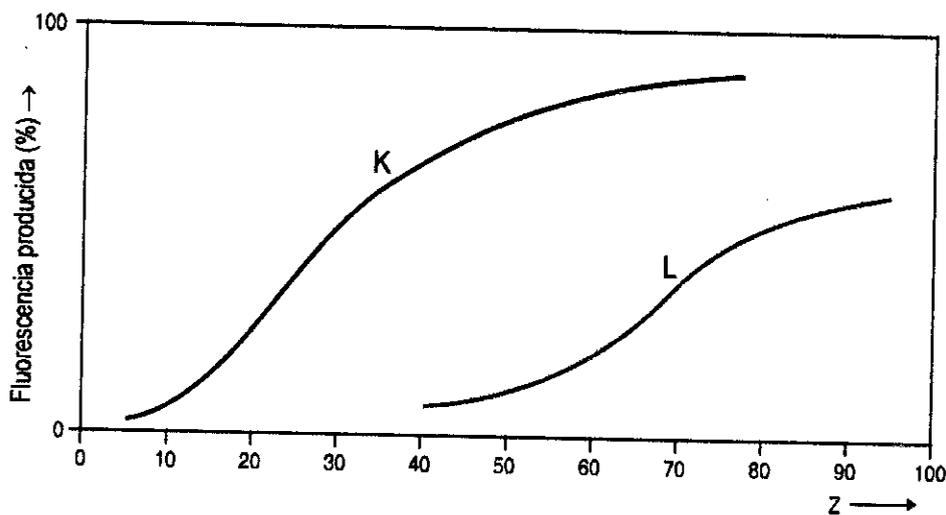
Fuente: Brouwer, Theory of XRF, 2010

Se puede observar que las altas energías de la radiación incidente apenas se absorbe y, por consiguiente, el elemento produce una baja fluorescencia. Si la energía de los fotones incidentes es más baja y se aproxima al valor de la energía de enlace de los electrones de la capa K, se absorbe más radiación. La absorción más alta se alcanza cuando la energía del fotón de rayos X incidente está justo por encima del valor de la energía de enlace del electrón a ser expulsado. Si la energía del fotón de rayos X

incidente es menor que la energía de enlace, se puede observar un salto denominado el borde de absorción: la energía del fotón de rayos X incidente es demasiado baja para expulsar electrones de la capa correspondiente, pero es demasiado alta para expulsar electrones de las capas energéticamente más bajas. La curva de la Figura N° 2.5 muestra el borde K correspondiente a la capa K, y los tres bordes L correspondientes a las sub-capas L_I , L_{II} y L_{III} [3].

La fluorescencia que se produce en un elemento es la relación que existe entre los fotones fluorescentes emitidos por el átomo y el número de vacancias iniciales que se originaron. La Figura N° 2.6 muestra la fluorescencia producida para las líneas K y L como una función del número atómico Z del elemento, donde se puede observar que la fluorescencia producida es baja para los elementos muy ligeros, explicando por qué es tan difícil analizar estos elementos por fluorescencia de rayos X [3].

FIGURA N° 2.6
FLUORESCENCIA PRODUCIDA PARA ELECTRONES K Y L

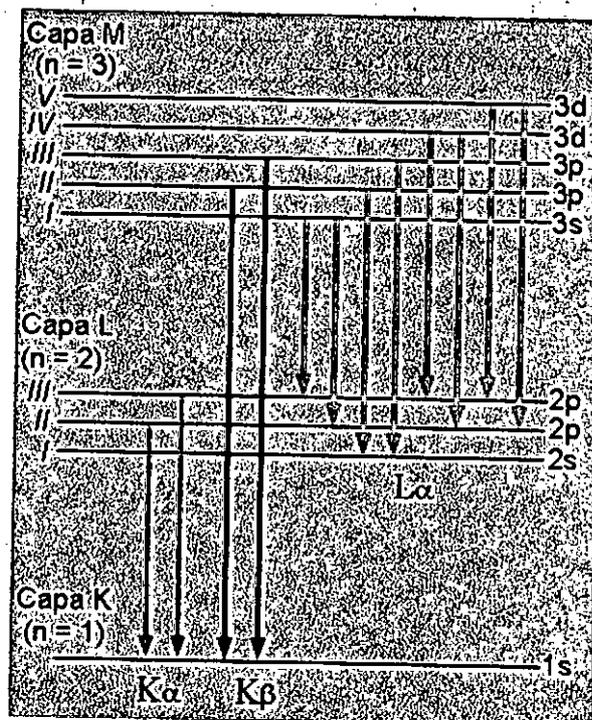


Fuente: Brouwer, Theory of XRF, 2010

La notación Siegbahn y la notación de la International Union of Pure and Applied Chemistry (IUPAC) son las dos notaciones que se usan principalmente para designar las diferentes líneas de un espectro de fluorescencia de rayos X. La notación Siegbahn designa una línea del espectro por el símbolo del elemento seguido del nombre de la capa donde creó la vacancia inicial más una letra griega (α , β , γ , etc.) que indica la intensidad relativa de la línea. Por ejemplo, Fe $K\alpha$ es la línea de Hierro más intensa del espectro debido a que un electrón de la capa K fue expulsado. Asimismo, la notación

Siegbahn indica de qué capa del átomo viene el electrón que llena la vacancia. En la notación IUPAC, una línea se designa por el símbolo del elemento y el nombre de la capa donde se produce la vacancia inicial, seguida del nombre de la capa de donde viene el electrón que cubre la vacancia. Por ejemplo, Cr KL_{III} es la radiación de cromo debido a una vacancia producida en la capa K llenada por un electrón de la capa L_{III} . En general, las líneas K son más intensas que las líneas L, que son más intensas que las líneas M, y así sucesivamente. La mecánica cuántica enseña que no todas las transiciones son posibles [11], por ejemplo una transición desde la capa L_I a la capa K. Las transiciones permitidas que los electrones pueden experimentar del estado inicial al estado final se especifican por tres reglas de selección cuántica: (1) El cambio en el número cuántico principal n debe ser ≥ 1 ; (2) El cambio en el número cuántico azimutal ℓ sólo puede ser ± 1 ; (3) El cambio en el número cuántico de momento angular j sólo puede ser ± 1 o 0. La Figura N° 2.7 muestra una visión general de las líneas más importantes con sus posibles transiciones en la notación de Siegbahn [3].

FIGURA N° 2.7
LÍNEAS MÁS IMPORTANTES Y SUS TRANSICIONES



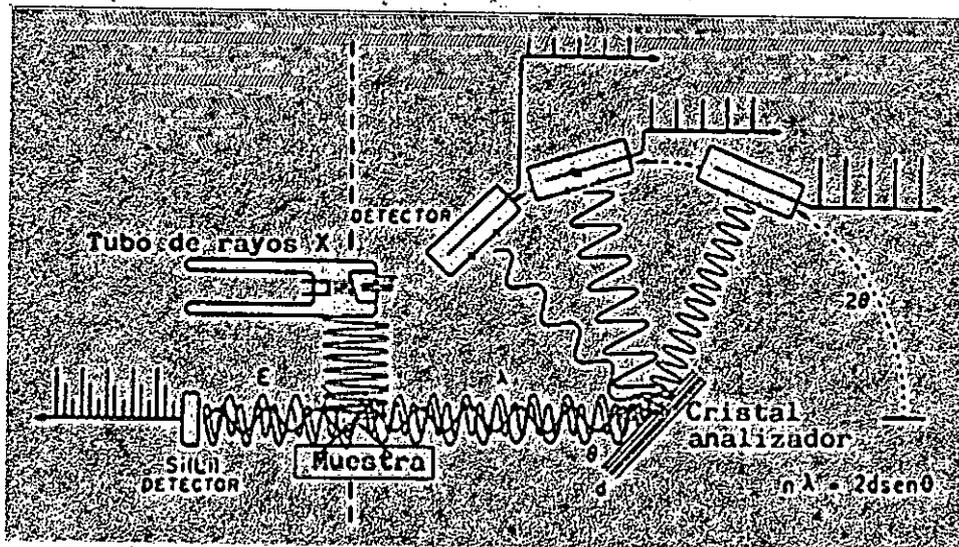
Fuente: <http://la-mecanica-cuantica.blogspot.com/2009/08/las-reglas-de-seleccion.html>

2.2.2 El espectrómetro de fluorescencia de rayos X

Un espectrómetro de fluorescencia de rayos X consta de tres partes fundamentales: (1) la fuente que genera los rayos X, que puede ser un tubo de rayos X, una fuente radiactiva o un sincrotrón; (2) un detector de radiación que convierte los rayos X emitidos por los átomos de la muestra en una señal electrónica que puede ser medida, entre los cuales se pueden citar un contador Geiger-Müller, un contador de centelleo y un detector de radiación de estado sólido de Silicio; (3) una unidad de procesamiento que registra la señal electrónica y calcula la concentración elemental en la muestra con un software conveniente [2].

En la Figura N° 2.8 se puede apreciar la configuración básica de un espectrómetro de Fluorescencia de rayos X. Un tubo de rayos X altamente energético, cuyo material del blanco del ánodo es Tungsteno, genera la radiación primaria que incide sobre la muestra que puede ser sólida, líquida o en polvo. De la interacción de la radiación incidente con los átomos de la muestra se genera, por dispersión, una radiación secundaria, también conocida como fluorescencia de rayos X [1].

FIGURA N° 2.8
ESPECTRÓMETRO DE FLUORESCENCIA DE RAYOS X



Fuente: <http://www2.uned.es/cristamine/mineral/metodos/xrfs.htm>

La radiación dispersada por la muestra, de longitud de onda λ , difractada por un cristal analizador, de distancia interplanar d , que cumple la ley de Bragg:

$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad (2.4)$$

Donde: n es el orden de la difracción y θ es el ángulo de Bragg, según se establece en [9] y [12].

La técnica de la Fluorescencia de rayos X consiste en medir la longitud de onda o la energía de cada una de las radiaciones características emitidas por la muestra para identificar los elementos que la componen y, asimismo, medir sus intensidades para determinar sus respectivas concentraciones [12].

En la parte derecha de la Figura N° 2.8, se observa el esquema de un espectrómetro de fluorescencia de rayos X de longitud de onda dispersiva (WDXRF), en el que el espectro de fluorescencia de rayos X policromáticos emitido por la muestra se descompone en sus componentes monocromáticas en función de sus longitudes de onda, cuando se difracta al pasar por un monocristal analizador de distancia interplanar conocida. El haz de rayos X difractado para cada posición angular del monocristal que satisfaga la ley de Bragg incide sobre un detector de radiación, generalmente un detector proporcional de gas como un contador Geiger-Müller o un detector de centelleo, que convierte los fotones en impulsos eléctricos [12].

Midiendo el valor del ángulo de difracción 2θ de cada uno de las líneas o picos de difracción que constituyen el patrón de difracción de rayos X emitido por la muestra, usando la ecuación (2.4) se puede determinar la longitud de onda λ de cada una de estas líneas puesto que se conoce la distancia interplanar d del cristal analizador. Del análisis de las longitudes de onda de las líneas del patrón se puede identificar la composición cualitativa de la muestra, mientras que de la medida de sus intensidades se puede obtener la composición cuantitativa. [12]

En un espectrómetro de fluorescencia de energía dispersiva (EDXRF), como el que se muestra en la parte izquierda de la Figura N° 2.8, se usa semiconductores, generalmente de Silicio dopados con Litio, como detector de los rayos X el que recibe el espectro total de fluorescencia de rayos X emitido por todos los elementos de la muestra a la vez y lo descompone en función de la diferencia entre sus energías. Por cada fotón de rayos X que incide en el detector, éste genera un impulso eléctrico cuya altura será proporcional a la energía del fotón. Los diferentes impulsos eléctricos que se generan son

amplificados, separados y almacenados en función de su valor con ayuda de un analizador multicanal de altura de pulsos [12].

Existen tres propiedades importantes en los sistemas de detección [3]:

1. Resolución: habilidad del detector para distinguir entre diferentes niveles de energía.
2. Sensibilidad: indicador de cuan eficientemente se cuentan los fotones que inciden en el detector.
3. Dispersión: habilidad del detector para separar rayos X de diferentes energías. Una alta dispersión significa que las energías diferentes están bien separadas.

Si una línea característica del espectro de fluorescencia de rayos X de nivel de energía E_0 se mide con la ayuda de un detector de energía, el poder de resolución del detector se define como $E_0 / \Delta E_{FWHM}$, donde ΔE_{FWHM} es el ancho de la energía a la mitad de la máxima altura de la línea. El valor recíproco del cociente se denomina la resolución. Si las líneas características del espectro de fluorescencia de rayos X de varios elementos son analizadas con un detector semiconductor de Silicio, entonces los ΔE_{FWHM} variarán linealmente con sus correspondientes niveles de energía E_0 [4].

La energía E_0 de un cuanto de rayos X incidente en el detector, se utiliza en el semiconductor de Silicio para la generación de pares electrón-hueco y para la excitación de fonones, la que se despreciará en el siguiente análisis toda vez que el objetivo no es determinar un valor absoluto para el poder de resolución [4].

Si E_i es la energía para producir un par electrón-hueco, el número promedio de pares electrón-hueco que se producen durante la absorción será:
$$\bar{n} = \frac{E_0}{E_i} \quad (2.5)$$

Como la generación de pares electrón-hueco obedece a un proceso aleatorio, se puede asumir que la fluctuación estadística σ del número promedio de pares electrón-hueco generados se puede representar por una distribución normal. [4]

$$\sigma = \sqrt{\bar{n}} = \sqrt{\frac{E_0}{E_i}} \quad (2.6)$$

Para el ancho total a la mitad del máximo de una distribución normal se tiene:

$$\Delta\bar{n}_{1/2} = \sqrt{8 \text{Ln } 2} \sigma = 2,35 \sqrt{\frac{E_o}{E_i}} \quad (2.7)$$

Asumiendo que la línea del espectro con nivel de energía E_o también obedece a una distribución normal, en forma análoga, se puede considerar [4]:

$$\frac{\Delta E_{FWHM}}{E_o} = \frac{\Delta\bar{n}_{1/2}}{\bar{n}} = 2,35 \sqrt{\frac{E_o}{E_i}} \quad (2.8)$$

Para el ancho total de energía a la mitad del máximo de la línea ΔE_{FWHM} , de la ecuación (2.6) resulta [4]: $\Delta E_{FWHM} \propto \sqrt{E_o}$, esto es: $(\Delta E_{FWHM})^2 \propto E_o$ (2.9)

2.2.3 Calificación de Operación de un espectrómetro de fluorescencia

Los equipos de Fluorescencia de rayos X pertenecen al tipo de instrumentos que, por la gran cantidad de sistemas internos que poseen, no pueden ser calibrados como un todo, por lo que es necesario realizar una serie de pruebas para verificar que cada parte instrumental del equipo está desempeñándose correctamente. Este tipo de verificación es conocida como Calificación de Operación [1].

La calificación de operación de un espectrómetro de fluorescencia de rayos X es un proceso que se debe realizar en cuatro etapas [1]:

- (1) Calificación de diseño: Se definen las especificaciones funcionales y operacionales del instrumento de acuerdo a su ficha técnica y su manual de operación y se detalla de manera específica la selección ofrecida por el proveedor del instrumento.
- (2) Calificación de instalación: Se establece que el instrumento se recibe tal como estaba diseñado y especificado en el catálogo de la empresa proveedora, que se ha instalado correctamente en el ambiente seleccionado y que este ambiente, que debe reunir las condiciones eléctricas, climáticas, de flujo de agua, etc., es el apropiado para la operación del instrumento.
- (3) Calificación de Operación: Se verifica, mediante pruebas, que el instrumento funcionará de acuerdo a las especificaciones operacionales, proporcionadas por el proveedor del instrumento, en el ambiente seleccionado.



- (4) **Calificación de desempeño:** Se demuestra que el instrumento se desempeña de acuerdo a sus especificaciones apropiadas para su uso rutinario.

Puesto que el espectrómetro de fluorescencia de rayos X consta de varios dispositivos, como el tubo de rayos X, el goniómetro, el detector de rayos X y circuitos analizadores, es conveniente que las etapas de calificación se realicen a cada uno de ellos de manera independiente y, asimismo, se realicen preferentemente de forma secuencial; sin embargo, en la práctica se pueden realizar las etapas de la calificación, operación y desempeño sin haber llevado a cabo la calificación de diseño e instalación [1].

En el presente trabajo sólo se calificó la operación del sistema de detección del equipo XR 4.0 PHYWE constituido por un detector de energía y un analizador multicanal.

2.3. Conceptual

De los resultados del proyecto de investigación, se puede establecer que la calificación de operación de un instrumento o de un sistema es un proceso que debe realizarse prioritariamente al instrumento o al componente del sistema más significativo y que pueda garantizar su uso y su correcta operación de funcionamiento de acuerdo a lo indicado por el fabricante a fin de obtener los mejores resultados experimentales.

2.4. Definición de términos básicos

1. Calificación de Operación

Es una serie de pruebas que se realizan a un instrumento o parte de él para verificar que está desempeñándose correctamente de acuerdo a las especificaciones de operación que proporciona el proveedor [1].

2. Detector de fluorescencia de rayos X

Es un sistema electrónico que convierte los rayos X emitidos por una muestra en una señal electrónica susceptible de ser medida (2). Cuatro tipos de detectores son usados frecuentemente: el contador proporcional, el contador Geiger, el detector de centelleo y



los detectores semiconductores [9]. Todos estos detectores producen un pulso eléctrico cuando un fotón de rayos X ingresa al detector, y la altura de este pulso es proporcional a la energía del fotón que ingresa. Los pulsos son amplificados y luego contados por un analizador multicanal [3].

3. Resolución de energía

Es la capacidad del detector para distinguir entre dos radiaciones de energía de valor muy próximo. Como la amplitud de los pulsos medidos por el detector varía de acuerdo a una distribución de tipo gaussiana, la resolución del detector se define como el ancho de la función tomada entre los puntos de respuesta a la mitad de la máxima altura, se le denomina FWHM (full width at half maximum) y se expresa según $\Delta E_{FWHM} / E_0$ [4].

4. EDXRF

La Fluorescencia de rayos X de dispersión de energía (EDXRF) es uno de los dos tipos generales de técnicas de fluorescencia de rayos X que se utilizan para aplicaciones de análisis de elementos. Los espectrómetros EDXRF tienen un detector que permite medir las diferentes energías de la radiación característica que llegan directamente de la muestra. El detector separa las diferentes energías de la radiación característica de cada uno de los diferentes elementos de la muestra [3].

5. Radiación Característica fluorescente

Radiación originada por el exceso de energía que se produce en la transición de electrones de un nivel de energía mayor a uno menor para ocupar las vacancias producidas por la expulsión de electrones de las capas más internas del átomo de una muestra cuando es irradiado por un fotón de rayos X o electrones de alta energía [2].

III. HIPÓTESIS Y VARIABLES

3.1. Hipótesis

3.1.1 Hipótesis General

La calificación de la operación del sistema de detección del equipo XR 4.0 PHYWE para realizar análisis por fluorescencia de rayos X depende del desempeño correcto del detector de energía de rayos X y el analizador multicanal.

3.1.2 Hipótesis Específicas

1. La energía emitida por determinados elementos varía linealmente con el número de canales del analizador multicanal.
2. El valor de $(\Delta E_{FWHM})^2$ de la línea característica de rayos X varía linealmente con el nivel de energía E_0 para determinados elementos

3.2. Definición conceptual de variables

Las variables identificadas en la hipótesis general, se pueden definir conceptualmente de la forma que se indica a continuación:

Variable Independiente:

Desempeño correcto del detector: Resultados observables después de un proceso que demuestra que el instrumento se desempeña de acuerdo a sus especificaciones apropiadas para su uso rutinario.

Variable Dependiente:

Calificación de operación del sistema de detección: Serie de pruebas que se realiza al sistema de detección para verificar que está desempeñándose correctamente de acuerdo a las especificaciones de operación que proporciona el proveedor.

3.3. Operacionalización de variables

VARIABLE	DIMENSIONES	INDICADORES	ÍNDICES	MÉTODO	TÉCNICA
<p><u>Variable Independiente</u> Desempeño correcto del detector</p>	Detector de energía de estado sólido	<p>Niveles de energía.</p> <p>Número de canales.</p> <p>Anchos de energía a la mitad del máximo.</p>	<p>$E_0 \propto N$</p> <p>$(\Delta E_{FWHM})^2 \propto E_0$</p>	Obtención de espectros de fluorescencia de rayos X de muestras metálicas	Experimental
<p><u>Variable Dependiente</u> Calificación de operación del sistema de detección</p>	Calificación de operación del detector de energía y del analizador multicanal	Pruebas al sistema de detección	Coincidencia de medidas realizadas con las del proveedor.	Comparación de resultados con las del proveedor	Observación



IV. DISEÑO METODOLÓGICO

4.1. Tipo y diseño de Investigación

De acuerdo al propósito de la investigación, el presente proyecto estuvo enmarcado en el tipo de investigación aplicada, cuantitativa y transversal. A esta investigación le correspondió el código UNESCO 230120 y el código del Plan Nacional CTI 04050201.

El diseño de la investigación desarrollado fue experimental y consistió en obtener el comportamiento del número de canales detectados por el analizador multicanal asociados con los niveles de energía y los espectros de emisión por fluorescencia de rayos X de diversas muestras metálicas patrones para observar la variación de los anchos de energía a media altura del nivel de energía de sus líneas características respecto a sus niveles de energía con la finalidad de realizar la calificación del sistema de detección del equipo XR 4.0 PHYWE para ser usado en el análisis de materiales diversos por fluorescencia de rayos X.

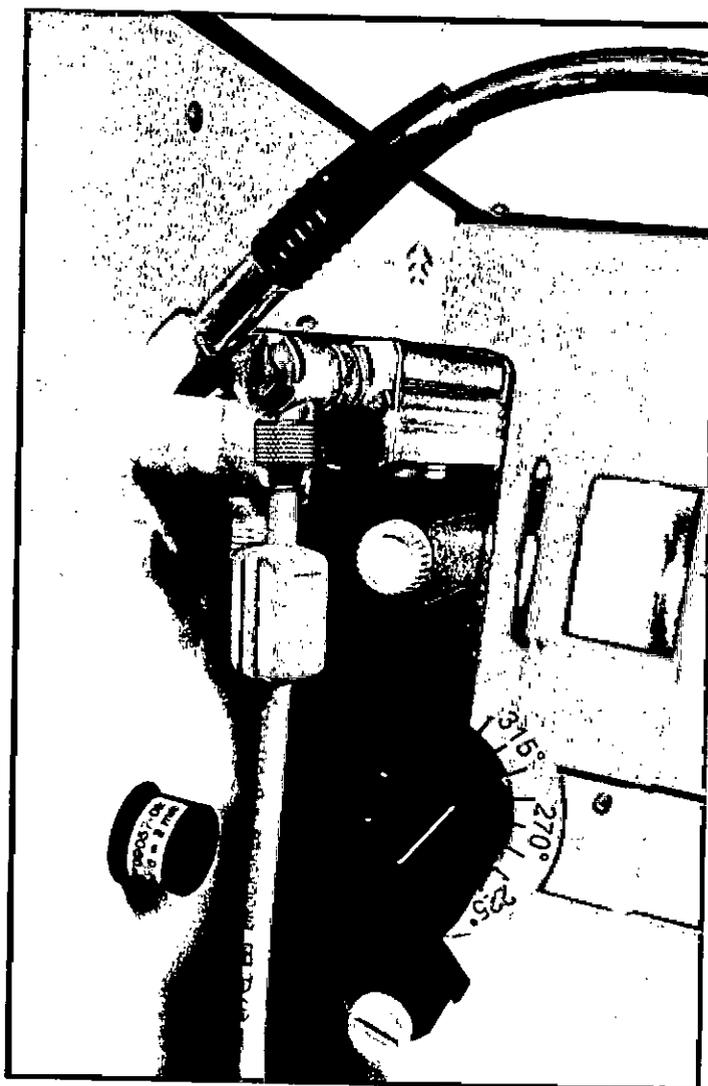
4.2. Método de investigación

Tomando en consideración lo descrito en el manual de experimentos del equipo [4] y realizando algunas modificaciones convenientes, a continuación se describe el método seguido para la obtención de los espectros de fluorescencia de rayos X de los elementos de las láminas metálicas.

1. Se insertó el colimador tubular de 2 mm de diámetro a la salida del tubo de rayos X de Tungsteno.
2. Se desplazó el brazo del goniómetro, con el detector de energía en él, al lado izquierdo del soporte del goniómetro y se llevó el detector de energía, en operación manual de la unidad de rayos X, a la posición 90° en el modo acoplado 2:1, como muestra la Figura N° 4.1.



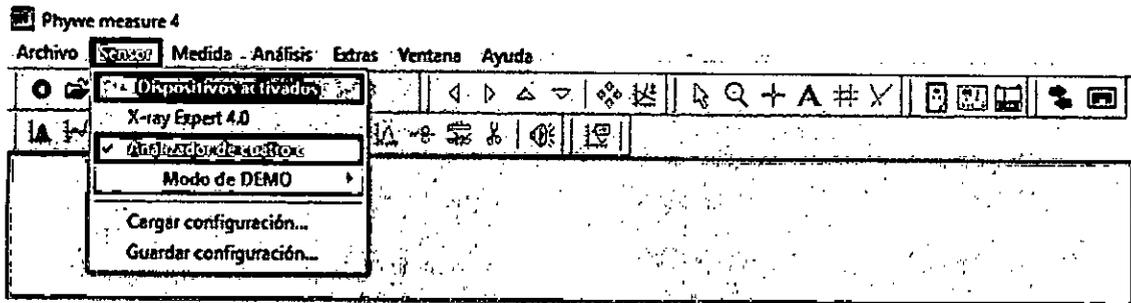
FIGURA N° 4.1
MONTAJE DEL COLIMADOR, EL GONIÓMETRO Y LA LÁMINA



Fuente: Elaboración propia. Fotografía del equipo.

3. Se ubicó la lámina metálica en el soporte de muestras, quedando orientada a 45° de la vertical, como muestra la Figura. N° 4.1.
4. Se aplicó un voltaje de operación de 25 kV al tubo de Tungsteno y una corriente de 0,30 mA para que la tasa de conteo para cada una de las muestras sea menor o igual a 300 cuentas/s. Se confirmaron los datos de operación presionando el botón "ENTER" de la unidad de rayos X y se aseguró la puerta corrediza de la unidad.
5. En el programa *Phywe measure 4*, se seleccionó el dispositivo *Analizador de cuatro canales* debajo del menú *Sensor*, como muestra la Figura N° 4.2.

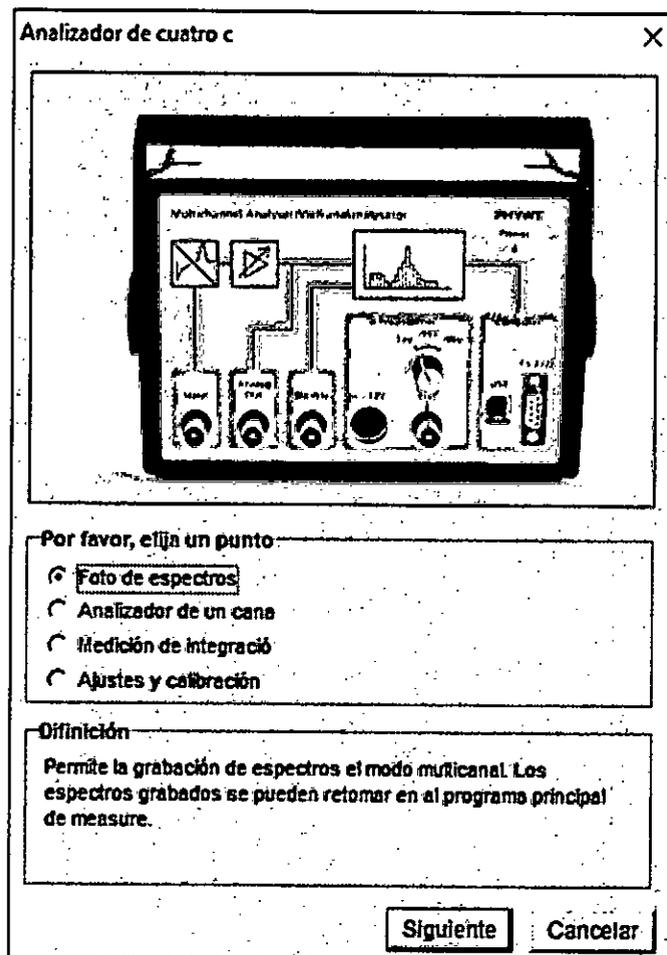
FIGURA N° 4.2
SELECCIÓN DEL MULTICANAL EN EL PROGRAMA



Fuente: Elaboración propia. Captura de pantalla del programa.

6. Al abrirse la ventana *Analizador de cuatro canales*, que se muestra en la Figura N° 4.3, se seleccionó *Foto de espectros* y se presionó el botón *Siguiente*.

FIGURA N° 4.3
VENTANA DEL ANALIZADOR MULTICANAL

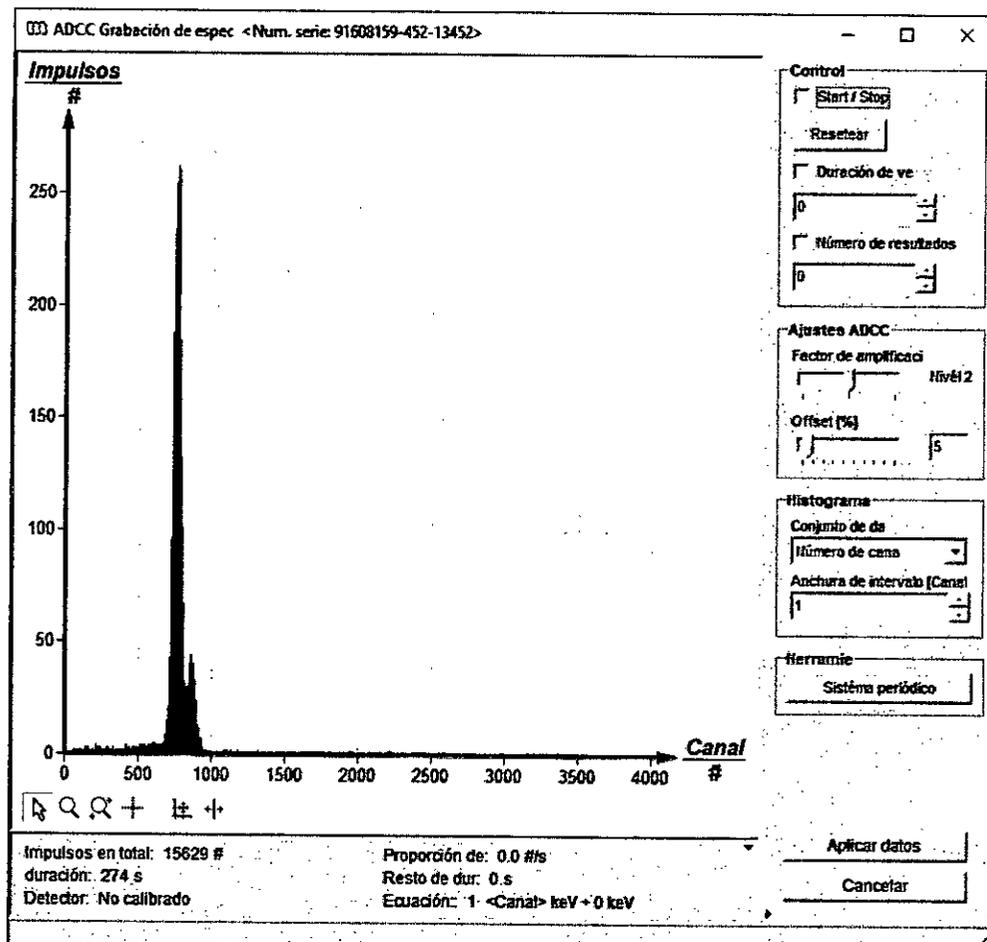


Fuente: Elaboración propia. Captura de pantalla del programa.

7. Al abrirse la ventana *Grabación de espectros*, mostrada en la Figura N° 4.4, en la sección *Histograma*, del panel de controles ubicado en el lado derecho de la

ventana, se consideró *Número de canales* en la ventana *Conjunto de datos* y *1 canal* en la ventana *Anchura de intervalo [canales]*.

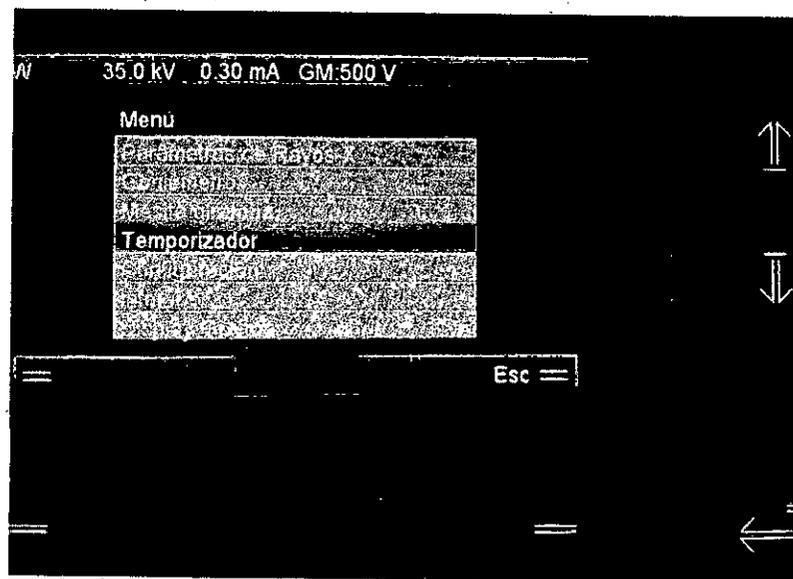
FIGURA N° 4.4
VENTANA GRABACIÓN DE ESPECTROS



Fuente: Elaboración propia. Captura de pantalla del programa.

8. A continuación, en la sección *Ajustes ADCC*, del panel de controles de la ventana *Grabación de espectros*, se seleccionó *Nivel 2* en la ventana *Factor de amplificación* y el *5%* en la ventana *Offset*, con el fin de eliminar las señales de ruido de baja energía. Para una segunda serie de medidas se seleccionó *Nivel 4* en la ventana *Factor de amplificación*.
9. En el *Menú* del panel de control de la unidad de rayos X, con el cursor de desplazamiento se seleccionó la función *Temporizador* para programar el tiempo de medida, según se muestra en la Figura N° 4.5.

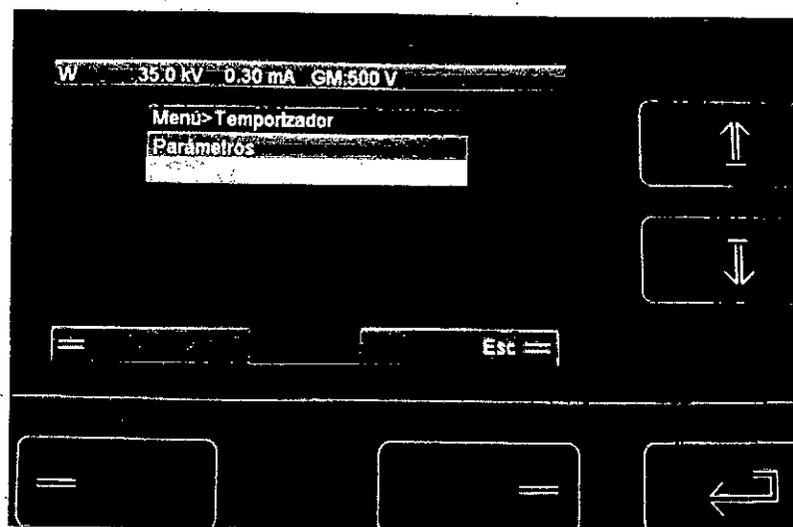
FIGURA N° 4.5
MENÚ DEL PANEL DE CONTROL



Fuente: Elaboración propia. Fotografía del equipo.

10. Con el cursor de desplazamiento, se seleccionó la opción *Parámetros* de la función *Temporizador*, como se muestra en la Figura N° 4.6.

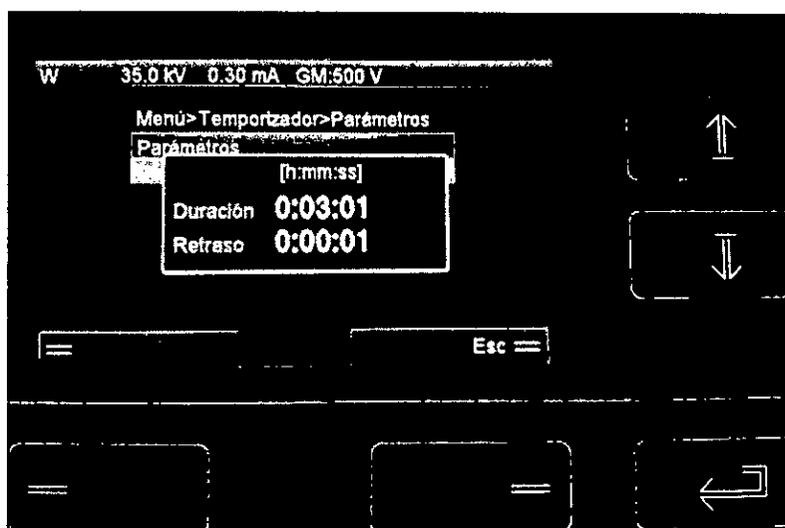
FIGURA N° 4.6
OPCIONES DE LA FUNCIÓN TEMPORIZADOR



Fuente: Elaboración propia. Fotografía del equipo.

11. Con la ayuda de los cursores de desplazamiento, se definió una *Duración* de 3 minutos (0:03:01) como tiempo de registro del espectro, según se muestra en la Figura N° 4.7.

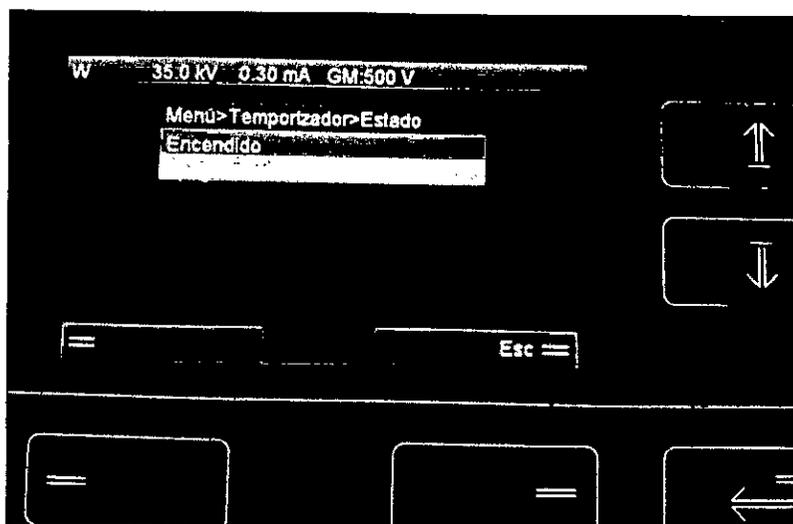
FIGURA N° 4.7
DEFINICIÓN DE LA DURACIÓN DEL REGISTRO



Fuente: Elaboración propia. Fotografía del equipo.

12. En la función *Temporizador*, que se muestra en la Figura N° 4.8, con la ayuda de los cursores de desplazamiento, se seleccionó la opción *Encendido* del menú *Estado*.

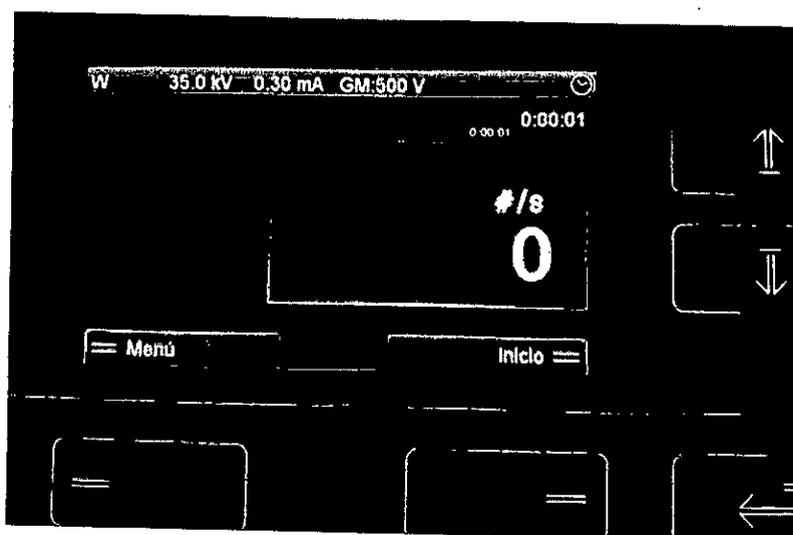
FIGURA N° 4.8
OPCIÓN ENCENDIDO DEL MENÚ ESTADO



Fuente: Elaboración propia. Fotografía del equipo.

13. Concluida la programación del *Temporizador*, se presionó el botón *Inicio* del panel de control de la unidad de rayos X, mostrado en la Figura N° 4,9, para dar inicio al conteo del tiempo y, a la vez, encender el tubo de rayos X. Acto seguido, en la sección *Control* de la ventana *Grabación de espectros* se presionó el botón *Star* para dar inicio a la obtención del espectro.

FIGURA N° 4.9
BOTÓN INICIO DEL PANEL DE CONTROL



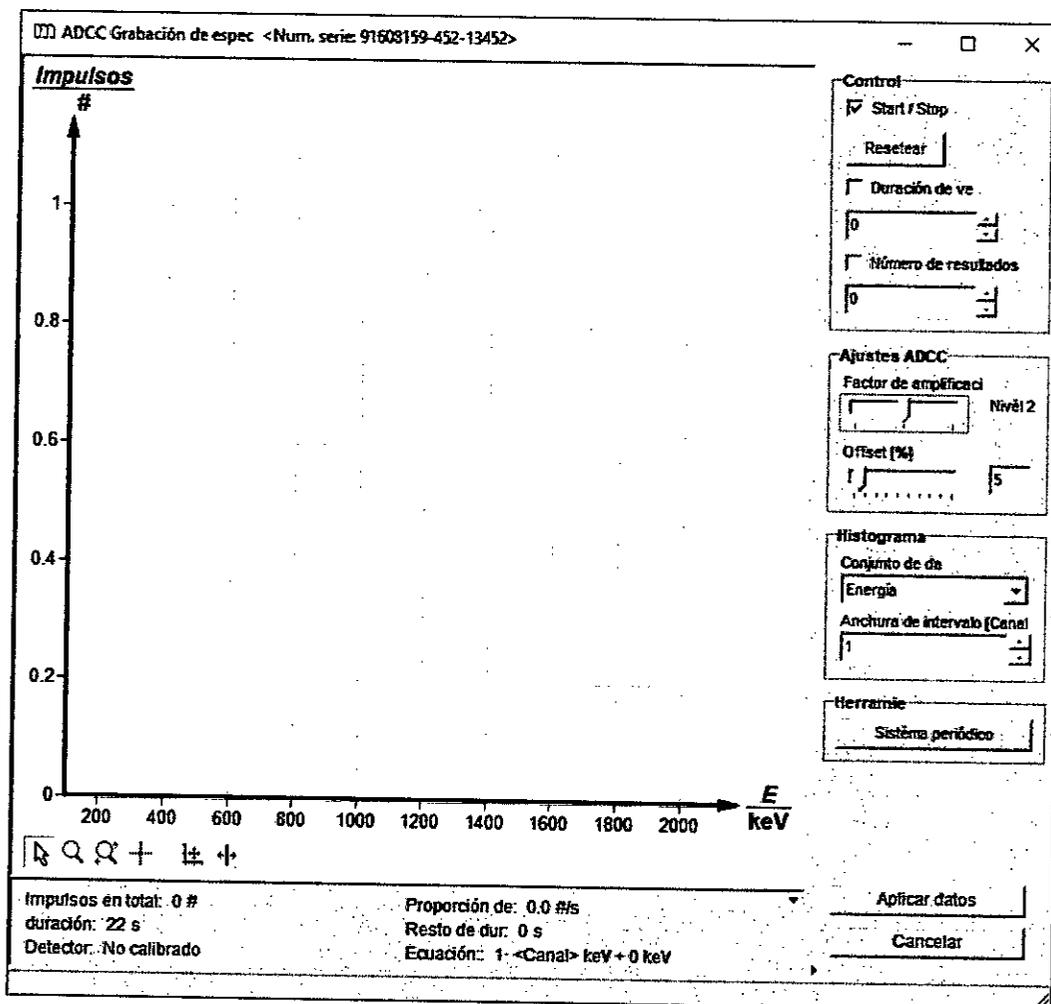
Fuente: Elaboración propia. Fotografía del equipo.

14. Concluido el tiempo asignado para la obtención del espectro de fluorescencia, se apagó automáticamente el tubo de rayos X y en la ventana *Grabación de espectros* se presionó el botón *Stop*. A continuación, se presionó el botón *Aplicar datos* para pasar el espectro obtenido al programa *Phywe measure 4* para su edición y análisis.

Para la obtención de los espectros de energía se realizó el mismo procedimiento descrito, tomando en cuenta lo siguiente para el paso 7:

15. Al abrirse la ventana *Grabación de espectros*, mostrada en la Figura N° 4.10, en la sección *Histograma*, del panel de controles ubicado en el lado derecho de la ventana, se consideró *Energía* en la ventana *Conjunto de datos* y *1 canal* en la ventana *Anchura de intervalo [canales]*.

FIGURA N° 4.10
VENTANA GRABACIÓN DE ESPECTROS



Fuente: Elaboración propia. Captura de pantalla del programa.

4.3. Población y muestra

Dada la naturaleza de la investigación no correspondió determinar población y muestra porque no se realizó un tratamiento estadístico de datos.

4.4. Lugar de estudio y período desarrollado

El proyecto fue desarrollado en el Laboratorio de Difractometría de rayos X de la Facultad de Ciencias Naturales y Matemática de la Universidad Nacional del Callo y fue ejecutado en un período de 18 (dieciocho) meses.

4.5. Técnicas e instrumentos para la recolección de la información

La técnica usada en este trabajo de investigación fue la espectroscopia de fluorescencia de rayos X que permitió la medición de las longitudes de onda y las energías de los rayos X de los espectros de fluorescencia obtenidos cuando diversas muestras metálicas fueron irradiadas con rayos X altamente energéticos. Esta técnica espectroscópica permite determinar la composición química de toda clase de materiales cuyos elementos constituyentes tengan un número atómico Z que esté comprendido entre los del Sodio (11) y el Uranio (92) – ya sea que estos materiales se encuentren en estado sólido, estado líquido, en forma de polvos, etc.

El instrumento que se usó para la recolección de los datos fue un equipo XR 4.0 PHYWE cuya fuente de energía primaria proviene de un tubo de rayos X con un blanco de Tungsteno en el ánodo, que pueden operar hasta 35 kV y 1 mA. Cuenta con un goniómetro, donde se ubica un porta muestra, que posee una precisión angular de $0,1^\circ$, el sistema de detección lo constituyen un detector de energía de rayos X de diodo Si-PIN y un analizador multicanal de 4000 canales.

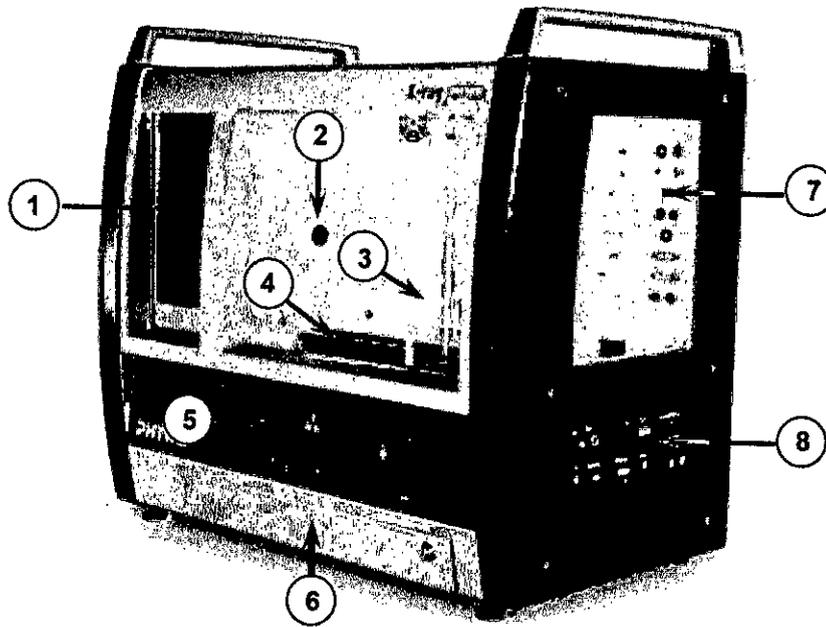
A continuación, se describen los principios de operación de los equipos usados en el trabajo experimental del trabajo de investigación y se muestran sus principales elementos funcionales y de control.

4.5.1 Equipo XR 4.0 PHYWE

El equipo usado para la recolección de los datos fue un equipo de rayos X, modelo XR 4.0 PHYWE, cuya fuente de energía la proporcionan módulos intercambiables de tubos de rayos X con ánodos que poseen blancos de diferentes elementos que se insertan en la unidad. La Figura N° 4.11 muestra los elementos funcionales y de control del equipo. La unidad posee una fuente de alto voltaje que permite operar los tubos de rayos X y a ella se conecta el goniómetro donde se montan las muestras.



FIGURA N° 4.11
EL EQUIPO XR 4.0 PHYWE

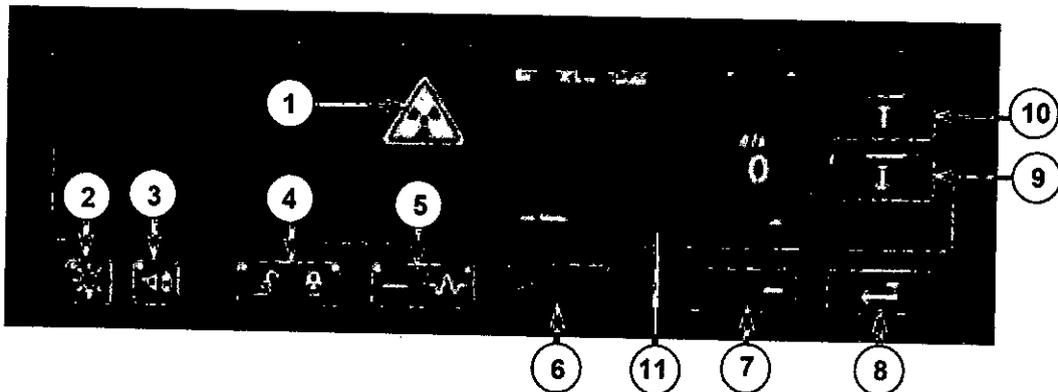


Fuente: Adaptada de PHYWE. TESS expert. 2005

- | | |
|--------------------------------------|--------------------------------|
| ① Compartimiento del Tubo de rayos X | ⑤ Panel de control |
| ② Abertura de salida de los rayos X | ⑥ Cajón de accesorios |
| ③ Puerta corrediza | ⑦ Panel interior de conexiones |
| ④ Banco óptico | ⑧ Panel exterior de conexiones |

La Figura N° 4.12, muestra los elementos funcionales del panel de control del equipo XR 4.0 PHYWE que permiten, entre otras funciones, auto-calibrar el goniómetro y modificar los valores de operación del tubo de rayos X en el caso de la operación manual del equipo.

FIGURA N° 4.12
PANEL DE CONTROL DEL EQUIPO XR 4.0 PHYWE



Fuente: PHYWE. TESS expert. 2005



- | | |
|---------------------------------------|------------------------------------|
| ① Indicador de radiación | ⑥ Selección de función de menú |
| ② Encendido/apagado de iluminación | ⑦ Selección de función de menú |
| ③ Encendido/apagado de audio impulsos | ⑧ Confirmación opción seleccionada |
| ④ Bloqueo/desbloqueo de puerta | ⑨ Cursor de desplazamiento abajo |
| ⑤ Conectar/desconectar radiación | ⑩ Cursor de desplazamiento arriba |

4.5.2 Tubo de rayos X

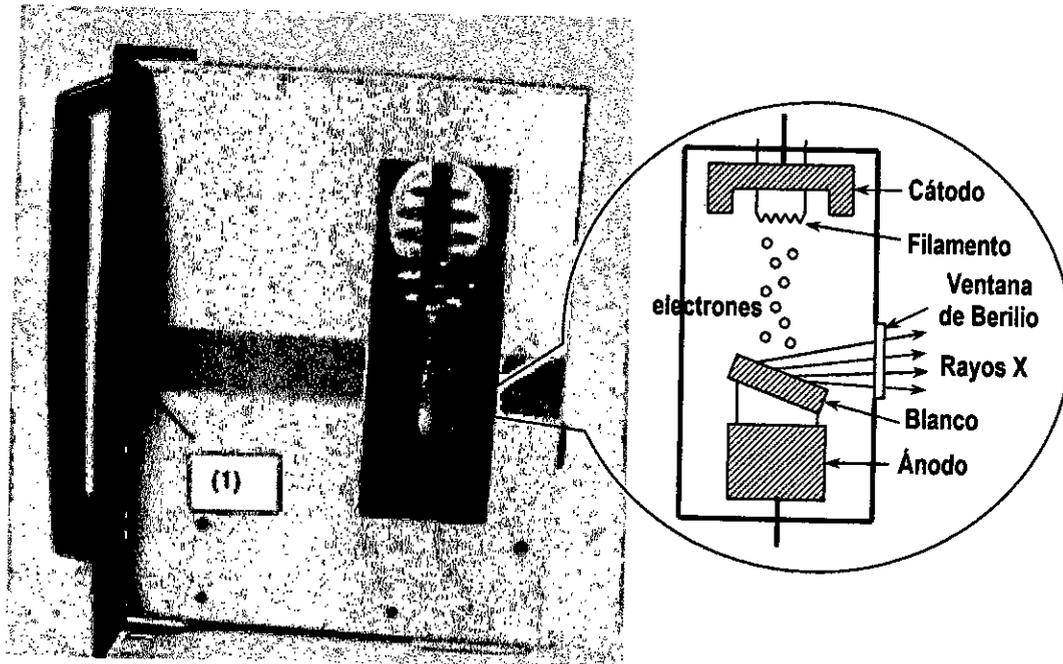
El tubo de rayos X es un dispositivo que produce radiación X de diferentes longitudes de onda y energías, dependiendo del material del blanco del ánodo. Consisten de dos electrodos encerrados en una válvula de vidrio al vacío. El electrodo negativo o cátodo posee un filamento de tungsteno que, al ser calentado por una corriente, emite electrones que son acelerados hacia el electrodo positivo o ánodo cuando se establece una gran diferencia de potencial entre los dos electrodos. Los electrones provenientes del cátodo inciden sobre el ánodo, en una zona denominada el blanco, donde son desacelerados dando lugar a la producción de los rayos X, como muestra la Figura N° 4.13.

El tubo de rayos X que se usó en este proyecto viene montado de fábrica en una carcasa de acero formando un módulo y para evitar daños por sobrecalentamiento, el tubo está encerrado en un cilindro de vidrio Duran que tiene tuberías laterales por donde ingresa aire, proveniente de un ventilador, para su enfriamiento. El módulo está equipado con un conector para su conexión al alto voltaje y otro conector para hacer circular corriente con la finalidad de calentar el filamento del cátodo del tubo y producir electrones por emisión termoiónica.

Los parámetros de operación del tubo se establecen a través de los conectores correspondientes del dispositivo. Dos pasadores de metal ubicados a ambos lados del tubo de rayos X, indicados como (1) en la Figura N° 4.13, activan un micro-interruptor electrónico de seguridad que sólo se desbloquea para el funcionamiento del tubo de rayos X cuando la puerta corrediza se encuentra correctamente cerrada.



FIGURA N° 4.13
EL TUBO DE RAYOS X



Fuente: Adaptada de PHYWE. TESS expert. 2005

Las especificaciones técnicas del tubo de rayos X que fue usado en el proyecto son las siguientes:

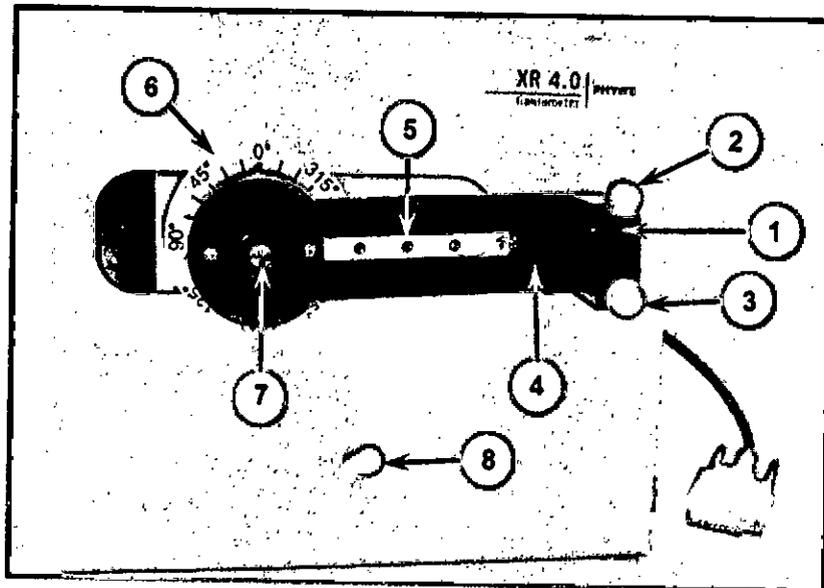
Ángulo del blanco	: 19°
Valores máximos de operación	: 35 kV/1 mA
Voltaje de prueba	: 50 kV
Dimensiones	: 26,7 × 14,8 × 20,3 cm
Líneas características Tungsteno	: K α : 58,650 keV y K β : 68,173 keV

4.5.3 Goniómetro

El goniómetro es el dispositivo que permite el montaje del detector de energía y el porta-muestra y, asimismo, su rotación en un rango de -10° a +170°. Posee dos motores paso a paso - uno para el porta-muestra y otro para el detector - que pueden funcionar independientemente o acoplados.



FIGURA N° 4.14
EL GONIÓMETRO DEL EQUIPO XR 4.0 PHYWE



Fuente: Adaptada de PHYWE. TESS expert. 2005

La Figura N° 4.14 muestra los elementos funcionales del goniómetro, según se indica a continuación.

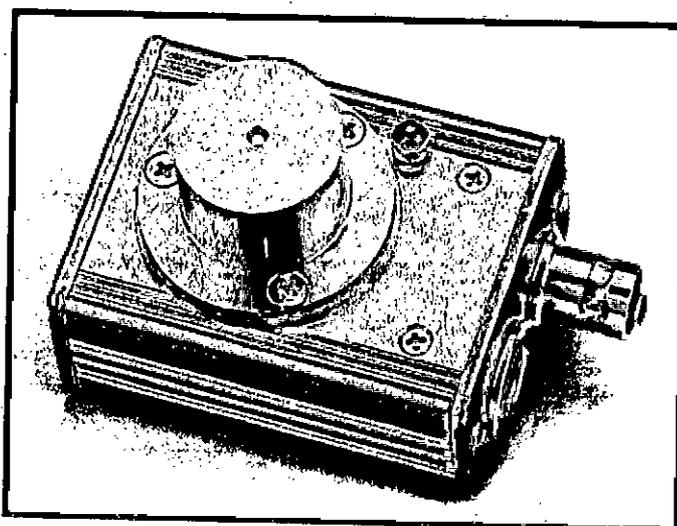
- | | |
|-------------------------------------|-------------------------------------|
| ① Soporte del detector de energía | ⑤ Barra guía del detector |
| ② Tornillo de fijación del detector | ⑥ Escala angular del detector |
| ③ Tornillo de fijación a la guía | ⑦ Conectores del porta-muestra |
| ④ Soporte de diafragma del detector | ⑧ Tornillo de fijado del goniómetro |

4.5.4 El detector de energía de rayos X

El detector de energía de rayos X PHYWE, que se muestra en la Figura N° 4.15, es un instrumento que genera espectros de energía de radiación ionizante y la importancia de su uso en espectroscopia se debe a que producen un número de pulsos que son proporcionales a la cantidad de energía que absorben de los rayos X, con una mejor resolución de energía que otros tipos de detectores, ya sean de gas tales como, los contadores proporcionales y los contadores Geiger-Müller, o de estado sólido, tales como los contadores de centelleo.



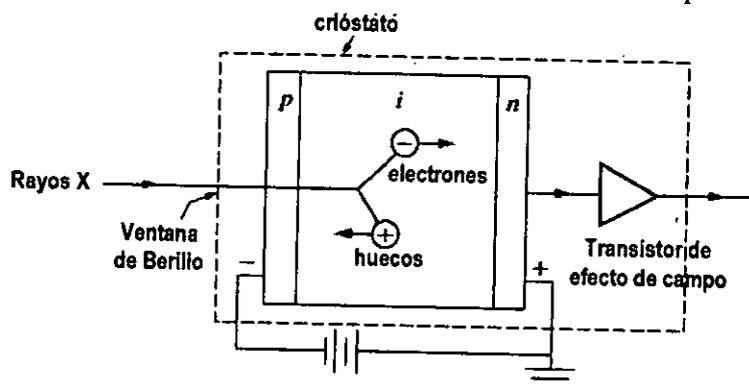
FIGURA N° 4.15
DETECTOR DE ENERGÍA DE RAYOS X PHYWE



Fuente: PHYWE. TESS expert. 2005

Este detector consiste en un diodo de Silicio tipo pin, el cual posee una región semiconductor intrínseca (i) entre una región semiconductor tipo p y otra región semiconductor tipo n, como muestra esquemáticamente la Figura N° 4.16.

FIGURA N° 4.16
ESQUEMA DE UN DIODO DE Si TIPO pin



Fuente: Adaptada de Cullity & Stocks, Elements of X-Ray Diffraction, 2014

Las regiones semiconductoras tipo p y tipo n poseen portadores de carga que, respectivamente, pueden ser huecos o electrones y, por lo tanto, dan origen a pequeñas corrientes. Cuando los rayos X pasan a través de la ventana de Berilio e inciden sobre la región intrínseca del detector, los fotones de rayos X interactúan con el cristal mediante el efecto fotoeléctrico, transfiriendo completamente su momentum lineal a un electrón



de la banda de valencia del cristal, creando así huecos libres en esta banda y electrones libres en la banda de conducción; en la práctica, se crean alrededor de mil pares electrón-hueco. Por consiguiente, el número de portadores de carga móviles es proporcional a la energía de los electrones y, por lo tanto, a la energía de los cuantos de rayos X [6].

El alto voltaje aplicado a través de las caras opuestas del cristal de silicio hace que los electrones y los huecos sean conducidos a estas caras, creando un pequeño pulso de carga en el circuito externo. Este pulso de carga es proporcional a la energía de los rayos X y es pre-amplificado por un transistor de efecto de campo (FET) antes de ser amplificado por un analizador multicanal al tamaño de una señal que pueda ser evaluada [6].

El detector de energía de rayos X PHYWE ha sido diseñado para usarse con un analizador multicanal que le proporciona no sólo el voltaje de operación requerido para el preamplificador que está integrado en el detector de energía de rayos X, sino también le proporciona el voltaje de polarización de 66 V para el diodo detector. El voltaje de operación y el voltaje de polarización del detector de energía se obtienen del conector de ocho pines ubicado en el analizador multicanal. [6]

4.5.5 Analizador Multicanal

El analizador multicanal PHYWE es parte del sistema de instrumentos, conjuntamente con el detector de radiación, usados para la generación de espectros de altura de pulsos que corresponden al espectro de energía de la radiación ionizante. El analizador multicanal clasifica los pulsos de voltaje entrantes según su altura del pulso y les asigna un intervalo de valores para el canal de altura de pulsos. El contenido de un canal en particular corresponde entonces al número de señales de voltaje registradas, cuyas alturas de pulso están dentro del intervalo del valor asignado a ese canal. El registro de cada nuevo pulso de voltaje que tiene una altura de pulso que está dentro del intervalo del valor respectivo aumenta el contenido del canal en una unidad. El espectro resulta ser el gráfico que muestra el contenido del canal versus los canales [5].



Si se utiliza un detector de radiación ionizante cuya altura de pulso es proporcional a la energía del evento registrado, entonces el espectro de la altura de pulsos se correlaciona con el de la energía de la radiación medida. La tasa de conteo puede ser de hasta 2,000 eventos por segundo. El análisis multicanal que se realiza con el analizador multicanal se controla mediante una computadora que tiene instalado el software *measure 4.6.15.3* correspondiente a este instrumento [5].

El analizador de altura de pulsos en sí tiene 4.000 canales con el mismo ancho de intervalo de voltaje, cada uno, y procesa las alturas de los pulsos dentro de un intervalo de voltaje de 0 V a 4 V. Los pulsos incidentes que tienen diferentes alturas de pulso se descartan, por lo que a cada canal le corresponde a un intervalo de altura de pulsos de 1 mV. Solo los pulsos que están asignados a ese intervalo de altura de pulsos por el pre-amplificador, el amplificador principal y el compensador de paso se registran. El amplificador principal extiende linealmente el intervalo de altura de pulsos de la entrada; el compensador de paso lo desplaza linealmente a voltajes más altos. Además de su uso como analizador multicanal, este dispositivo también proporciona voltajes de operación y voltajes de polarización a un pre-amplificador que se haya conectado o a un detector de energía de rayos X. Estos voltajes de operación y de polarización se pueden configurar y tomar directamente del dispositivo [5].

Como se ha observado, el analizador multicanal está diseñado para separar pulsos provenientes de un detector de radiación sobre el que incide radiación de muchas longitudes de onda, ordenando los pulsos de acuerdo con su tamaño o amplitud. El analizador multicanal es en realidad un microprocesador de propósito especial con tres funciones principales:

1. Digitalización. Es un convertidor de pulsos analógicos a digital, convirtiendo la información analógica contenida en cada pulso - su amplitud en voltios - en formato digital, lo que es adecuado para que sea procesado por la computadora.
2. Clasificación y almacenamiento. Estas operaciones se realizan en la memoria del analizador multicanal. Si el rango de energía de rayos X a examinar se extiende por ejemplo de 0 a 20 keV y el analizador tiene 1000 canales, entonces cada canal abarca un rango de energía de 20 eV. El canal número 295 recibiría la información del convertidor

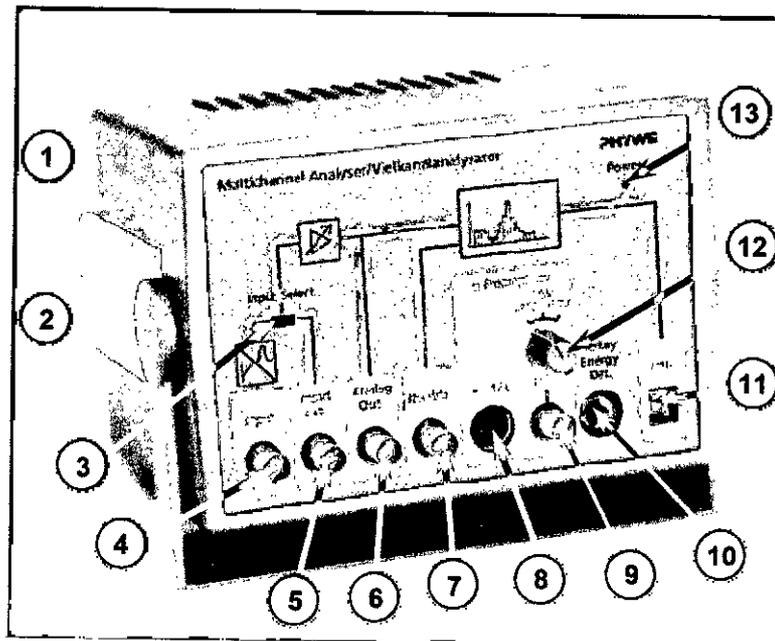


sobre cualquier actividad de pulsos en el rango de 5880-5900 eV. Por lo tanto, este canal obtendría información - número de cuentas - sobre una porción vertical cerca del centro de la distribución de pulsos.

3. Pantalla. El contenido de la memoria del analizador multicanal - número total de cuentas en cada canal - se puede visualizar como cuentas versus el número de canal, lo que representa las cuentas versus la energía de los rayos X [9].

La Figura N° 4.17 muestra los elementos funcionales y de operación del analizador multicanal PHYWE.

FIGURA N° 4.17
ELEMENTOS FUNCIONALES Y DE OPERACIÓN DEL ANALIZADOR MULTICANAL PHYWE



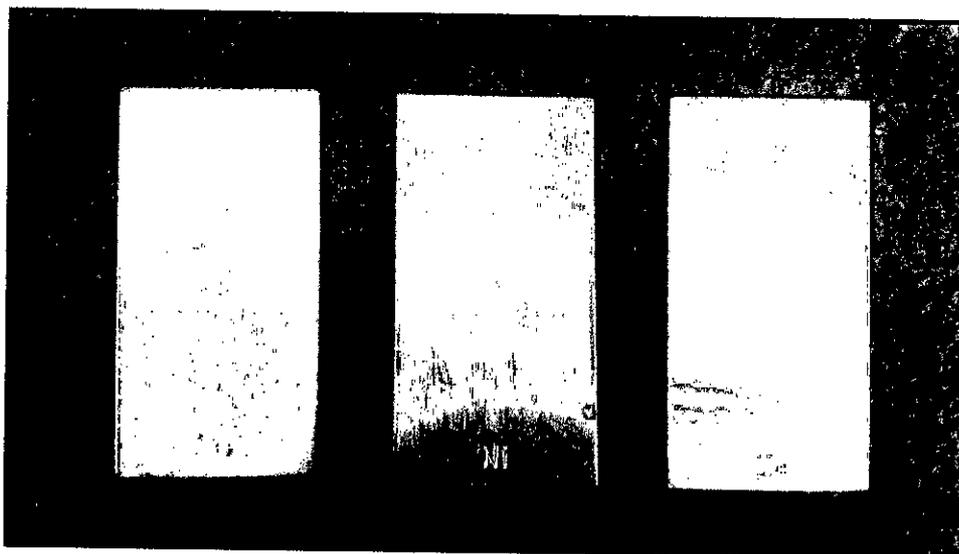
Fuente: Adaptada de PHYWE. Multichannel Analysert. 2005

- | | |
|---------------------------------------|---------------------------------------|
| ① Interruptor principal | ⑧ Toma de voltaje de ± 12 V |
| ② Conector de cable de alimentación | ⑨ Toma de voltaje de polarización |
| ③ Selector de entrada | ⑩ Entrada de detector de energía |
| ④ Entrada de cable BNC del detector | ⑪ Puerto USB |
| ⑤ Entrada de cable BNC externo | ⑫ Selector de voltaje de polarización |
| ⑥ Salida analógica a osciloscopio | ⑬ Indicador encendido/apagado |
| ⑦ Entrada de cable BNC de señales TTL | |

4.5.6 Muestras metálicas

Las muestras que se usaron para la calificación de la operación del detector de energía de rayos X y el analizador multicanal se muestran en la Figura N° 4.18 y corresponden a láminas metálicas de diversos materiales: Cobre, Níquel y Zinc, cuyas dimensiones son 76×40 mm.

FIGURA N° 4.18
LÁMINAS METÁLICAS DE Cu, Ni y Zn



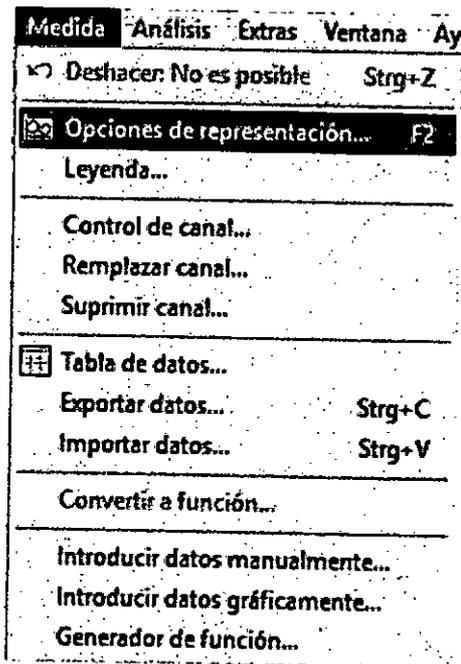
Fuente: Autoría propia. Fotografía de las láminas

4.6. Análisis y procesamiento de datos

A continuación se describe el método seguido para procesar los datos que fueron obtenidos en los espectros de fluorescencia de rayos X con la finalidad de determinar el número de canales correspondientes a las líneas características $K\alpha$ y $K\beta$ de los espectros de fluorescencia de rayos X de las láminas de cobre, níquel y zinc, usadas en el proyecto y, asimismo, los anchos de energía a media altura del máximo del nivel de energía y poder realizar el análisis correspondiente.

1. Se abrió el espectro de fluorescencia de rayos X con el programa *Phywe measure* 4.6.15.3 y en el menú *Medida*, se seleccionó la función *Opciones de representación...*, que muestra la Figura N° 4.19, para abrir su ventana de diálogo.

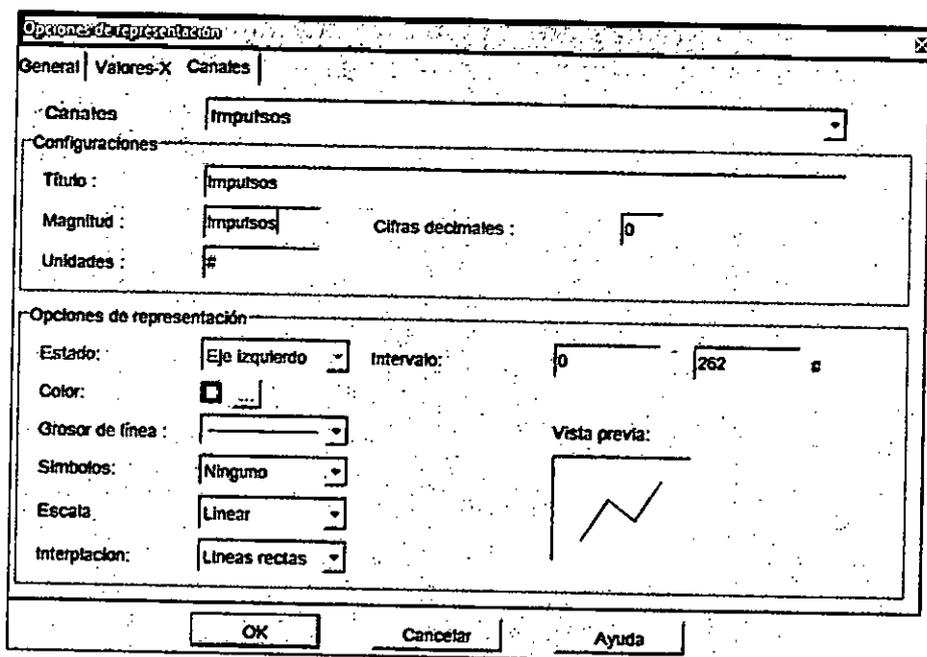
FIGURA N° 4.19
MENÚ Medida DEL PROGRAMA PHYWE MEASURE 4.6.15.3



Fuente: Elaboración propia. Captura de pantalla del programa.

2. En la ventana *Opciones de representación...*, se seleccionó *Líneas rectas* en la ventana *Interpolación* y luego se hizo clic en el botón OK, como muestra la Figura N° 4.20.

FIGURA N° 4.20
VENTANA OPCIONES DE REPRESENTACIÓN

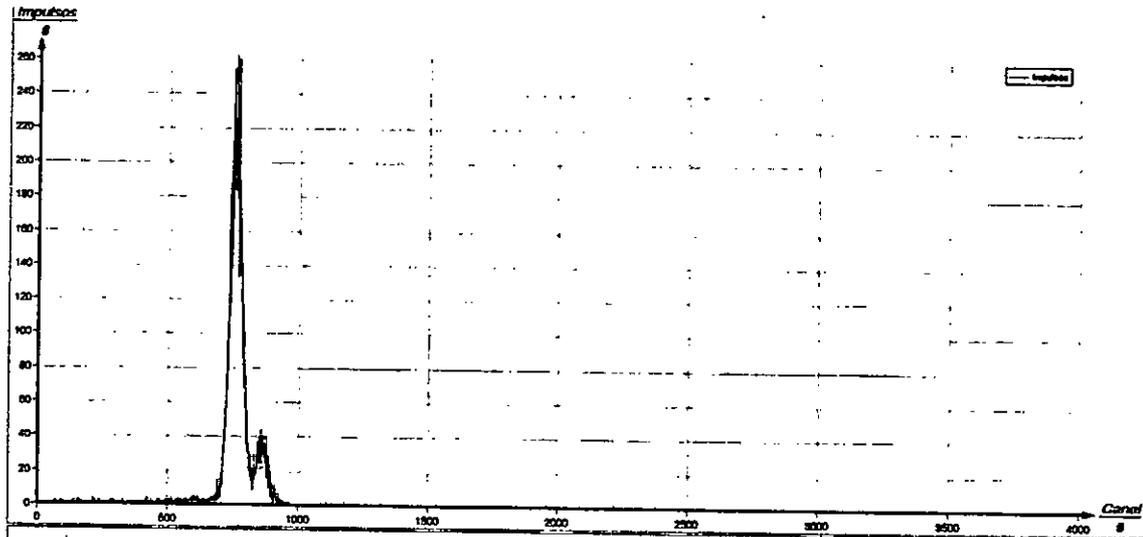


Fuente: Elaboración propia. Captura de pantalla del programa.



El espectro de fluorescencia mostró el aspecto de la Figura N° 4.21.

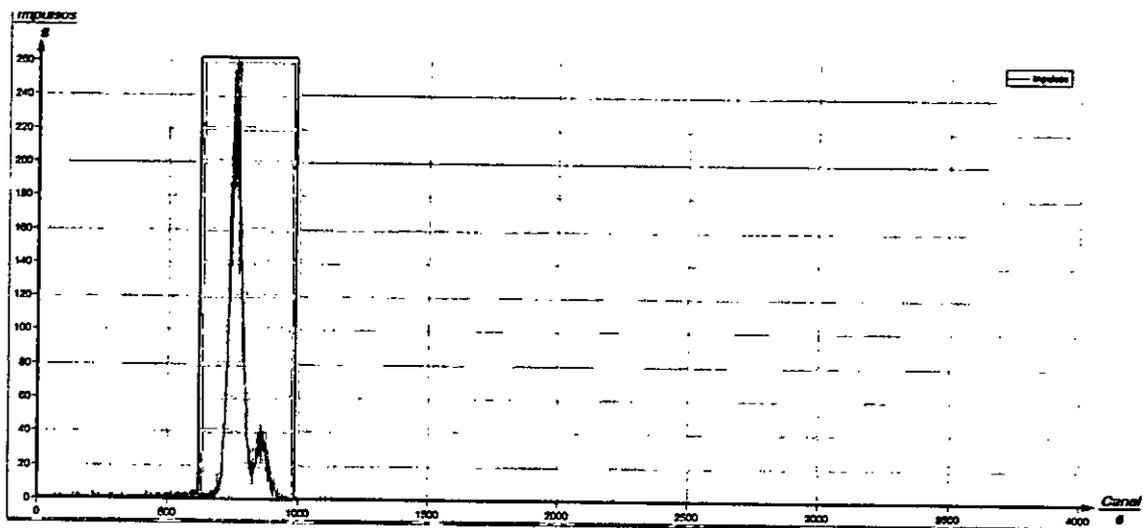
FIGURA N° 4.21
INTERPOLACIÓN LINEAL DEL ESPECTRO DE FLUORESCENCIA



Fuente: Elaboración propia. Captura de pantalla del programa.

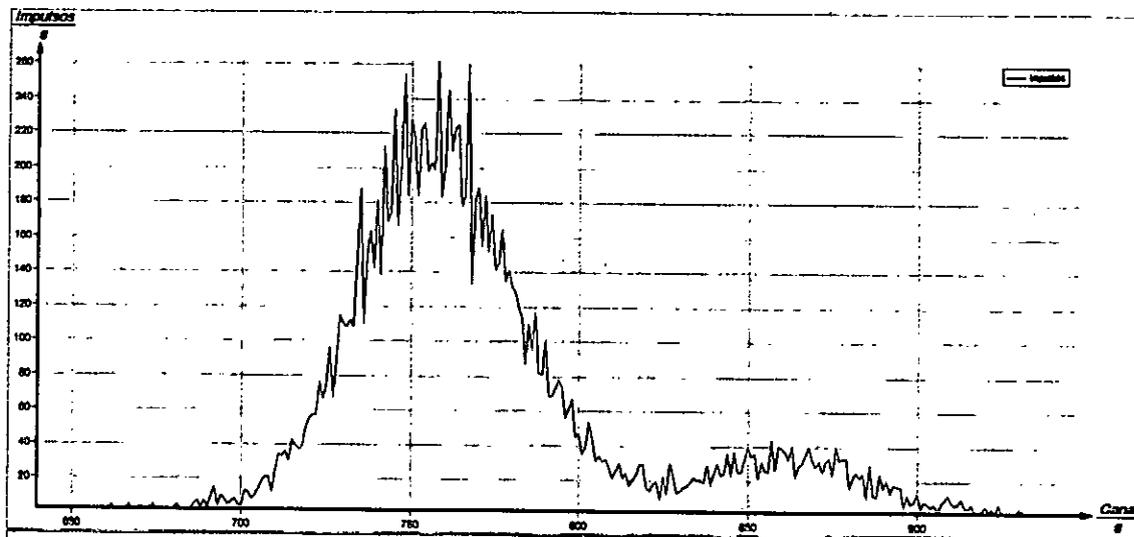
- Haciendo uso del ícono de acceso directo *Zoom* , se seleccionó la sección del espectro para ampliarla, como muestra la Figura N° 4.22 y así obtener la curva se muestra en la Figura N° 4.23.

FIGURA N° 4.22
ÁREA SELECCIONADA DEL ESPECTRO



Fuente: Elaboración propia. Captura de pantalla del programa.

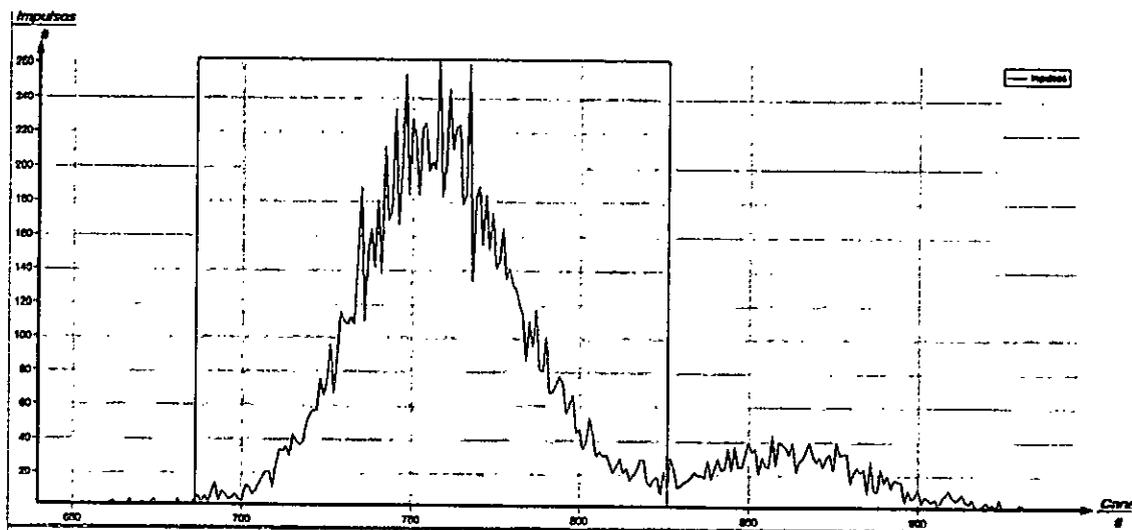
FIGURA N° 4.23
AMPLIACIÓN DEL ÁREA SELECCIONADA DEL ESPECTRO



Fuente: Elaboración propia. Captura de pantalla del programa.

4. Con el ícono de acceso directo *Seleccionar* , se seleccionó el área correspondiente a la línea $K\alpha$ del espectro, como muestra la Figura N° 4.24.

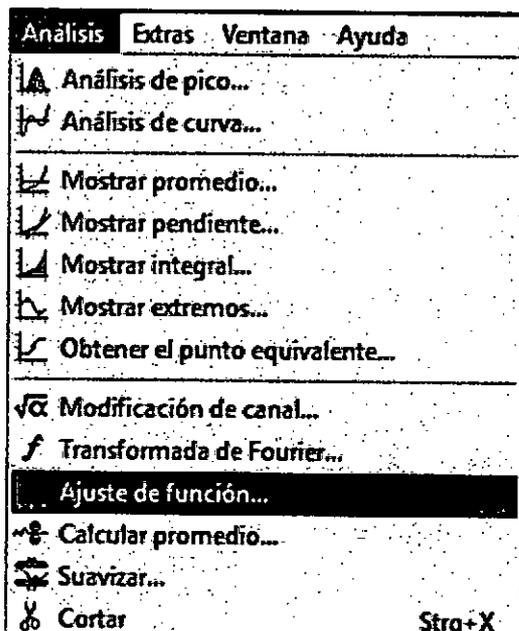
FIGURA N° 4.24
SELECCIÓN DE LA LÍNEA $K\alpha$ DEL ESPECTRO



Fuente: Elaboración propia. Captura de pantalla del programa.

5. En el menú *Análisis* se seleccionó la función *Ajuste de función...*, que se muestra en la Figura N° 4.25, para hacer aparecer la ventana correspondiente.

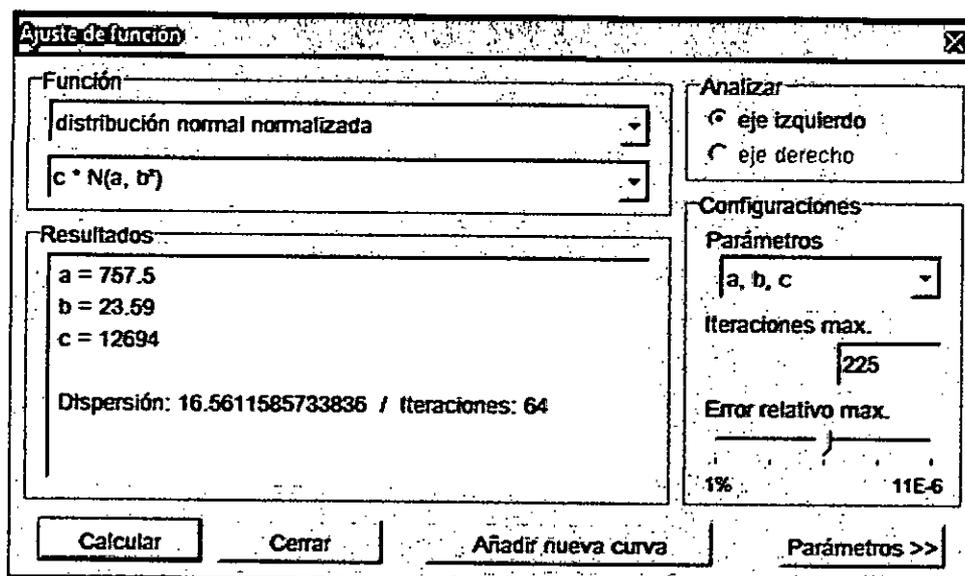
FIGURA N° 4.25
MENÚ ANÁLISIS



Fuente: Elaboración propia. Captura de pantalla del programa.

6. En la ventana *Ajuste de función*, se seleccionó *distribución normal normalizada*, en la opción *Función*, se movió el cursor a una posición determinada del *Error relativo max.* y se hizo clic en *Calcular* para hacer aparecer los valores de *a*, *b* y *c*, la *Dispersión* y el número de *Iteraciones*, como muestra la Figura N° 4.26.

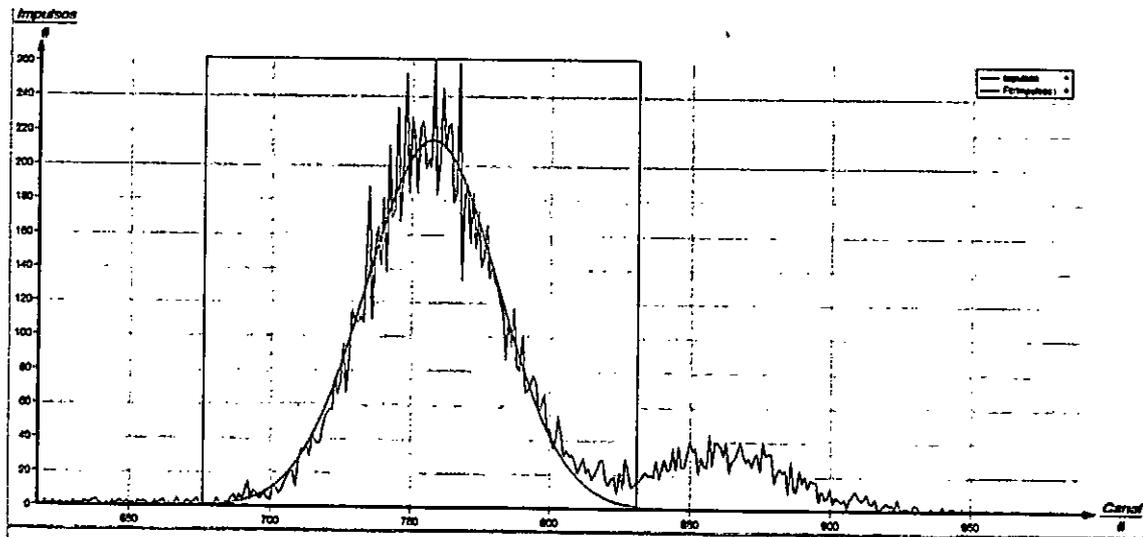
FIGURA N° 4.26
VENTANA AJUSTE DE FUNCIÓN



Fuente: Elaboración propia. Captura de pantalla del programa.

Se hizo clic en el botón *Añadir nueva curva* y luego en el botón *Cerrar*, para cerrar la ventana. El programa mostró la curva en azul que muestra la Figura N° 4.27.

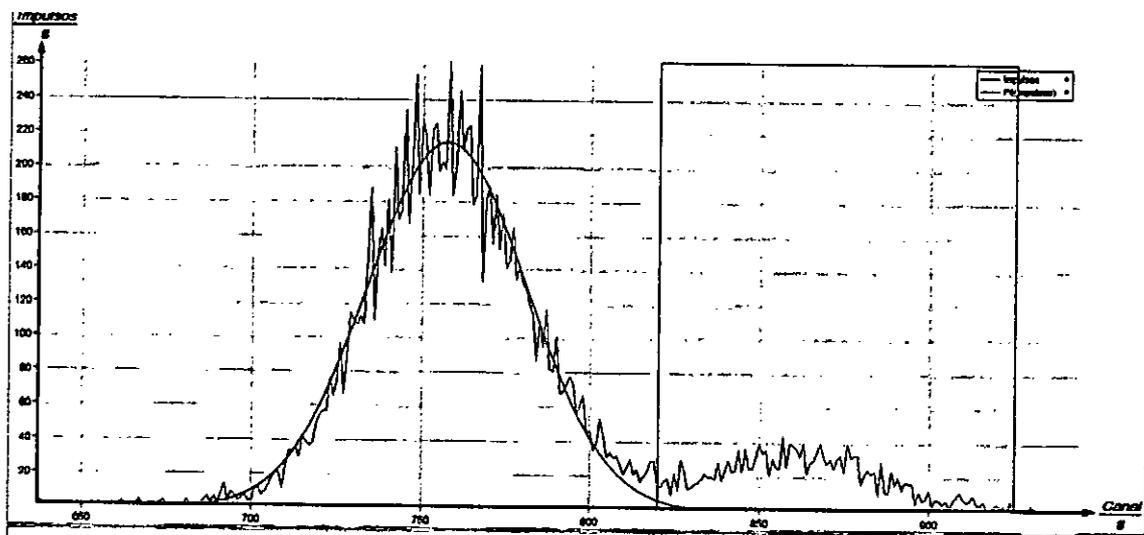
FIGURA N° 4.27
CURVA DE DISTRIBUCIÓN NORMAL DE LA LÍNEA $K\alpha$



Fuente: Elaboración propia. Captura de pantalla del programa.

7. Con el ícono de acceso directo *Seleccionar* , se seleccionó el área correspondiente a la línea $K\beta$ del espectro, como muestra la Figura N° 4.28.

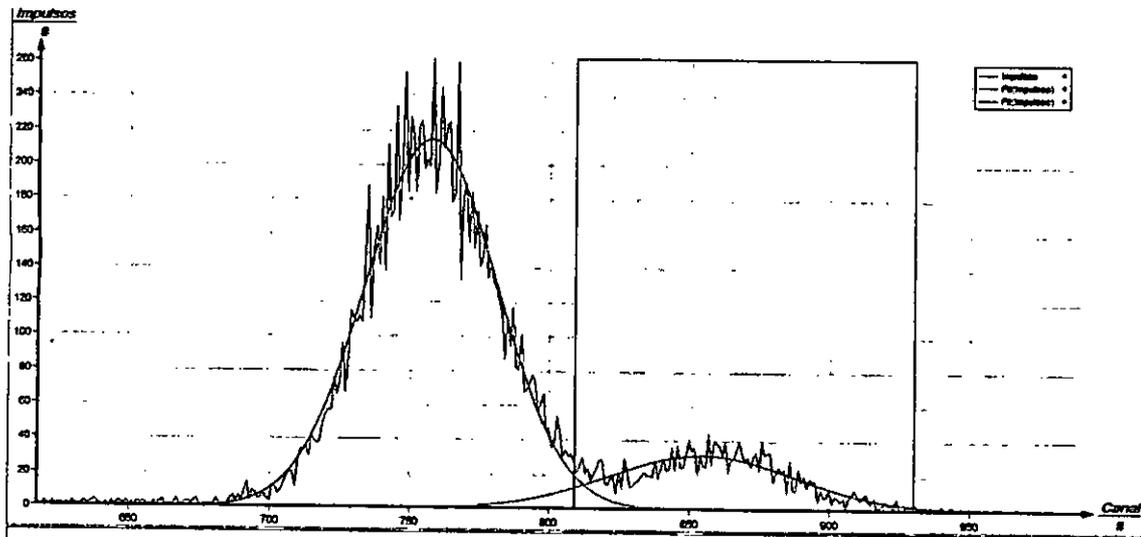
FIGURA N° 4.28
SELECCIÓN DE LA LÍNEA $K\beta$ DEL ESPECTRO



Fuente: Elaboración propia. Captura de pantalla del programa.

8. Se repitieron los pasos 5 y 6 para añadir la curva de Distribución Normal para la línea $K\beta$, como muestra la Figura N° 4.29.

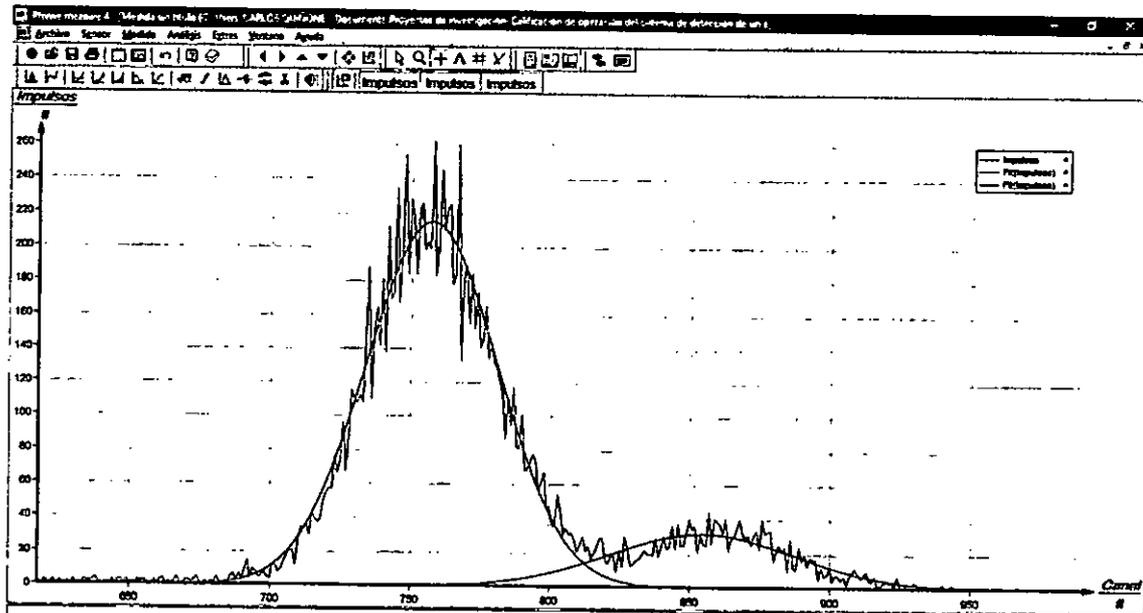
FIGURA N° 4.29
CURVA DE DISTRIBUCIÓN NORMAL DE LA LÍNEA $K\beta$



Fuente: Elaboración propia. Captura de pantalla del programa.

9. Se hizo clic en algún lugar del área de trabajo para hacer aparecer sólo las dos curvas de distribución normal y el espectro, como muestra la Figura N° 4.30.

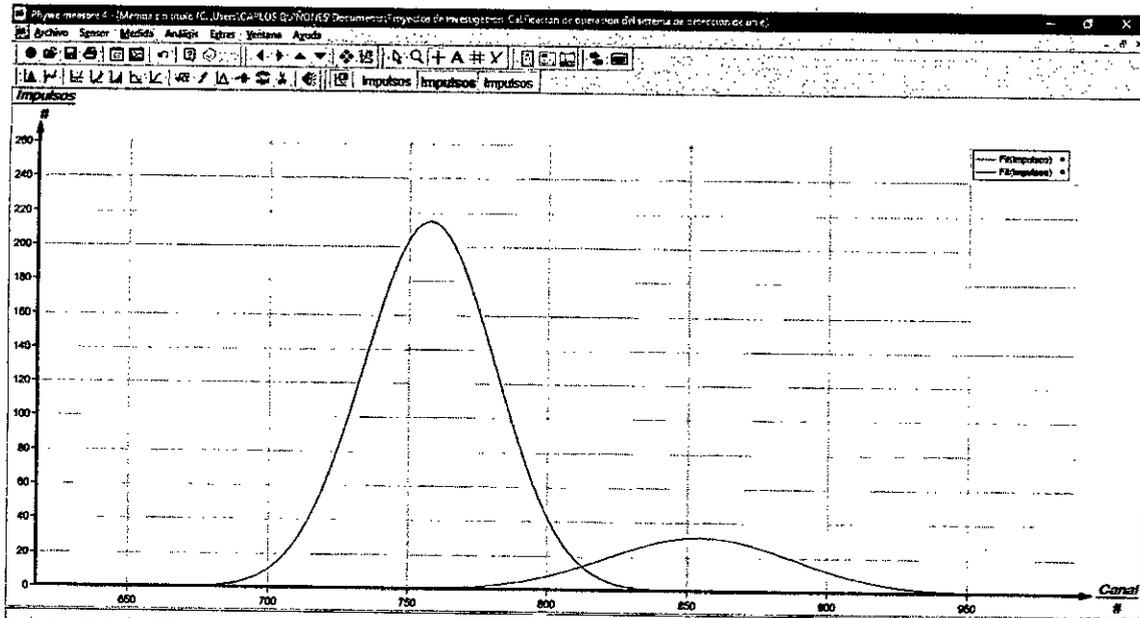
FIGURA N° 4.30
CURVAS DE DISTRIBUCIÓN NORMAL Y EL ESPECTRO



Fuente: Elaboración propia. Captura de pantalla del programa.

10. Se ocultó la curva del espectro original haciendo clic en el ícono *impulsos* de color rojo ubicado en la barra de íconos de acceso directo para mostrar solamente las curvas de distribución normal correspondientes a las líneas $K\alpha$ y $K\beta$ del espectro, como muestra la Figura N° 4.31.

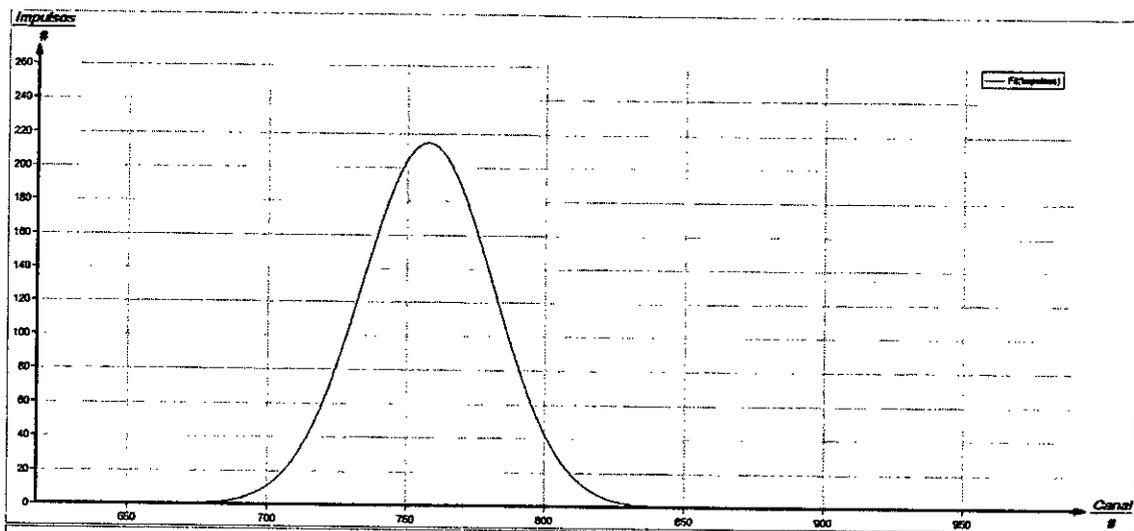
FIGURA N° 4.31
CURVAS DE DISTRIBUCIÓN NORMAL DE LAS LÍNEAS $K\alpha$ Y $K\beta$



Fuente: Elaboración propia. Captura de pantalla del programa.

11. Se hizo clic en el ícono *Impulsos* de color verde, ubicado en la barra de accesos directos, para ocultar la curva de distribución normal correspondiente a la línea $K\beta$, como muestra la Figura 4.32.

FIGURA N° 4.32
CURVA DE DISTRIBUCIÓN NORMAL DE LA LÍNEA $K\alpha$

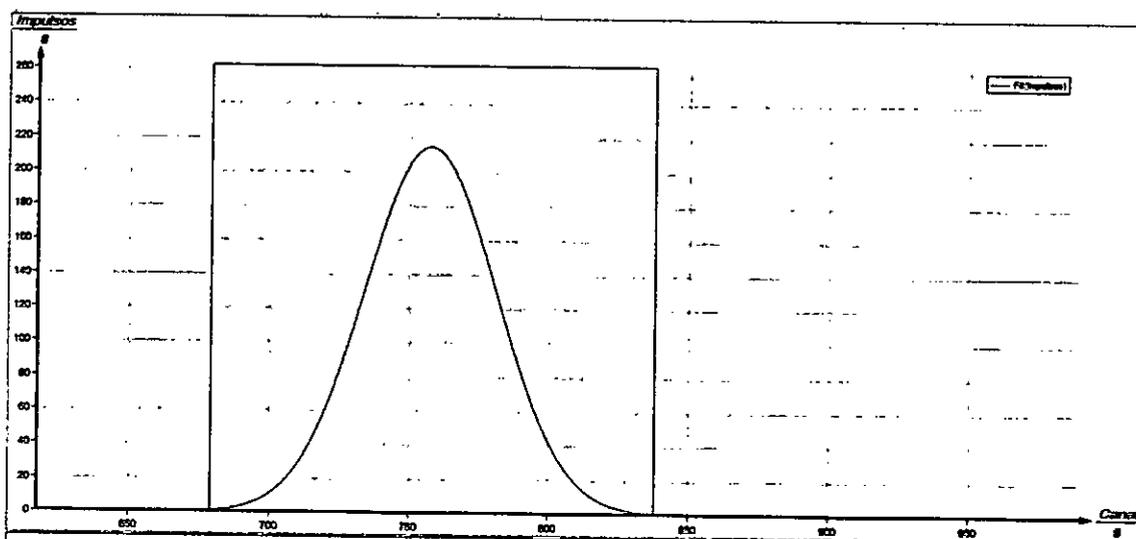


Fuente: Elaboración propia. Captura de pantalla del programa.



12. Con el ícono de acceso directo *Seleccionar* , se seleccionó el área correspondiente a la curva de distribución normal de la línea $K\alpha$ del espectro, como muestra la Figura N° 4.33.

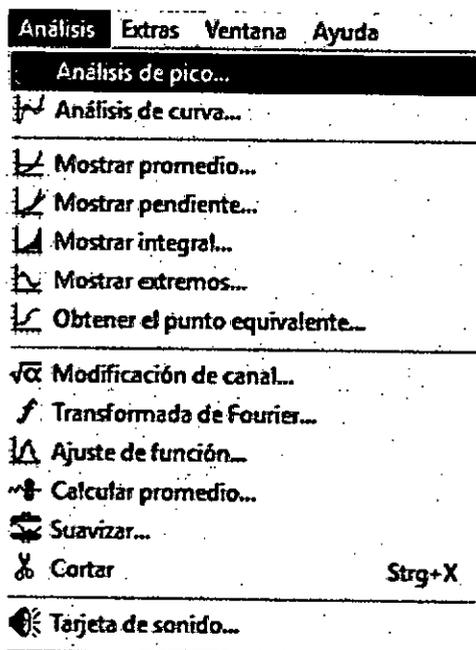
FIGURA N° 4.33
SELECCIÓN DE LA CURVA CORRESPONDIENTE A LA LÍNEA $K\alpha$



Fuente: Elaboración propia. Captura de pantalla del programa.

13. En el menú *Análisis* se seleccionó la función *Análisis de pico...*, como muestra la Figura N° 4.34.

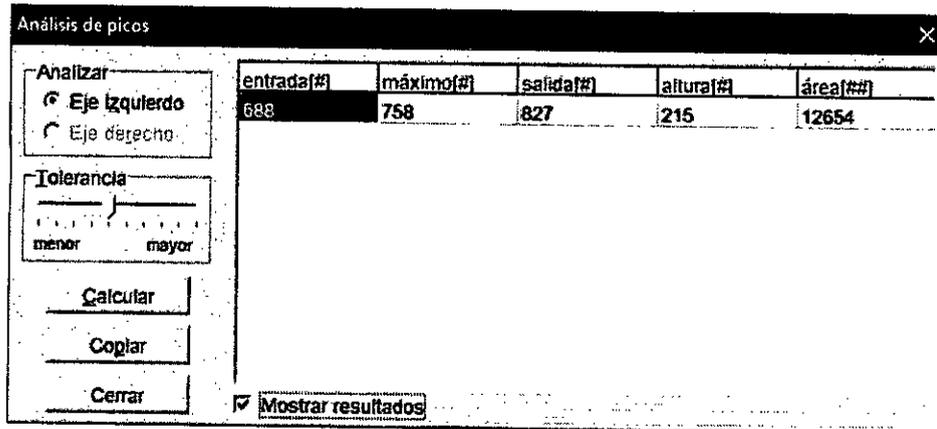
FIGURA N° 4.34
VENTANA ANÁLISIS



Fuente: Elaboración propia. Captura de pantalla del programa.

14. En la ventana *Análisis de picos* se fijó un valor de *Tolerancia*, y se hizo clic en el botón *Calcular* para completar los datos de la ventana. Luego, se hizo clic en el botón *Mostrar resultados*, como muestra la Figura N° 4.35.

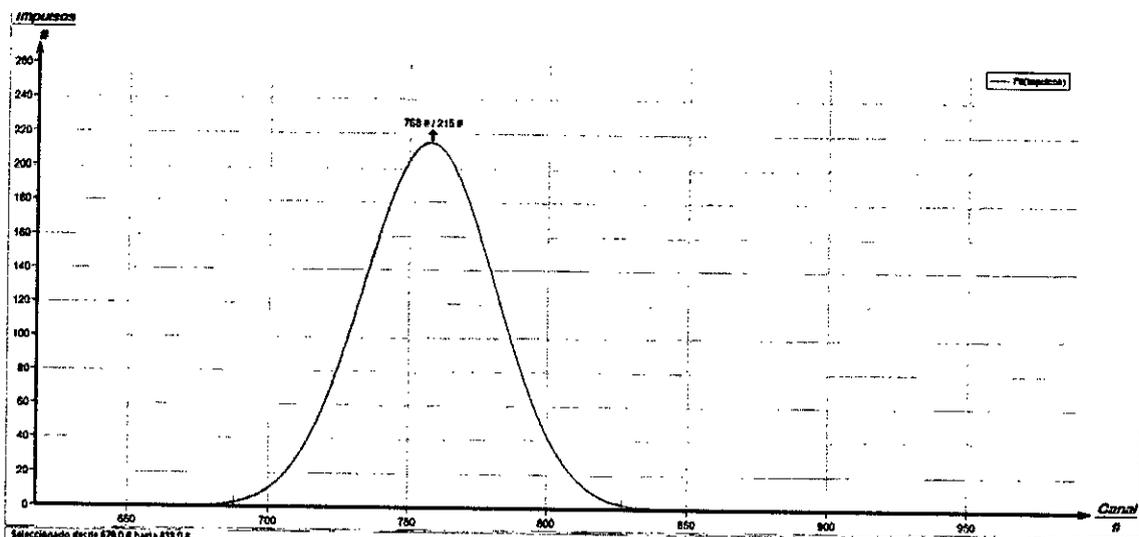
FIGURA N° 4.35
VENTANA ANÁLISIS DE PICOS



Fuente: Elaboración propia. Captura de pantalla del programa.

15. Con el botón *Cerrar* se ocultó la ventana y se logró mostrar los valores *máximo* (número de canales) y *altura* de la curva, como muestra la Figura N° 4.36.

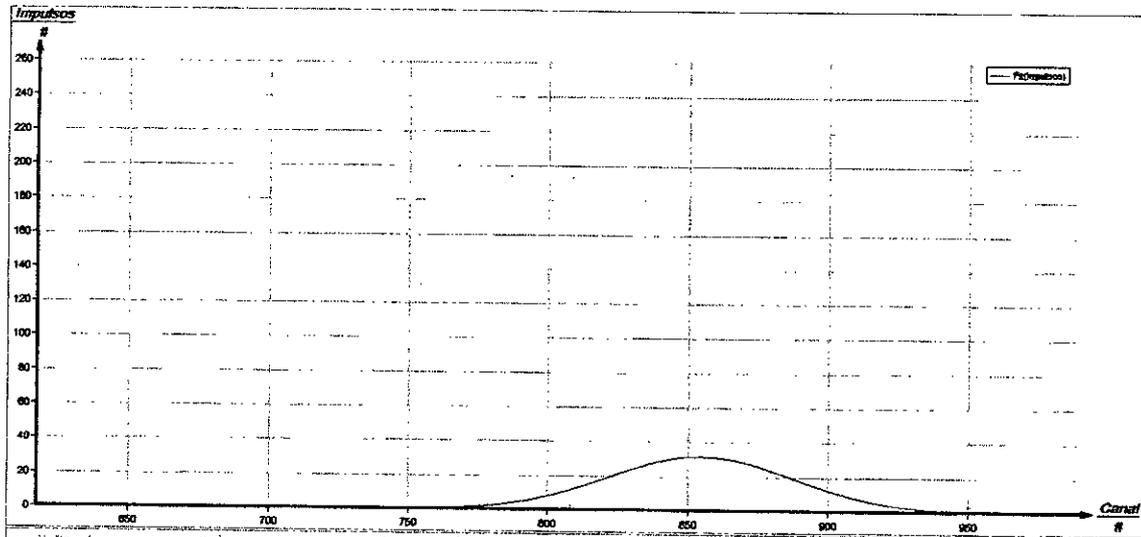
FIGURA N° 4.36
NÚMERO DE CANALES CORRESPONDIENTE A LA LÍNEA $K\alpha$



Fuente: Elaboración propia. Captura de pantalla del programa.

16. Se hizo clic en el ícono *Impulsos* de color verde para hacer aparecer la curva correspondiente a la línea $K\beta$ del espectro y se ocultó la curva correspondiente a la línea $K\alpha$, haciendo clic en el ícono *Impulsos* de color azul, para mostrar sólo la curva correspondiente a la línea $K\beta$, como muestra la Figura N° 4.37.

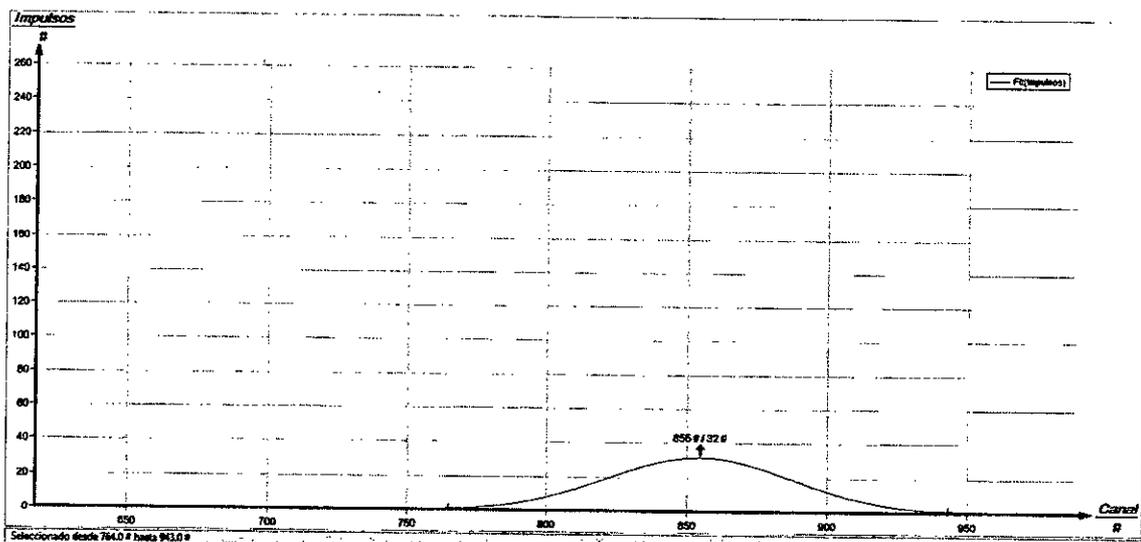
FIGURA N° 4.37
CURVA DE DISTRIBUCIÓN NORMAL DE LA LÍNEA $K\beta$



Fuente: Elaboración propia. Captura de pantalla del programa.

17. Se repitieron los pasos 12 al 15 para mostrar los valores *máximo* (número de canales) y *altura* de la curva que corresponden a la línea $K\beta$ del espectro, como muestra la Figura N° 4.38.

FIGURA N° 4.38
NÚMERO DE CANALES CORRESPONDIENTE A LA LÍNEA $K\beta$

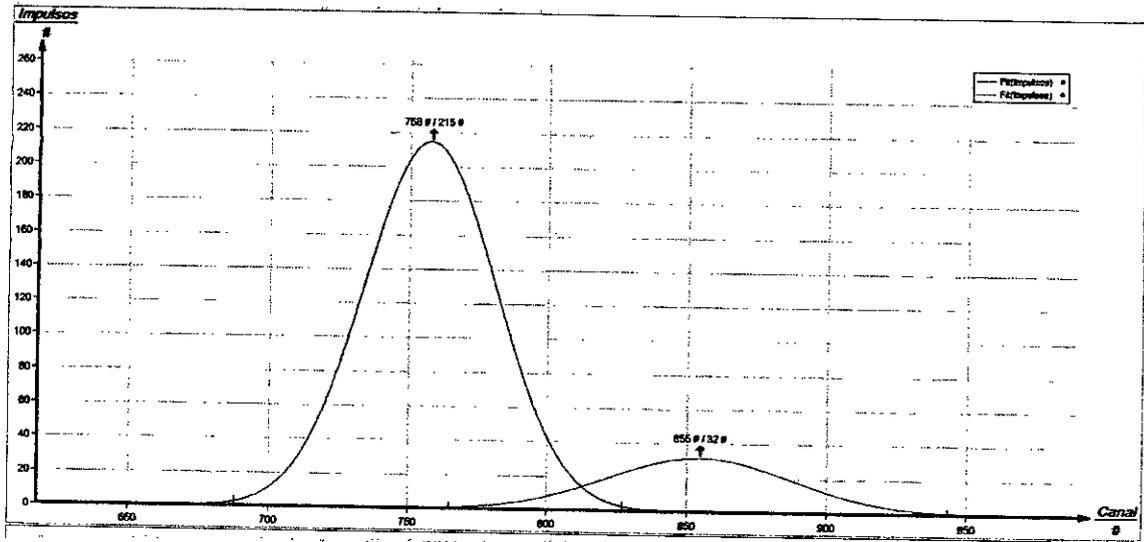


Fuente: Elaboración propia. Captura de pantalla del programa.

18. Se hizo aparecer la curva correspondiente a la línea $K\alpha$ para obtener en un mismo gráfico los valores del número de canales correspondientes a cada una de las líneas del espectro, como muestra la Figura N° 4.39.



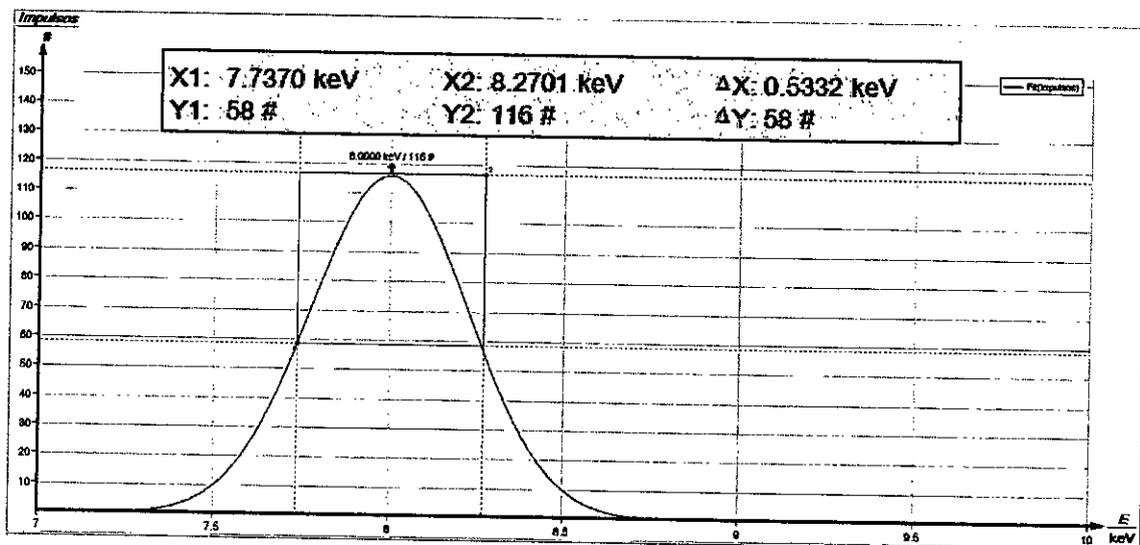
FIGURA N° 4.39
NÚMERO DE CANALES DE LAS LÍNEAS K α Y K β



Fuente: Elaboración propia. Captura de pantalla del programa.

19. Para determinar el ancho de energía a media altura del máximo del nivel de energía en los espectros de energía, se hizo clic en el icono *Examinar* y tomando como referencia el valor máximo de la ordenada Y2, que corresponde al número de impulsos, se desplazaron los puntos 1 y 2 de tal forma que las líneas paralelas horizontales correspondan a los valores Y2 e $Y1 = Y2/2$ y las líneas paralelas verticales intercepten a la curva en los valores X1 y X2, con los cuales se puede definir el ΔX , como muestra la Figura N° 4.40.

FIGURA N° 4.40
DETERMINACIÓN DEL ANCHO DE ENERGÍA A MEDIA ALTURA



Fuente: Elaboración propia. Captura de pantalla del programa.

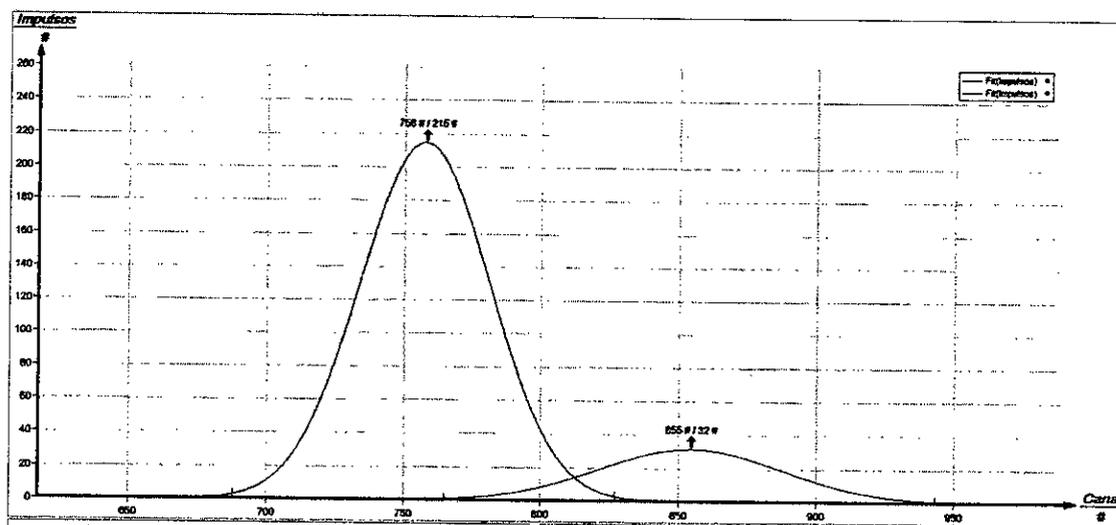
V. RESULTADOS

5.1. Resultados descriptivos

5.1.1 Resultados de la determinación del número de canales correspondientes a las líneas características del espectro de fluorescencia.

Con el método descrito en la sección 4.6, se han realizado las curvas de Distribución Normal a las gráficas que corresponden a los espectros de fluorescencia de rayos X obtenidos experimentalmente, las que muestran los números de canales correspondientes a las líneas características $K\alpha$ y $K\beta$ de los espectros de los materiales que constituyen las láminas de cobre, níquel y zinc, usadas en el proyecto, para los niveles de amplificación considerados en el trabajo experimental, con la finalidad de realizar el análisis de los resultados, según se indican en las siguientes Figuras:

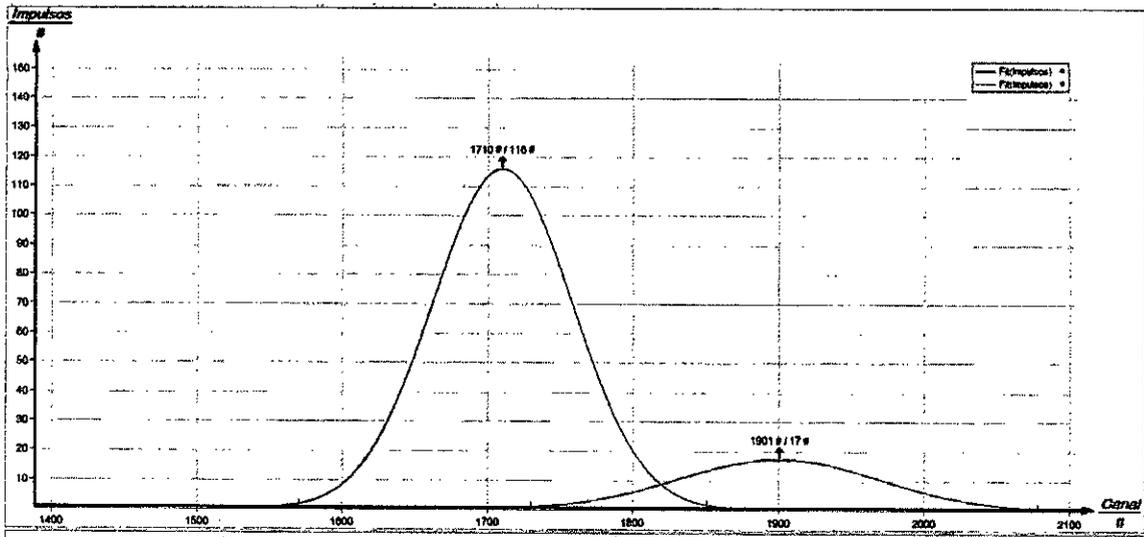
FIGURA N° 5.1
CURVA DE DISTRIBUCIÓN NORMAL DEL NÚMERO DE CANALES PARA EL COBRE. FACTOR DE AMPLIFICACIÓN: NIVEL 2



Fuente: Elaboración propia. Captura de pantallas del programa.

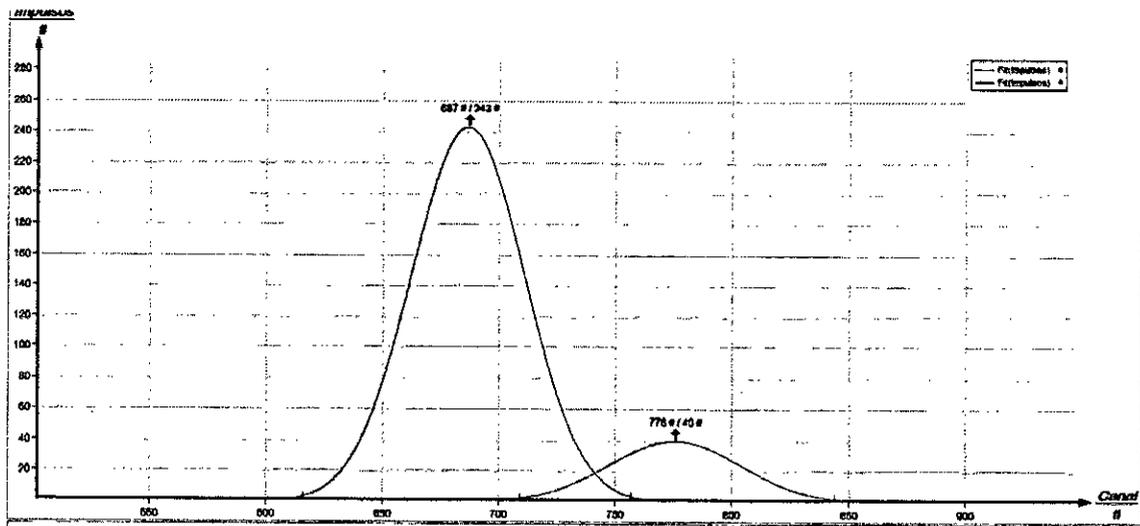


FIGURA N° 5.2
CURVA DE DISTRIBUCIÓN NORMAL DEL NÚMERO DE CANALES PARA EL
COBRE. FACTOR DE AMPLIFICACIÓN: NIVEL 4



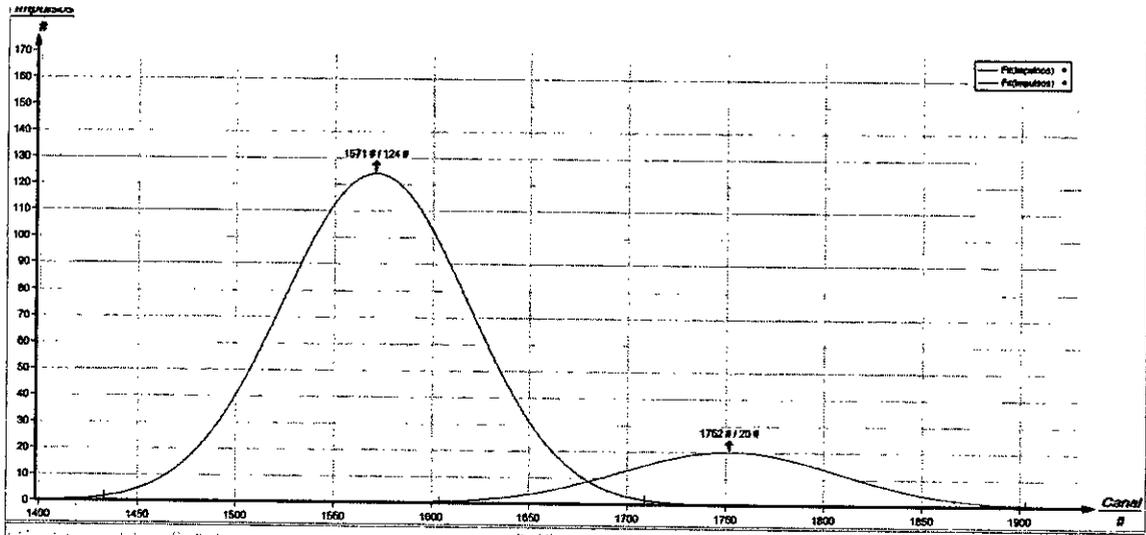
Fuente: Elaboración propia. Captura de pantallas del programa.

FIGURA N° 5.3
CURVA DE DISTRIBUCIÓN NORMAL DEL NÚMERO DE CANALES PARA EL
NIQUEL. FACTOR DE AMPLIFICACIÓN: NIVEL 2



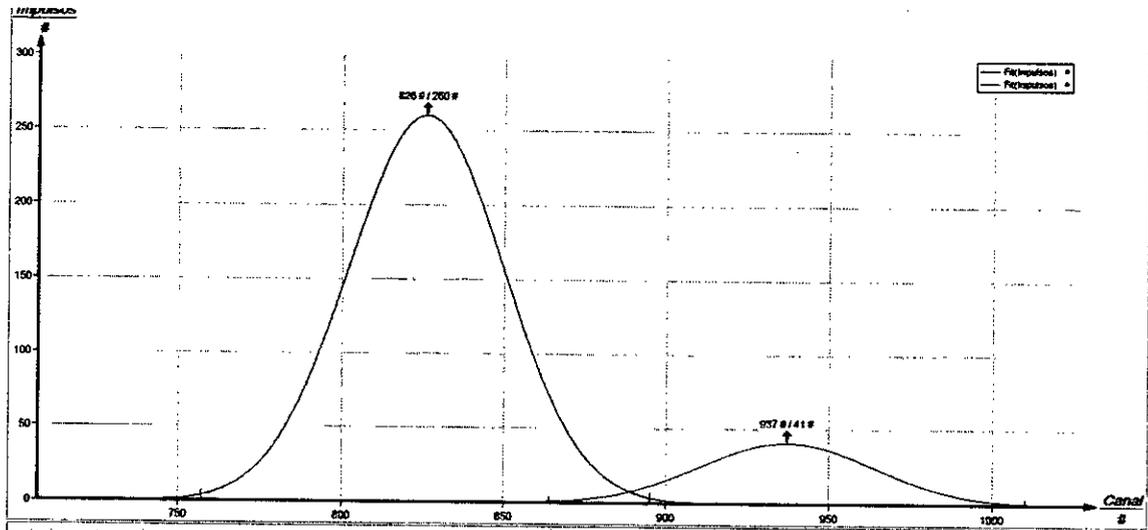
Fuente: Elaboración propia. Captura de pantallas del programa.

FIGURA N° 5.4
CURVA DE DISTRIBUCIÓN NORMAL DEL NÚMERO DE CANALES PARA EL
NIQUEL. FACTOR DE AMPLIFICACIÓN: NIVEL 4



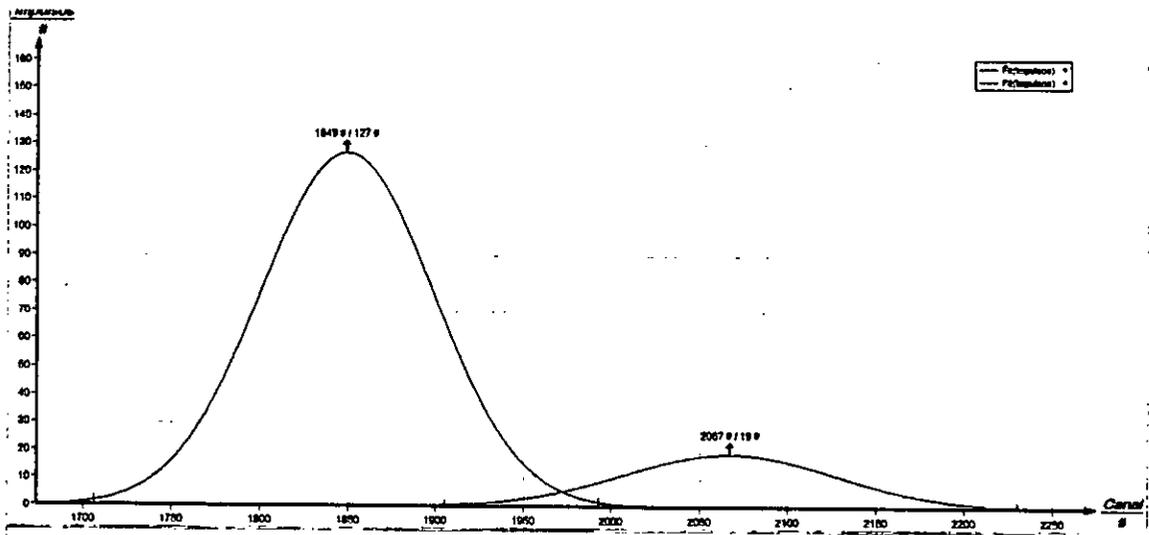
Fuente: Elaboración propia. Captura de pantallas del programa.

FIGURA N° 5.5
CURVA DE DISTRIBUCIÓN NORMAL DEL NÚMERO DE CANALES PARA EL
ZINC. FACTOR DE AMPLIFICACIÓN: NIVEL 2



Fuente: Elaboración propia. Captura de pantallas del programa.

FIGURA N° 5.6
CURVA DE DISTRIBUCIÓN NORMAL DEL NÚMERO DE CANALES PARA EL
ZINC. FACTOR DE AMPLIFICACIÓN: NIVEL 4



Fuente: Elaboración propia. Captura de pantallas del programa.

Las energías de transición de las líneas características $K\alpha$ y $K\beta$ de los elementos estudiados, encontradas en [14], se han representado en función del número de canales del analizador multicanal que le corresponden experimentalmente, a cada línea, en forma sistemática en la Tabla N° 5.1.

TABLA N° 5.1
ENERGÍAS DE LAS LÍNEAS $K\alpha$ Y $K\beta$ DE LOS ELEMENTOS Y EL NÚMERO DE
CANALES DETERMINADOS EXPERIMENTALMENTE

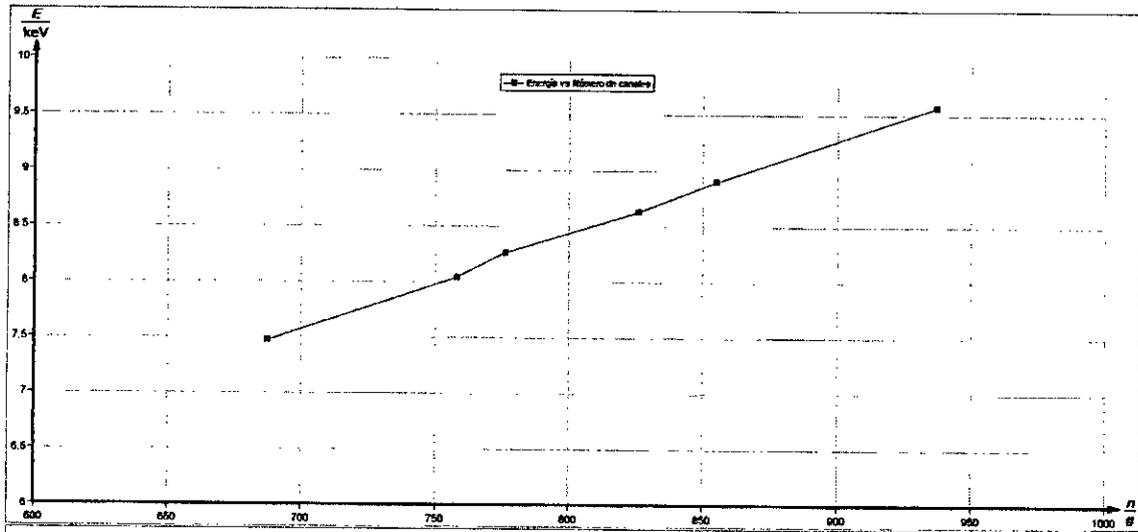
Elemento	Línea	Energía	Número de canales	
		keV	Nivel 2	Nivel 4
Cobre	$K\alpha$	8,04	758	1710
	$K\beta$	8,90	855	1901
Niquel	$K\alpha$	7,47	687	1571
	$K\beta$	8,26	776	1752
Zinc	$K\alpha$	8,63	826	1849
	$K\beta$	9,57	973	2067

Fuente: Elaboración propia

Los valores de la Tabla N° 5.1 se han representado en la Figura N° 5.7



FIGURA N° 5.7
ENERGÍA VS NÚMERO DE CANALES



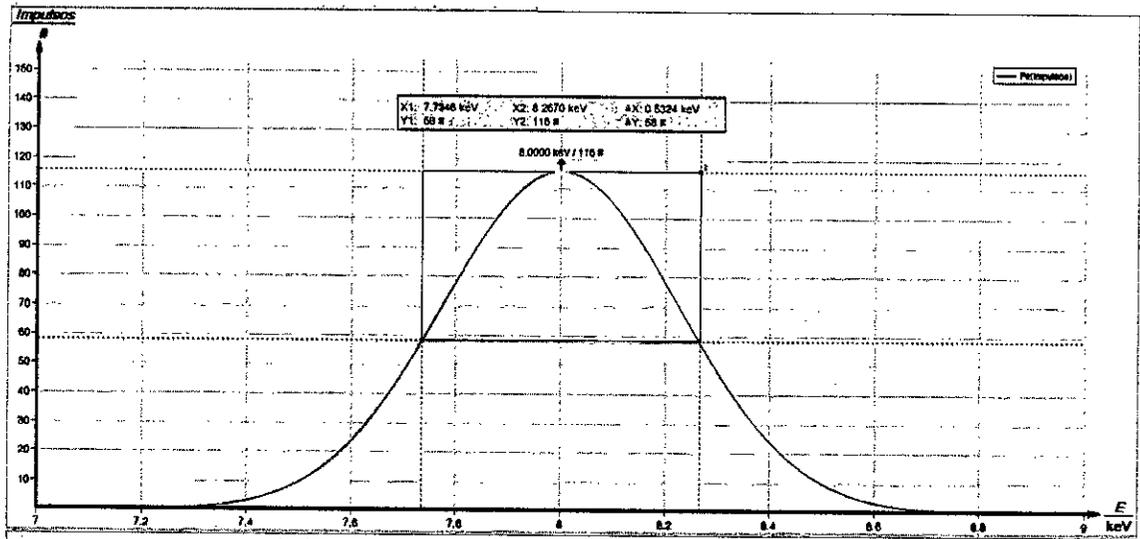
Fuente: Elaboración propia. Captura de pantallas del programa.

Se puede observar de la gráfica de la Figura N° 5.7, que las energías asociadas a las líneas características de los espectros de fluorescencia de rayos X de los elementos de las láminas usadas en el proyecto, muestran un comportamiento lineal en función del número de canales del analizador multicanal.

5.1.2 Resultados de la determinación de los cuadrados de los anchos a media altura del nivel de energía correspondientes a las líneas características del espectro de fluorescencia.

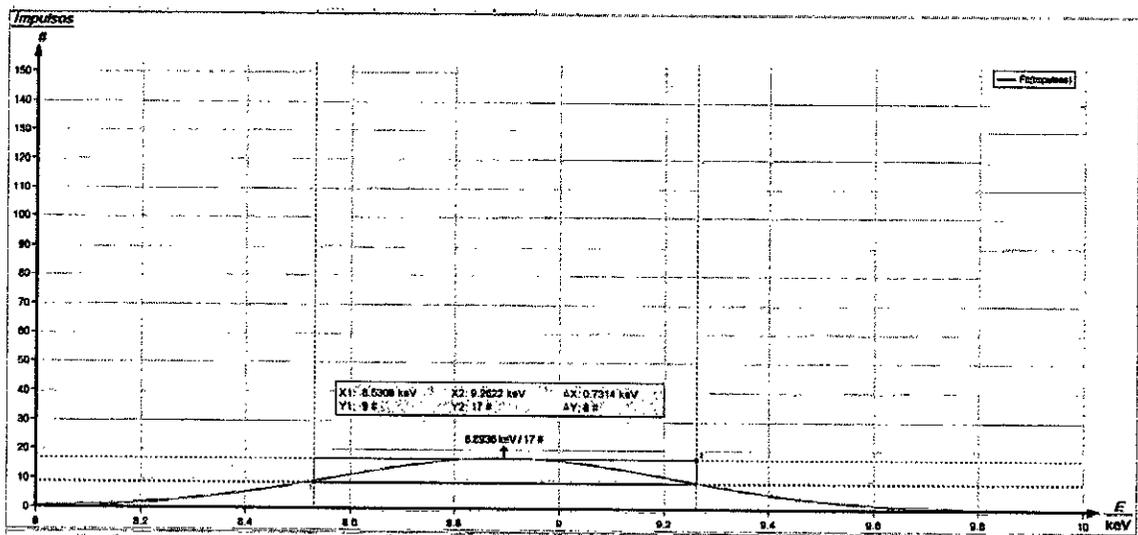
Con el método descrito en la sección 4.6, se han realizado las curvas de Distribución Normal de las energías y los anchos a media altura del nivel de energía a las líneas características $K\alpha$ y $K\beta$ de las gráficas que corresponden a los espectros de fluorescencia de rayos X de las láminas de cobre, níquel y zinc, usadas en el proyecto, según se indican en las siguientes Figuras:

FIGURA N° 5.8
CURVA DE DISTRIBUCIÓN NORMAL DE LA ENERGÍA DE LA LÍNEA K α DEL COBRE Y EL ANCHO A MEDIA ALTURA



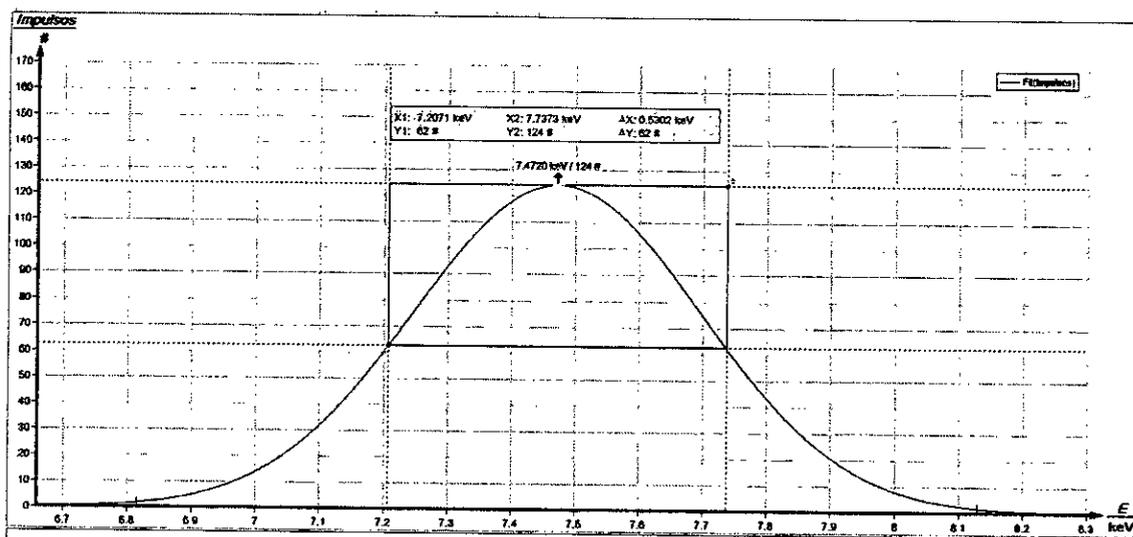
Fuente: Elaboración propia. Captura de pantallas del programa.

FIGURA N° 5.9
CURVA DE DISTRIBUCIÓN NORMAL DE LA ENERGÍA DE LA LÍNEA K β DEL COBRE Y EL ANCHO A MEDIA ALTURA



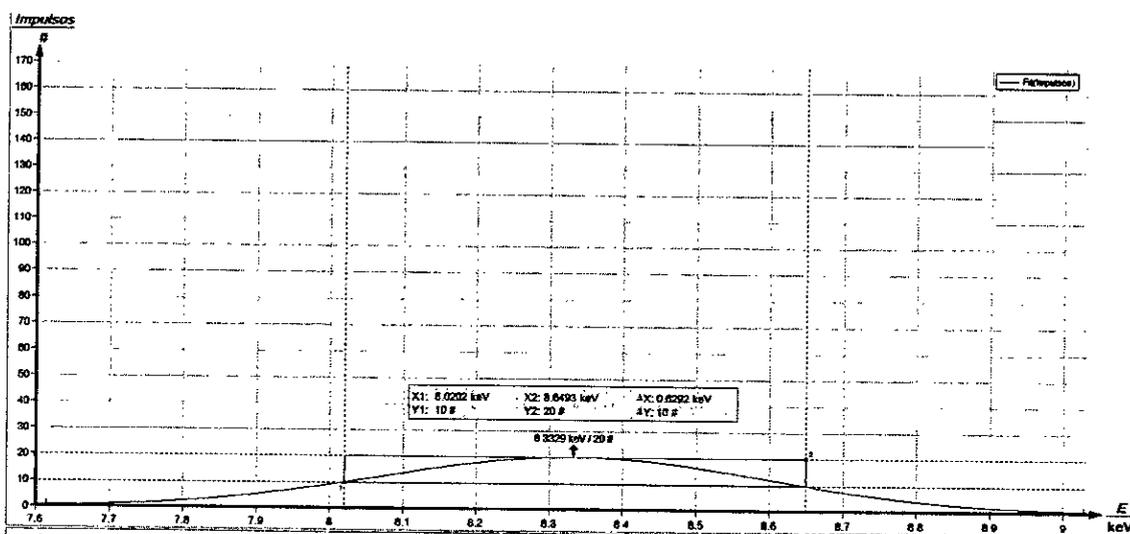
Fuente: Elaboración propia. Captura de pantallas del programa.

FIGURA N° 5.10
CURVA DE DISTRIBUCIÓN NORMAL DE LA ENERGÍA DE LA LÍNEA K α DEL NÍQUEL Y EL ANCHO A MEDIA ALTURA



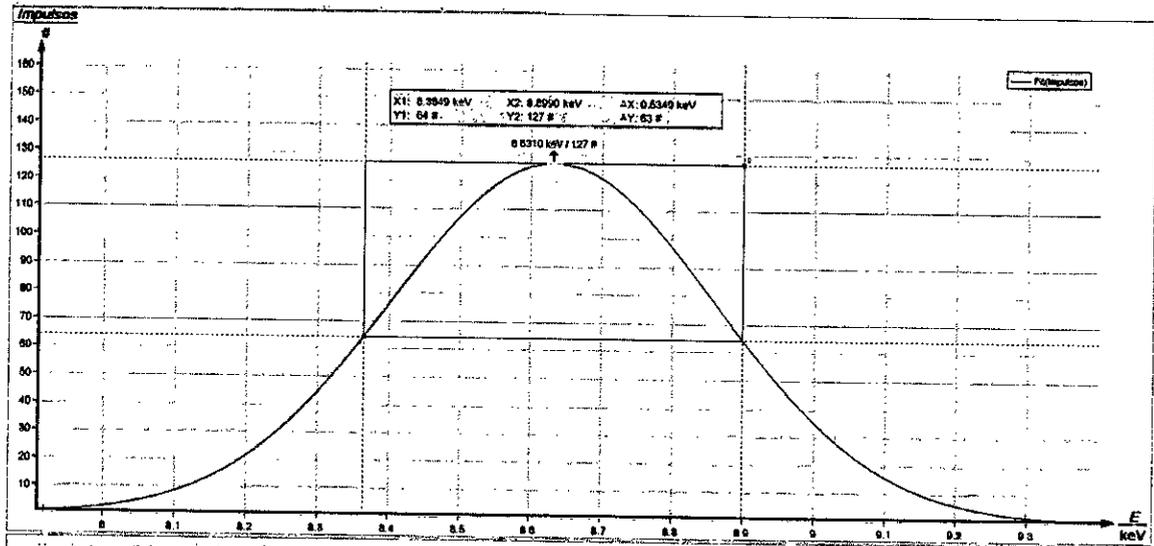
Fuente: Elaboración propia. Captura de pantallas del programa.

FIGURA N° 5.11
CURVA DE DISTRIBUCIÓN NORMAL DE LA ENERGÍA DE LA LÍNEA K β DEL NÍQUEL Y EL ANCHO A MEDIA ALTURA



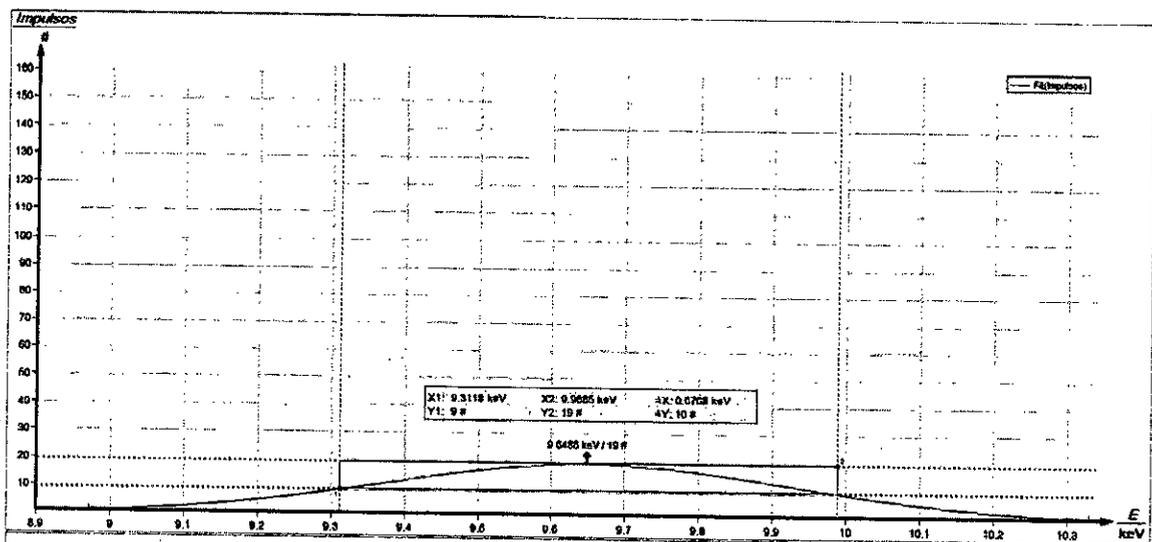
Fuente: Elaboración propia. Captura de pantallas del programa.

FIGURA N° 5.12
CURVA DE DISTRIBUCIÓN NORMAL DE LA ENERGÍA DE LA LÍNEA $K\alpha$ DEL ZINC Y EL ANCHO A MEDIA ALTURA



Fuente: Elaboración propia. Captura de pantallas del programa.

FIGURA N° 5.13
CURVA DE DISTRIBUCIÓN NORMAL DE LA ENERGÍA DE LA LÍNEA $K\beta$ DEL ZINC Y EL ANCHO A MEDIA ALTURA



Fuente: Elaboración propia. Captura de pantallas del programa.

Las energías de transición de las líneas características $K\alpha$ y $K\beta$ de los elementos estudiados, encontradas experimentalmente, y los cuadrados de los anchos a media altura del nivel de energía se han representado en forma sistemática en la Tabla N° 5.2.

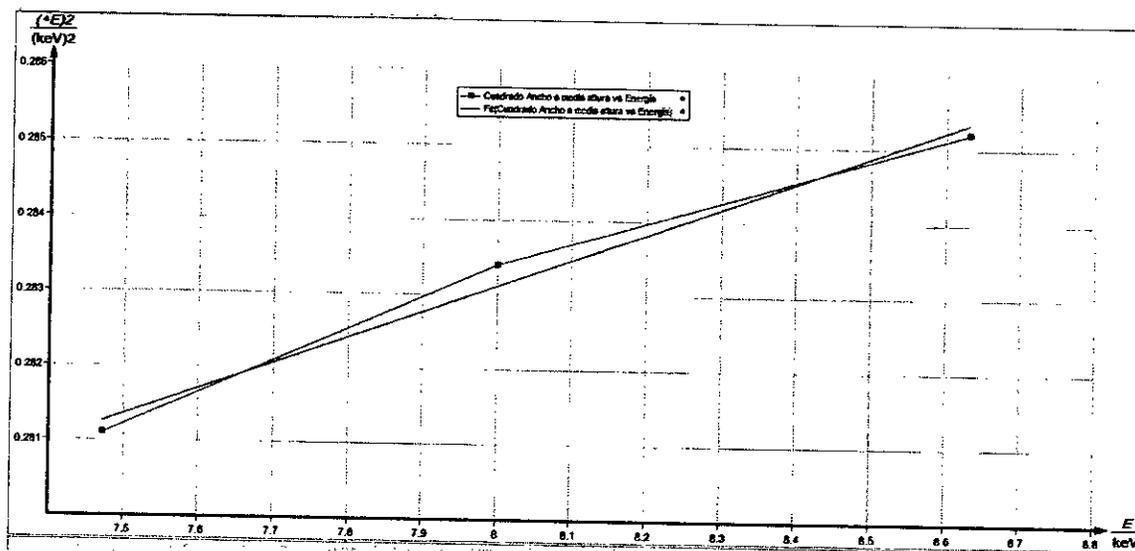
TABLA N° 5.2
ENERGÍAS DE LAS LÍNEAS K α Y K β DE LOS ELEMENTOS Y SUS ANCHOS A
MEDIA ALTURA

Elemento	Línea	Energía	ΔE_{FWHM}	$(\Delta E_{FWHM})^2$
		keV	keV	(keV) ²
Cobre	K α	8,0000	0,5324	0,2834
	K β	8,8936	0,7314	0,5349
Níquel	K α	7,4720	0,5302	0,2811
	K β	8,3329	0,6292	0,3959
Zinc	K α	8,6310	0,5340	0,2852
	K β	9,6486	0,6768	0,4581

Fuente: Elaboración propia

Los valores de la Tabla N° 5.2, para las líneas K α se han representado en la Figura N° 5.14

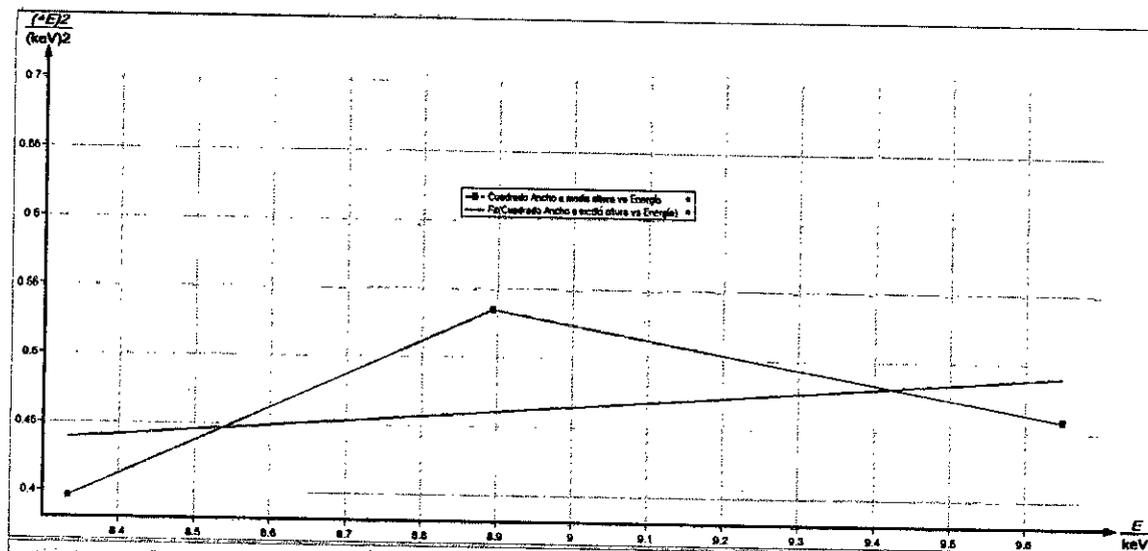
FIGURA N° 5.14
CUADRADO DE ANCHOS A MEDIA ALTURA VS ENERGÍA PARA LAS
LÍNEAS K α



Fuente: Elaboración propia. Captura de pantallas del programa.

Los valores de la Tabla N° 5.2, para las líneas K β se han representado en la Figura N° 5.15.

FIGURA N° 5.15
CUADRADO DE ANCHOS A MEDIA ALTURA VS ENERGÍA PARA LAS
LÍNEAS K β



Fuente: Elaboración propia. Captura de pantallas del programa.

Se puede observar, de las líneas de regresión adicionadas a las gráficas de las Figura N° 5.14 y Figura N° 5.15, que los cuadrados de los anchos de energía a media altura de los niveles de energía - $(\Delta E_{FWHM})^2$ - asociadas a las líneas características K α y K β de los espectros de fluorescencia de rayos X de los elementos de las láminas usadas en el proyecto, pueden suponer un comportamiento lineal en función de la energía.

5.2. Resultados inferenciales

Puesto que no se ha realizado un tratamiento estadístico de datos, no se han analizado éstos más allá de los resultados presentados en la sección anterior con el fin de poder tomar decisiones y realizar predicciones.

5.3. Otro tipo de resultados estadísticos

Toda vez que no se ha realizado un tratamiento estadístico de datos, no se han analizado éstos por otros tratamientos estadísticos.

VI. DISCUSIÓN DE RESULTADOS

6.1. Contrastación y demostración de la hipótesis con los resultados

En el proyecto se formuló la Hipótesis General que establecía que la calificación de la operación del sistema de detección del equipo XR 4.0 PHYWE para realizar análisis por fluorescencia de rayos X dependía del desempeño correcto del detector de energía de rayos X y el analizador multicanal; lo que permitió formular las siguientes dos Hipótesis Específicas:

- (1) La energía emitida por determinados elementos varía linealmente con el número de canales del analizador multicanal.
- (2) El valor del cuadrado del ancho de energía a la mitad del máximo del nivel de energía - $(\Delta E_{FWHM})^2$ - de la línea característica de rayos X varía linealmente con el nivel de energía E_0 para determinados elementos.

Se pudo observar, de la gráfica de la Figura N° 5.7, que las energías asociadas a las líneas características de los espectros de fluorescencia de rayos X de los elementos de las láminas de cobre, níquel y zinc, usadas en el proyecto, muestran un comportamiento lineal en función del número de canales del analizador multicanal, lo que demuestra la validez de la primera hipótesis.

Por otro lado, se pudo observar de las líneas de regresión adicionadas a las gráficas de la Figura N° 5.14 y la Figura N° 5.15, que los cuadrados de los anchos de energía a media altura de los niveles de energía - $(\Delta E_{FWHM})^2$ - asociadas a las líneas características $K\alpha$ y $K\beta$ de los espectros de fluorescencia de rayos X de los elementos de las láminas de cobre, níquel y zinc, usadas en el proyecto, pueden suponer un comportamiento lineal en función del nivel de la energía, lo que demuestra la validez de la segunda hipótesis.

Por lo anteriormente expuesto, la demostración de la validez de las dos hipótesis específicas, permite demostrar la validez de la hipótesis general, lo que califica la operación del sistema de detección del equipo XR 4.0 PHYWE.



6.2. Contratación de los resultados con otros estudios similares

En la Tabla N° 6.1, se muestran los valores determinados experimentalmente del número de canales correspondientes a cada energía asociadas a las líneas características de los espectros de fluorescencia de rayos X de los elementos de las láminas de cobre, níquel y zinc, usadas en el proyecto, y los valores mostrados en [4], citado en las referencias bibliográficas.

TABLA N° 6.1
ENERGÍAS DE LAS LÍNEAS $K\alpha$ Y $K\beta$ DE LOS ELEMENTOS Y EL NÚMERO DE CANALES

Elemento	Línea	Energía	Número de canales			
			Experimental		Referencial	
		keV	Nivel 2	Nivel 4	Nivel 2	Nivel 4
Cobre	$K\alpha$	8,04	758	1710	802	1813
	$K\beta$	8,90	855	1901	909	2027
Níquel	$K\alpha$	7,47	687	1571	731	1671
	$K\beta$	8,26	776	1752	828	1857
Zinc	$K\alpha$	8,63	826	1849	877	1973
	$K\beta$	9,57	973	2067	995	2208

Fuente: Elaboración propia

Teniendo en cuenta que la tasa de conteo constituye un evento aleatorio, el análisis de los resultados muestra que los valores obtenidos experimentalmente del número de canales por cada factor de amplificación, identificadas como Nivel 2 y Nivel 4, corresponden, muy aproximadamente, a los valores mostrados en [4]. La pequeña discrepancia, además de lo indicado anteriormente, se debió a que no se consideró una mayor corriente de operación en el tubo de rayos X.

En la Tabla N° 6.2, se muestran los valores determinados experimentalmente de las energías correspondientes a las líneas características de los espectros de fluorescencia de rayos X de los elementos, cobre, níquel y zinc, de las láminas usadas en el proyecto

con sus respectivos anchos de energía a media altura del nivel de energía y los valores mostrados en [4], citado en las referencias bibliográficas.

TABLA N° 6.2
ENERGÍAS DE LAS LÍNEAS $K\alpha$ Y $K\beta$ DE LOS ELEMENTOS Y SUS ANCHOS A MEDIA ALTURA

Elemento	Línea	Energía		ΔE_{FWHM}	
		keV		keV	
		Experimental	Referencial	Experimental	Referencial
Cobre	$K\alpha$	8,00	8,03	0,532	0,371
	$K\beta$	8,89		0,731	
Níquel	$K\alpha$	7,47	7,46	0,530	0,369
	$K\beta$	8,33		0,629	
Zinc	$K\alpha$	8,63	8,62	0,534	0,377
	$K\beta$	9,64		0,676	

Fuente: Elaboración propia

El análisis de los resultados muestra que los valores de energía obtenidos experimentalmente para las líneas $K\alpha$, corresponden, con un margen de error muy pequeño, a los valores dados en [4]. No fue posible establecer la comparación de los valores de energía para las líneas $K\beta$ porque éstas no se proporcionan en [4], pero si corresponden, con mucha aproximación a los valores proporcionados en [14]. La discrepancia entre los valores de los anchos a media altura de los niveles de energía se debió a que en el trabajo experimental la tasa de conteo fue muy baja, lo cual puede corregirse aumentando la corriente de operación del tubo de rayos X con la finalidad de aumentar la altura de la línea característica de tal forma que el ancho de energía a media altura de los niveles de energía se reduzcan.

6.3. Responsabilidad ética de acuerdo a los reglamentos vigentes

No aplica en este caso, por la naturaleza del proyecto.

CONCLUSIONES

Habiendo realizado el análisis de los resultados, en relación a la determinación de los niveles de energía de los elementos, el número de canales del analizador multicanal y los anchos de energía a media altura de los niveles de energía correspondientes a las líneas características $K\alpha$ y $K\beta$ de los espectros de fluorescencia de rayos X de las láminas de cobre, níquel y zinc, usadas en el proyecto, se pudo concluir lo siguiente:

1. El método expuesto para la determinación del número de canales del analizador multicanal correspondientes a las líneas características $K\alpha$ y $K\beta$ de los espectros de fluorescencia de rayos X, descrito con mucho detalle en este informe final, constituye una muy buena referencia a considerar en la ejecución de otros trabajos que en el futuro se deseen realizar aplicando esta técnica con el equipo XR 4.0 PHYWE.
2. Los valores determinados experimentalmente del número de canales asignados por el analizador multicanal a las líneas $K\alpha$ y $K\beta$ de los espectros de fluorescencia de rayos X de las láminas de cobre, níquel y zinc, usadas en el proyecto, son aceptables respecto a los mostrados en [4], puesto que la tasa de conteo que realiza el analizador multicanal es un proceso completamente aleatorio.
3. Se ha podido observar gráficamente que las energías asociadas a las líneas características de los espectros de fluorescencia de rayos X de los elementos de las láminas de cobre, níquel y zinc, usadas en el proyecto, muestran un comportamiento lineal en función del número de canales del analizador multicanal, lo que demuestra nuestra hipótesis planteada en el proyecto. Esto es una buena evidencia de un buen funcionamiento del detector de energía de rayos X y el analizador multicanal que constituyen el sistema de detección del equipo XR 4.0 PHYWE.
4. Teniendo en cuenta que la tasa de conteo constituye un evento aleatorio, el análisis de los resultados muestran que los valores de energía obtenidos experimentalmente

para las líneas $K\alpha$, corresponden, con un margen de error muy pequeño, a los valores mostrados en [4].

5. Se pudo observar gráficamente que los cuadrados de los anchos de energía a media altura de los niveles de energía - $(\Delta E_{FWHM})^2$ - asociadas a las líneas características $K\alpha$ y $K\beta$ de los espectros de fluorescencia de rayos X de los elementos de las láminas de cobre, níquel y zinc, usadas en el proyecto, pueden suponer un comportamiento lineal en función de la energía, lo que demuestra nuestra segunda hipótesis específica planteada en el proyecto. Esto también es una buena evidencia del buen funcionamiento del detector de energía de rayos X y el analizador multicanal que constituyen el sistema de detección del equipo XR 4.0 PHYWE.
6. Por lo indicado anteriormente, se pudo calificar la operación del detector de energía de rayos X y del analizador multicanal que constituyen el sistema de detección del equipo XR 4.0 PHYWE por cuanto este sistema funciona bajo las especificaciones operacionales establecidas por el fabricante.



RECOMENDACIONES

1. Debido a la potencia que suministra la Unidad de rayos X XR 4.0 expert PHYWE no es recomendable obtener los espectros de fluorescencia con factor de amplificación de Nivel 1 del analizador multicanal.
2. Para los trabajos experimentales relacionados con la fluorescencia de los rayos X, es conveniente usar un tubo de rayos X cuyo blanco esté constituido por un elemento como el Tungsteno, que proporciones una radiación altamente energética.
3. Para mejorar los valores experimentales del número de canales asignados por el analizador multicanal a las líneas $K\alpha$ y $K\beta$ de los espectros de fluorescencia de rayos X, sería conveniente aumentar la tasa de conteo incrementando la corriente de operación del tubo de rayos X de Tungsteno.
4. Para mejorar los valores experimentales de las energías asociadas a las líneas características $K\alpha$ y $K\beta$ de los espectros de fluorescencia de rayos X y los anchos de energía a media altura de los niveles de energía, también sería conveniente aumentar la tasa de conteo incrementando la corriente de operación del tubo de rayos X de Tungsteno.
5. Cuando se adquiriera un equipo o un instrumento sería conveniente realizar la calificación de su operación para verificar está desempeñándose correctamente de acuerdo a las especificaciones de operación que proporciona el proveedor.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Bounakhla, M. y Tahri. (2014). M. X-ray Fluorescence Analytical Techniques, Rabat, Morocco. CNESTEN.
2. Brouwer, P. (2010). Theory of XRF. Almelo. PANalytical B. V. Third Edition.
3. Cullity, B.D. y stock, S.R. (2014). Elements of X-Ray Diffraction. Essex. Pearson Education Limited. Third Edition.
4. Energy-dispersive X-ray spectroscopy. Recuperado de: https://en.wikipedia.org/wiki/Energy-dispersive_X-ray_spectroscopy.
5. Fuente, I. (2015). Puesta a punto de un equipo de fluorescencia de rayos X portátil con fuentes radiactivas: Aplicaciones medioambientales. Tesis Doctoral. Santander. Universidad de Cantabria.
6. Gutiérrez, M. y Ranz, I. (2010). Utilización de un equipo portátil de fluorescencia de rayos X para el estudio de metales pesados en suelos: puesta a punto y aplicación a vertederos. (Estudio multidisciplinar de vertederos sellados: caracterización y pautas de recuperación). Madrid: Servicio de Publicaciones de la Universidad de Alcalá
7. Koch E. (2006). International Tables for Crystallography. Volume C. Mathematical, physics and chemical tables. Netherlands, Springer.
8. Martínez A. (2009). La Mecánica Cuántica: Las Reglas de Selección. [Internet]. Armando Martínez. Disponible en: <http://la-mecanica-cuantica.blogspot.com/2009/08/las-reglas-de-seleccion.html>.
9. Measure 4.6.15.3: PHYWE el Software de Medición. Disponible en: <http://www.phywe-es.com/1054n531/Servicios/Descargas/Software.htm>
10. Phywe series of publications. (2005) X-ray energy detector: Operating instructions. Göttingen: PHYWE Systeme GmbH & Co.
11. Phywe series of publications. (2005). Multichannel Analyser, Extended Version: Operating instructions. Göttingen: PHYWE Systeme GmbH & Co.
12. Phywe Series of Publications. (2005). TESS expert, Laboratory Experiments, X-ray experiments, Göttingen. Fourth edition.
13. UNED. Espectrometría de Fluorescencia de Rayos X. Recuperado de: <http://www2.uned.es/cristamine/mineral/metodos/xrfs.htm>

14. Zapata, E. et al. (2006). Calificación de operación de un espectrómetro de fluorescencia de rayos X. Simposio de Metrología. Recuperado de:<https://www.cenam.mx/memsimp06/Trabajos%20Aceptados%20para%20CD/Posters/P-22.pdf>.

ANEXOS

Anexo N° 1. Matriz de consistencia

Anexo N° 2. Espectros de fluorescencia de rayos X obtenidos

- Figura N° A.1.-
Espectro de Fluorescencia del Cobre. Factor de amplificación: Nivel 2
- Figura N° A.2.-
Espectro de Fluorescencia del Cobre. Factor de amplificación: Nivel 4
- Figura N° A.3.-
Espectro de Fluorescencia del Níquel. Factor de amplificación: Nivel 2
- Figura N° A.4.-
Espectro de Fluorescencia del Níquel. Factor de amplificación: Nivel 4
- Figura N° A.5.-
Espectro de Fluorescencia del Zinc. Factor de amplificación: Nivel 2
- Figura N° A.6.-
Espectro de Fluorescencia del Zinc. Factor de amplificación: Nivel 4

Anexo N° 3. Longitudes de onda y energías para las radiaciones características



ANEXO N° 1

Matriz de Consistencia

Título del Proyecto de Investigación: "CALIFICACIÓN DE OPERACIÓN DEL SISTEMA DE DETECCIÓN DEL EQUIPO XR 4.0 PHYWE PARA ANÁLISIS POR FLUORESCENCIA DE RAYOS X"

PROBLEMA	OBJETIVOS	HIPÓTESIS	VARIABLES	METODOLOGÍA
<p>Problema General</p> <p>¿Es posible la calificación de operación del sistema de detección del equipo XR 4.0 PHYWE para el análisis por fluorescencia de rayos X?</p>	<p>Objetivo General</p> <p>Calificar la operación del sistema de detección del equipo XR 4.0 PHYWE para realizar análisis por fluorescencia de rayos X.</p>	<p>Hipótesis General</p> <p>La calificación de la operación del sistema de detección del equipo XR 4.0 PHYWE para realizar análisis por fluorescencia de rayos X depende del desempeño correcto del detector de energía de rayos X y el analizador multicanal.</p>	<p>Variable Independiente:</p> <p>Desempeño correcto del detector.</p> <p>Variable Dependiente:</p> <p>Calificación de operación del sistema de detección</p>	<p>Nivel de Investigación</p> <p>Investigación descriptiva y correlacional.</p> <p>Tipo de Investigación</p> <p>Investigación aplicada, cuantitativa y transversal.</p>
<p>Problemas Específicos</p> <p>¿Tiene comportamiento lineal la energía emitida por determinados elementos respecto al número de canales del analizador multicanal?</p> <p>¿Existe dependencia lineal entre $(\Delta E_{FWHM})^2$ de la línea característica de rayos X y su nivel de energía E_0 para determinados elementos?</p>	<p>Objetivos Específicos</p> <p>Verificar el comportamiento lineal de la energía emitida por determinados elementos y el número de canales del analizador multicanal.</p> <p>Verificar la dependencia lineal entre $(\Delta E_{FWHM})^2$ de la línea característica de rayos X y su nivel de energía E_0 para determinados elementos.</p>	<p>Hipótesis Específicas</p> <p>La energía emitida por determinados elementos varía linealmente con el número de canales del analizador multicanal.</p> <p>El valor de $(\Delta E_{FWHM})^2$ de la línea característica de rayos X varía linealmente con el nivel de energía E_0 para determinados elementos</p>	<p>Diseño de la Investigación</p> <p>Investigación con diseño experimental, que consiste en obtener los espectros de emisión por fluorescencia de rayos X de diversas muestras metálicas patrones para observar la variación de sus niveles de energía con el número de canales del analizador y los anchos a media altura de sus líneas características.</p>	



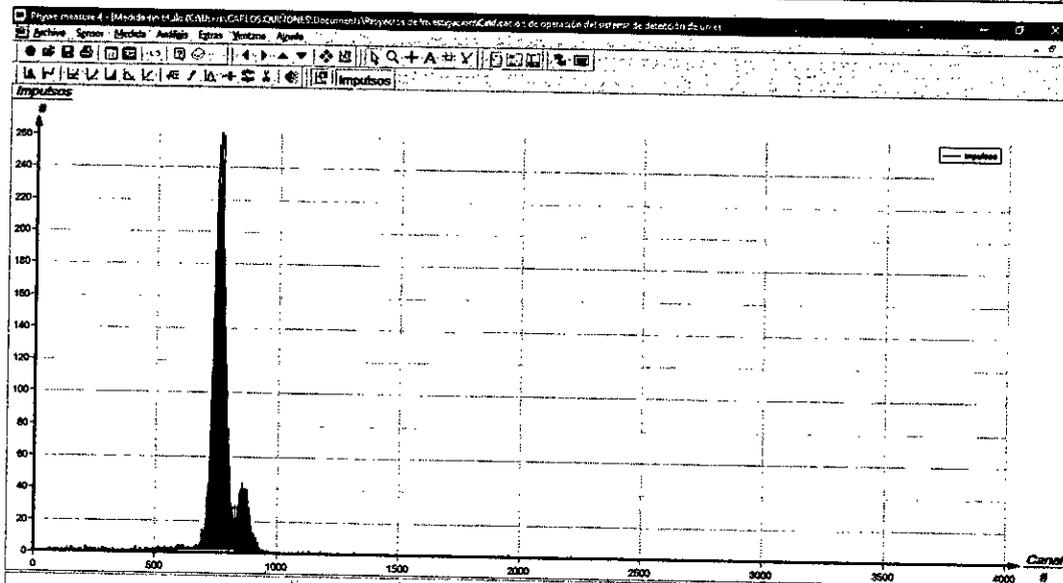
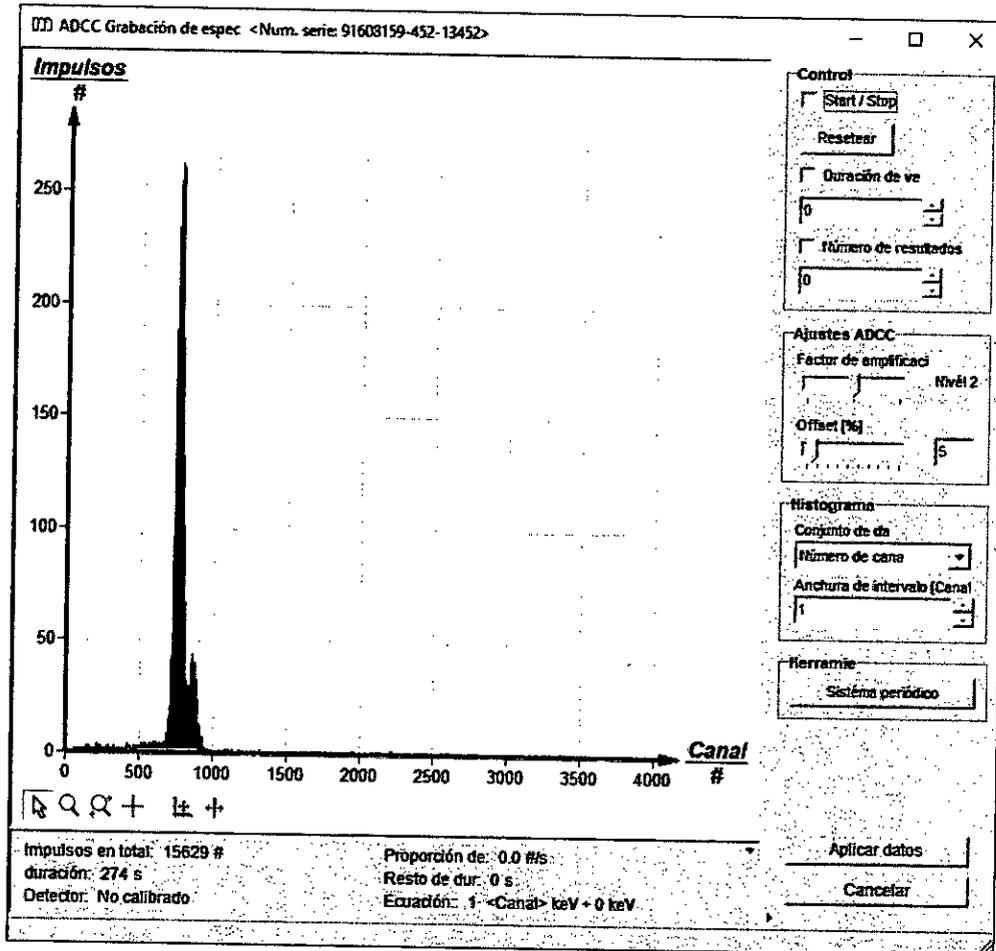
ANEXO Nº 2.

ESPECTROS DE FLUORESCENCIA DE RAYOS X OBTENIDOS

FIGURA Nº A.1

ESPECTRO DE FLUORESCENCIA DEL COBRE.

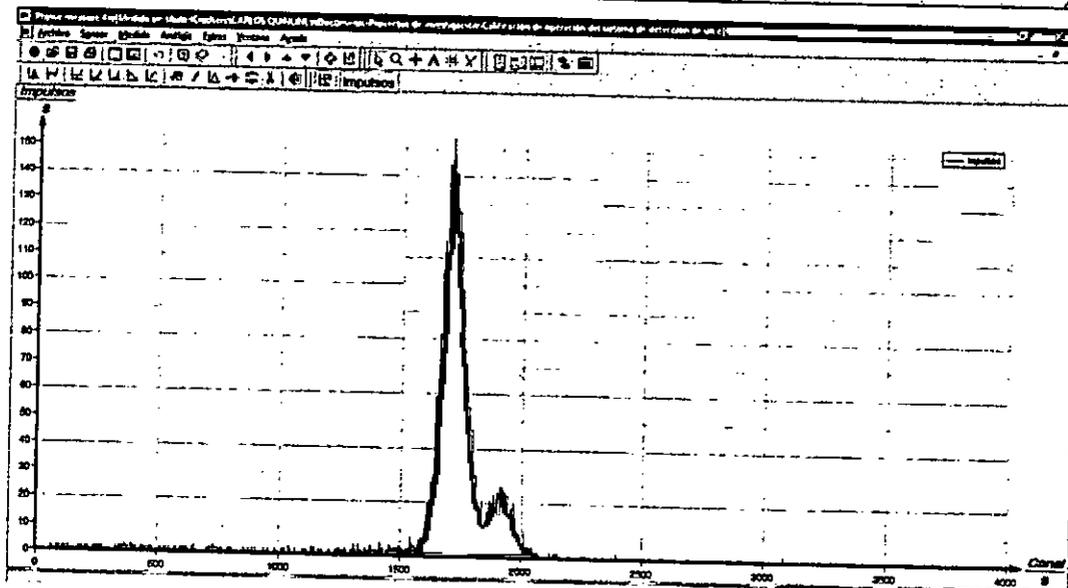
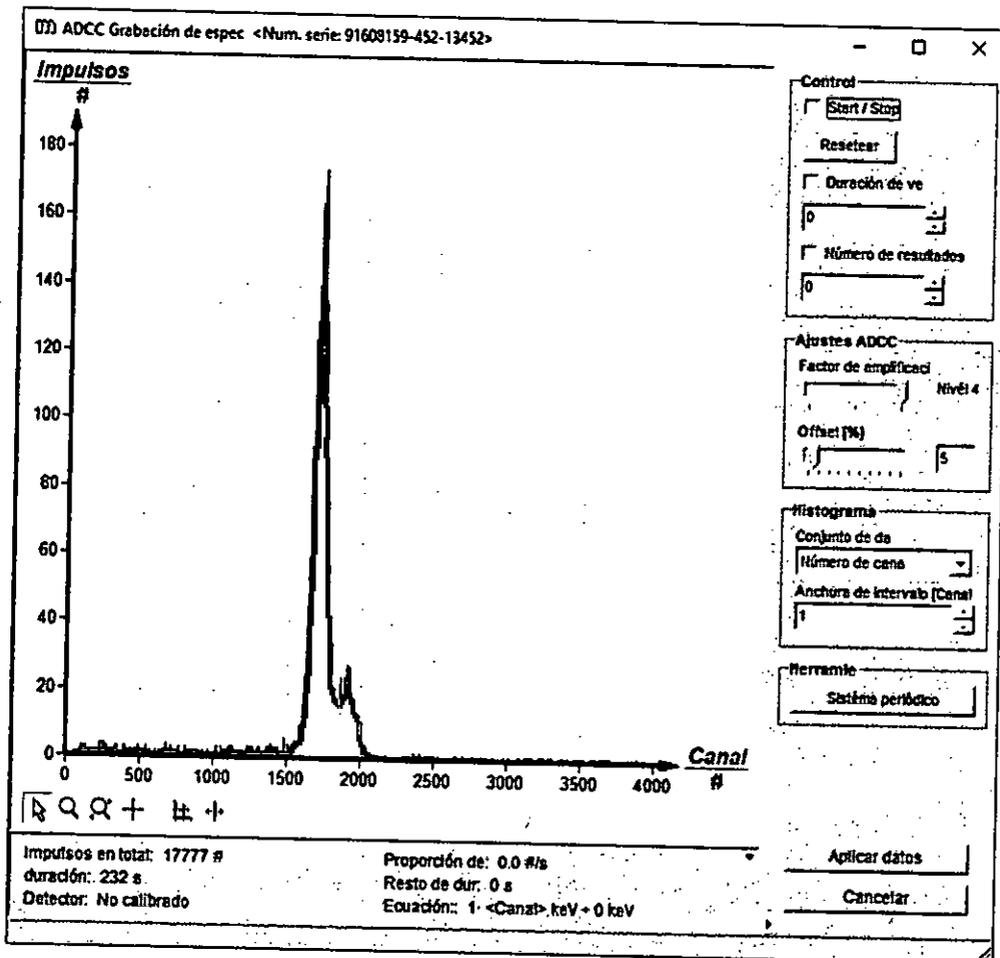
FACTOR DE AMPLIFICACIÓN: NIVEL 2



Fuente: Elaboración propia. Captura de pantallas del programa.

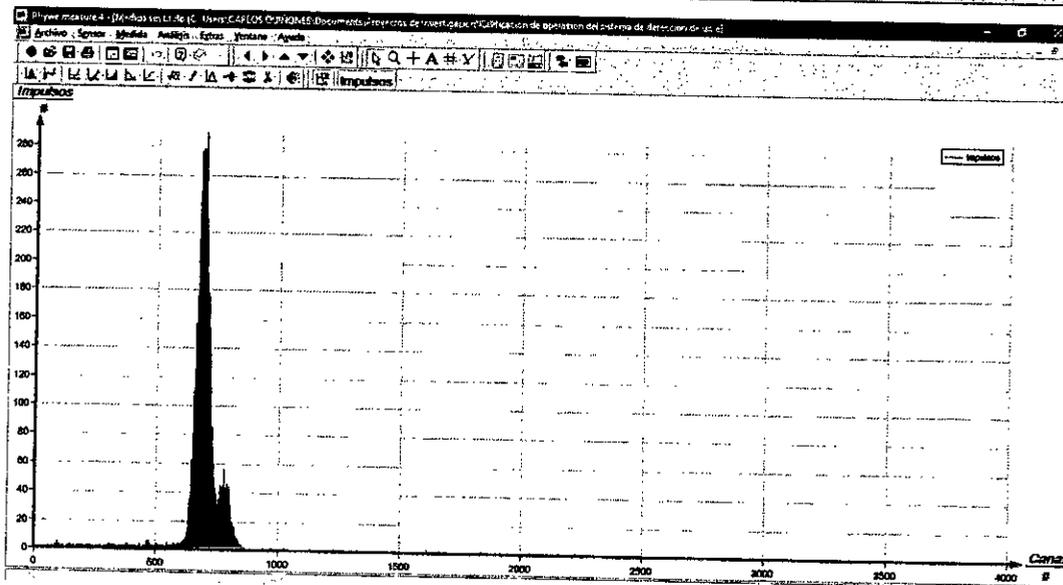
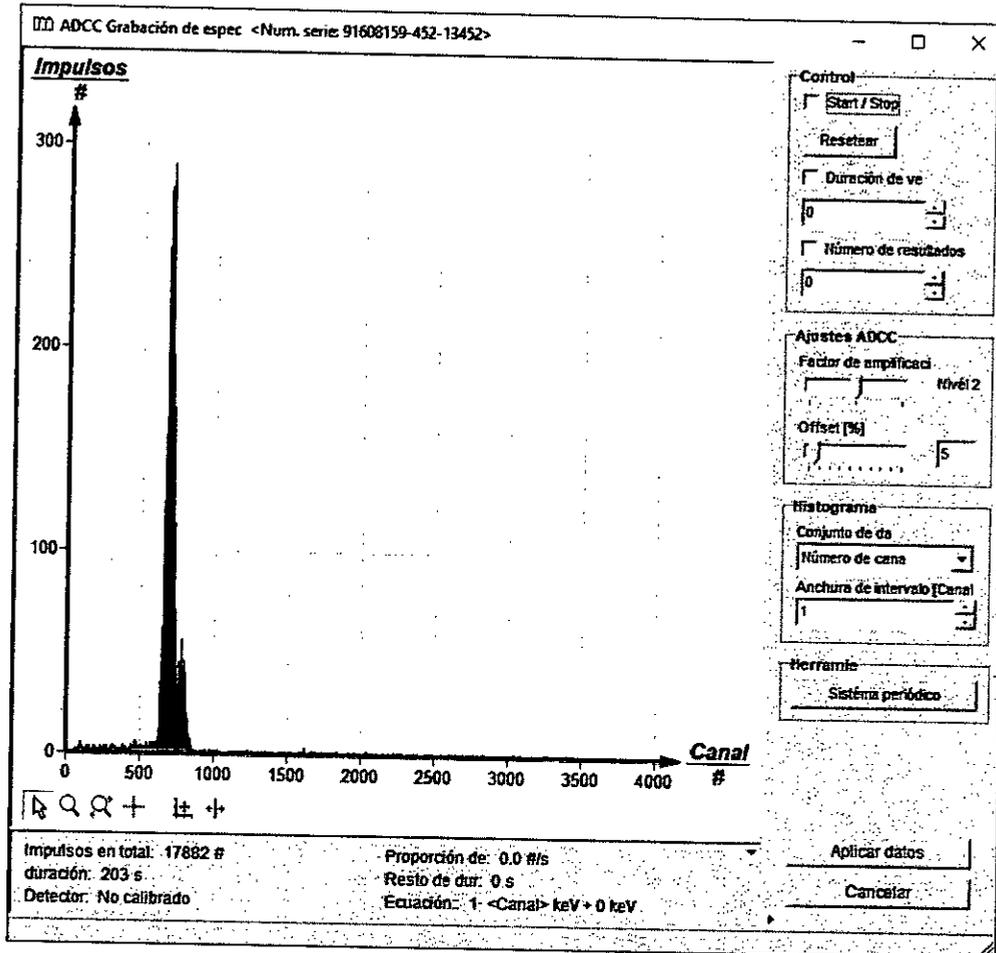


FIGURA N° A.2
ESPECTRO DE FLUORESCENCIA DEL COBRE.
FACTOR DE AMPLIFICACIÓN: NIVEL 4



Fuente: Elaboración propia. Captura de pantallas del programa.

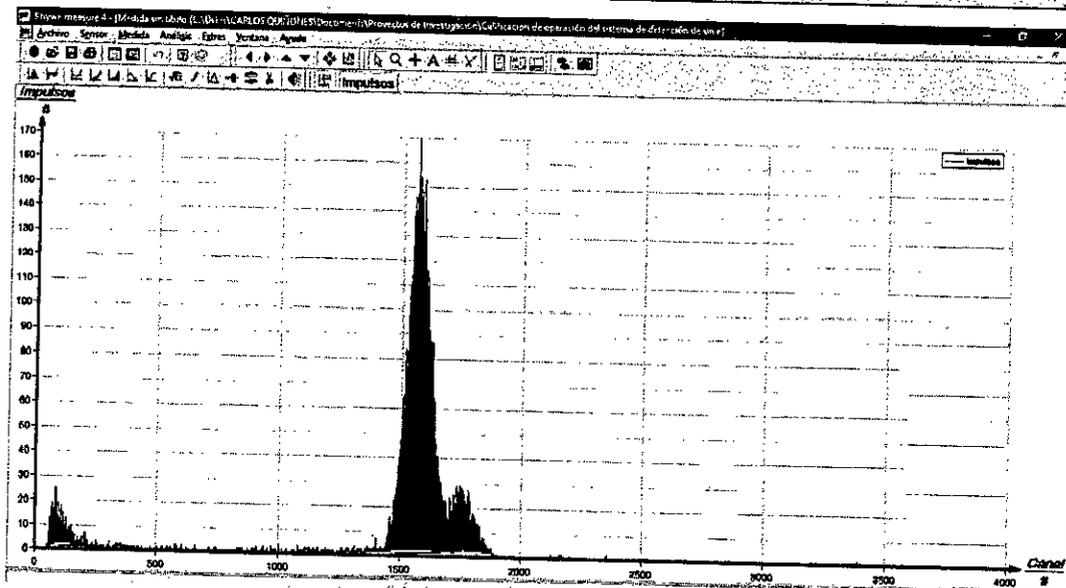
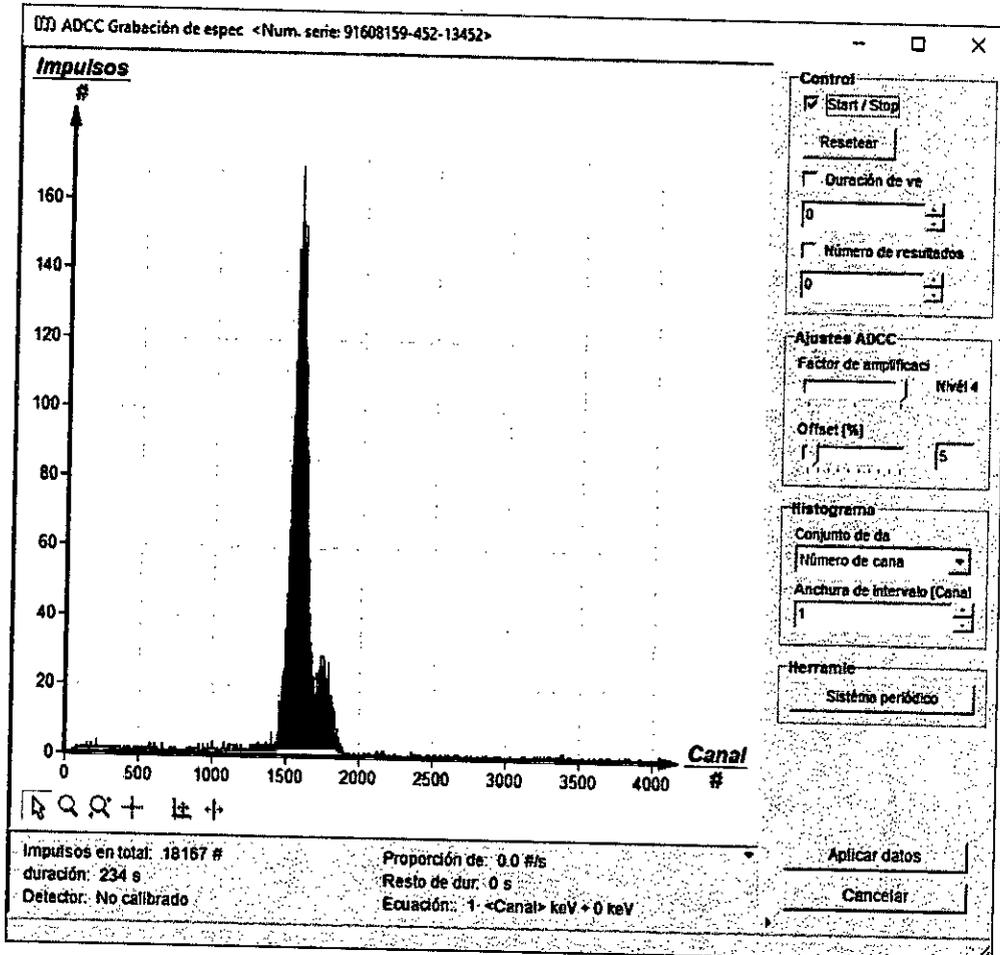
FIGURA N° A.3
ESPECTRO DE FLUORESCENCIA DEL NÍQUEL
FACTOR DE AMPLIFICACIÓN: NIVEL 2



Fuente: Elaboración propia. Captura de pantallas del programa.

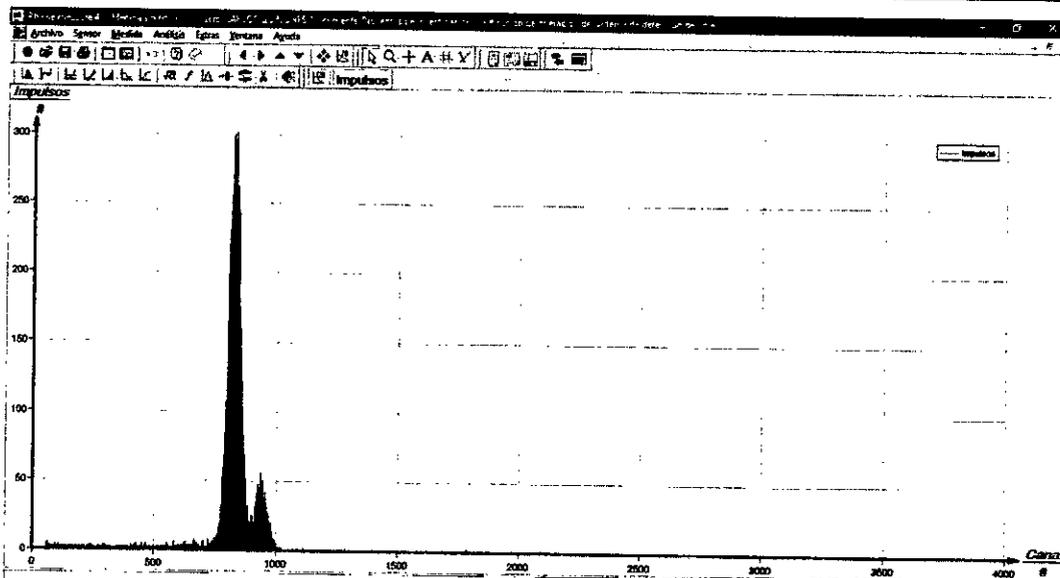
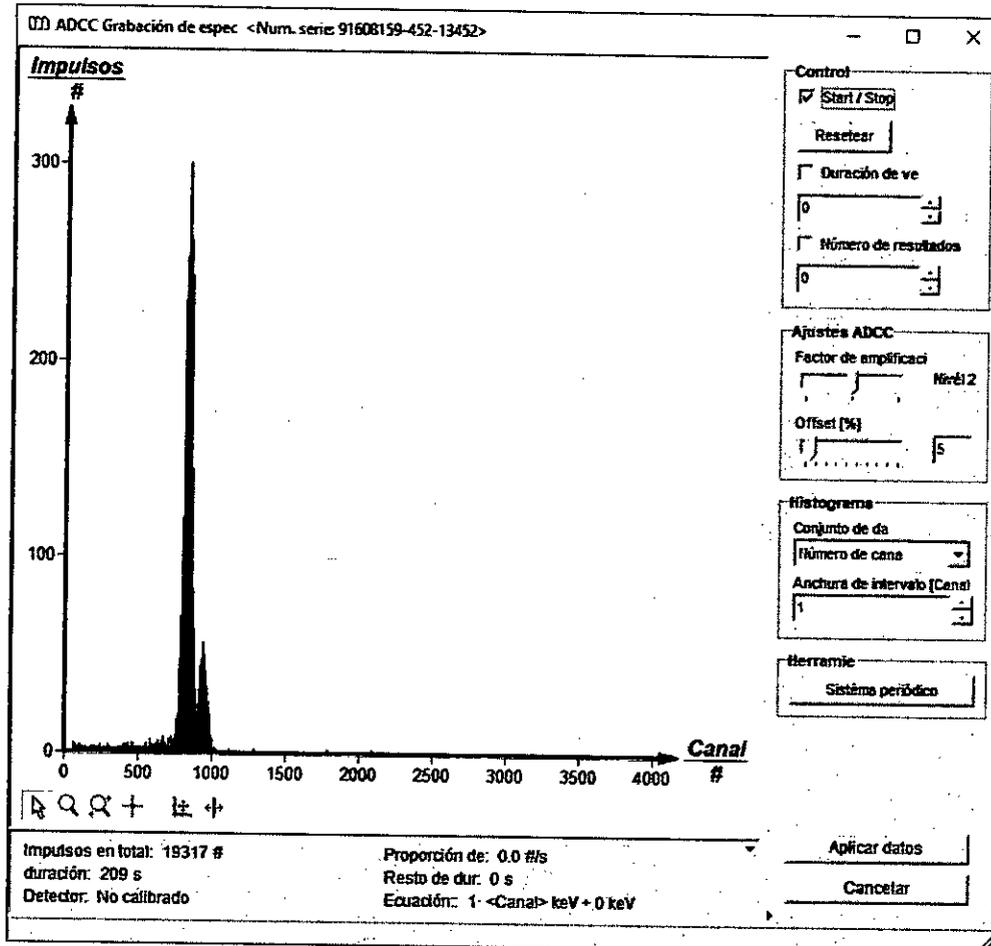


FIGURA N° A.4
ESPECTRO DE FLUORESCENCIA DEL NÍQUEL
FACTOR DE AMPLIFICACIÓN: NIVEL 4



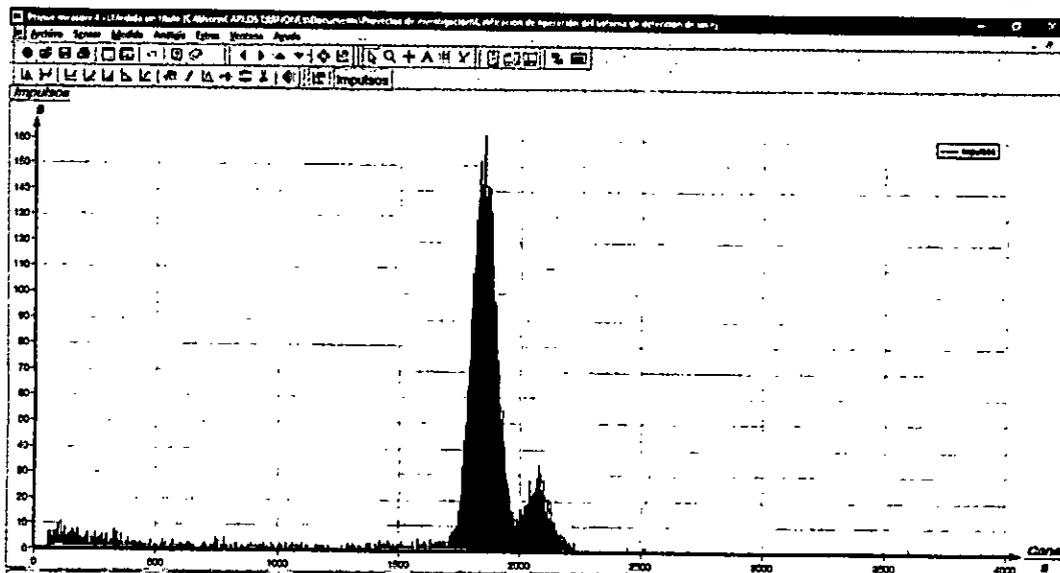
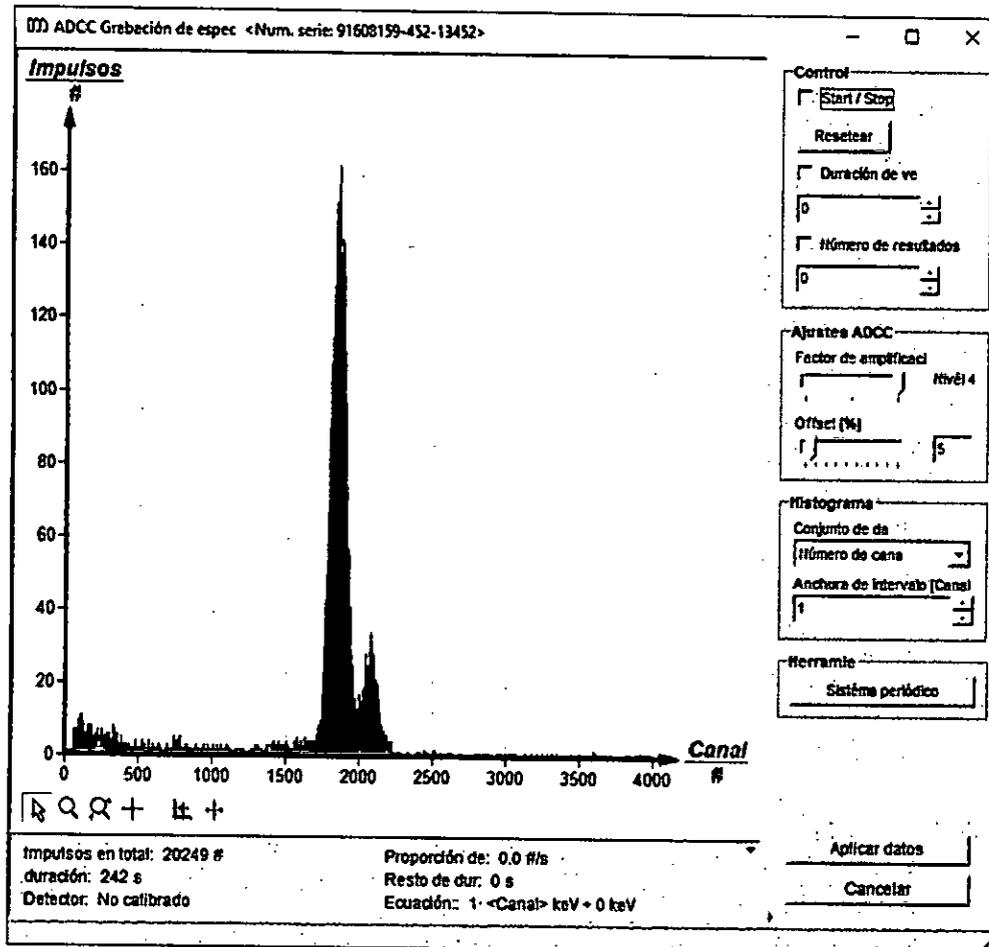
Fuente: Elaboración propia. Captura de pantallas del programa.

FIGURA N° A.5
ESPECTRO DE FLUORESCENCIA DEL ZINC
FACTOR DE AMPLIFICACIÓN: NIVEL 2



Fuente: Elaboración propia. Captura de pantallas del programa.

FIGURA N° A.6
ESPECTRO DE FLUORESCENCIA DEL ZINC
FACTOR DE AMPLIFICACIÓN: NIVEL 4



Fuente: Elaboración propia. Captura de pantallas del programa.

ANEXO N° 3.

LONGITUDES DE ONDA Y ENERGÍAS PARA LAS RADIACIONES
CARACTERÍSTICAS

Radiation	λ (Å)	E (keV)
Ag $K\bar{\alpha}$	0,5608	22,103
$K\beta_1$	0,4970	24,942
Pd $K\bar{\alpha}$	0,5869	21,125
$K\beta_1$	0,5205	23,819
Rh $K\bar{\alpha}$	0,6147	20,169
$K\beta_1$	0,5456	22,724
Mo $K\bar{\alpha}$	0,7107	17,444
$K\beta_1$	0,6323	19,608
Zn $K\bar{\alpha}$	1,4364	8,631
$K\beta_1$	1,2952	9,572
Cu $K\bar{\alpha}$	1,5418	8,041
$K\beta_1$	1,3922	8,905
Ni $K\bar{\alpha}$	1,6591	7,472
$K\beta_1$	1,5001	8,265
Co $K\bar{\alpha}$	1,7905	6,925
$K\beta_1$	1,6208	7,629
Fe $K\bar{\alpha}$	1,9373	6,400
$K\beta_1$	1,7565	7,038
Mn $K\bar{\alpha}$	2,1031	5,895
$K\beta_1$	1,9102	6,490
Cr $K\bar{\alpha}$	2,2909	5,412
$K\beta_1$	2,0848	5,947
Ti $K\bar{\alpha}$	2,7496	4,509
$K\beta_1$	2,5138	4,932

Fuente: Internacional Tables for Crystallography, Vol. C. 2006

