

Corso di Laurea Magistrale in Ingegneria Elettronica Dipartimento di Elettronica, Informazione e Bioingegneria

SVILUPPO DI UN MODULO DI RIVELAZIONE IN CdTe PER SPETTROSCOPIA X AD ALTA ENERGIA

Relatore: Prof. Andrea Castoldi

Correlatore: Prof.ssa Chiara Guazzoni

Tesi di Laurea di:

Enid Pirani Matr. 823336

Anno Accademico 2016 / 2017

Indice

Abstract	10
Introduzione	12
1 Il potenziale delle NP di oro per la visualizzazione e la terapia di tessuti tum	orali
e la tecnica di rivelazione XRF	13
1.1 L'impiego delle nanoparticelle d'oro nell'imaging e nella terapia del cancro	13
1.2 Tecnica XRF	15
1.3 Misure in letteratura sulle righe di fluorescenza L dell'oro con rivelatore SDD	18
1.4 Potenzialita' delle righe K dell'oro per imaging e quantificazione di tu profondi	mori 18
1.5 Misure in letteratura sulle righe di fluorescenza K dell'oro con rivelatore HPG	e 22
2 Analisi di un rivelatore in CdTe per spettroscopia delle righe Au K	24
2.1 Rivelatore in Tellururo di Cadmio, proprietà del semiconduttore e potenzialit	à 24
2.2 Scelta della tipologia di rivelatore CdTe	26
2.3 Ulteriori proprietà del CdTe: Processo di crescita dei cristalli di CdTe attrav	verso
THM e ruolo del Cloro	28
2.3.1 Raccoglimento di carica ed effetto di coda	29
2.3.2 Effetto di Polarizzazione	33
2.4 ENC e risoluzione energetica	34
2.4.1 Transistore di ingresso e ENC ottimo	36
2.4.2 FWHM ottenibile con i transistori selezionati per le righe K dell'oro	38
3 Sviluppo di un Modulo di Rilevazione in CdTe	39
3.1 Catena di lettura del segnale dal rivelatore	39
3.1.1 Descrizione generale del modulo di rilevazione realizzato	40
3.2 Progetto di un amplificatore di carica a larga banda e basso rumore	41
3.2.1 Scelta del transistore di ingresso e calcolo della banda del preamplificato	re43
3.2.2 Realizzazione di uno stadio di guadagno aggiuntivo	46
3.2.3 Layout del preamplificatore su scheda standalone	48
3.3 Progetto della Detector Board	50
3.4 Progetto della Power Board	52
3.4.1 Filtraggio e regolazione delle tensioni di alimentazione del preamplifica	atore
	53

3.4.2 Generazione, filtraggio e controllo della tensione HV	54
3.4.3 Layout della Power Board	58
3.5 Progetto della scatola meccanica del modulo di rilevazione	60
4 Misure Preliminari del Modulo di Rivelazione Progettato	65
4.1 Test del preamplificatore di carica standalone	65
4.1.1 Test del preamplificatore di carica direttamente su scheda di Detector I	Board
	69
4.2 Test del convertitore DC-DC e dell'elettronica di controllo digitale	71
4.3 Misura I-V del rivelatore Cdte ti tipo In-Schottky	76
5 Misure Spettroscopiche	78
5.1 Acquisizione degli spettri energetici dell'Am-241 per diverse τ di shaping	78
5.1.2 Analisi della stabilità temporale e acquisizioni spettrali per diverse ter	nsioni
di polarizzazione del rivelatore	82
5.2 Acquisizioni spettrali di Fe ⁵⁵ , Ba ¹³³ e delle emissioni di fluorescenza K dell'o	ro 85
6 Conclusioni e Prospettive	88
Bibliografia	90

Indice delle Figure

Figura 1.1: Transizioni energetiche tra shell e le relative nomenclature.	16
Figura 1.2: Principio di interazione dell'assorbimento fotoelettrico con g	enerazione di
radiazione X di fluorescenza.	16
Figura 1.3: I tre tipi principali di interazione X e gamma. Le linee mostran	o i valori di Z
e hv per i quali le sezioni d'urto di due interazioni adiacenti son	no uguali. Ri-
prodotto da [4].	17
Figura 1.4: Set-up sperimentale del sistema di misure XRF con SDD (im	magine ripro-
dotta da [4]).	19
Figura 1.5: Coefficienti di attenuazione lineare tipici del tessuto adipos	o, del tessuto
polmonare e dell'acqua al variare dell'energia di radiazione X nel	l'intervallo 1-
100 keV.	20
Figura 1.6: Rapporto I/Io alle energie della riga $L\alpha_2$ e della riga $K\alpha_1$ in funz	zione dello
spessore di tessuto adiposo, tessuto mammario e dell'acqua.	21
Figura 2.1: Coefficienti di attenuazione lineare per effetto fotoelettri	co al variare
dell'energia X incidente nel CdTe, Ge e Si.	25
Figura 2.2: Efficienza di rivelazione all'energia delle righe K α 1 espresso	in percentuale
al variare dello spessore per CdTe, Ge e Si.	25
Figura 2.3: Struttura del rivelatore CdTe In-Schottky.	27
Figura 2.4: A sinistra è schematizzato il processo di crescita THM (a), a de	estra invece il
diagramma di fase del CdTe (b) (Immagine riprodotta da [6]).	29
Figura 2.5: Sistema di riferimento per il calcolo della carica indotta del dio	do Shottky.30
Figura 2.6: Carica indotta normalizzata in dipendenza della distanza dal'el	lettrodo di ca-
todo anch'essa normalizzata, fissato il valore $v_e \tau_e / W$.	32
Figura 2.7: Profili di campo elettrico dall'anodo al catodo a tempi different	i. Il rivelatore
è polarizzato a 500V. Temperatura ambiente 25°C. Riprodotta da	[11]. 34
Figura 2.8: Modello semplificato del preamplificatore di carica, sono indic	cati in figura i
contributi di rumore serie, parallelo e flicker.	35
Figura 2.9: Curve ENC risultanti dall'utilizzo di diversi transistori di ingre	esso in funzio-
ne del peaking time dello shaper semi-gaussiano.	37

- Figura 3.1: Rappresentazione a blocchi della catena di lettura, il front-end analogico composto dal preamplificatore di carica e dallo shaper amplifica e filtra il segnale, il back-end digitale infine esegue la conversione e l'elaborazione del segnale ricevuto.
 40
- Figura 3.2: Schematico del preamplificatore di carica nella configurazione *foldedcascode.* 43
- Figura 3.3: Simulazione PSpice della risposta su segnale del circuito all'uscita dell'emitter follower rappresentato da Q₄. 45
- Figura 3.4: Schematico completo del preamplificatore.46
- Figura 3.5: Layout lato TOP del preamplificatore *standalone* realizzato con Orcad. 49
- Figura 3.6: Layout dello strato interno INNER1 del preamplificatore *standalone* realizzato con Orcad. 49
- Figura 3.7: Schematico della Detector Board con preamplificatore standalone esterno.50
- Figura 3.8: Layout del lato BOTTOM della *Detector Board* con preamplificatore su scheda realizzato con Orcad. 52
- Figura 3.9: Schematico dell'emitter follower per la regolazione della tensione di +6V.53
- Figura 3.10: Schematico del sistema di gestione dell'alta tensione con temporizzazione interna ed esterna. 55
- Figura 3.11 Simulazione Spice della tensione ai capi della capacità C₅ e dell'uscita corrispondente del timer nella configurazione astabile. 57
- Figura 3.12: Simulazione Spice della tensione ai capi della capacità C_5 e dell'uscita corrispondente del timer in seguita all'aggiunta del ramo di partizione e del diodo.

57

- Figura 3.13: A sinistra è riportato il layout del lato TOP, a destra invece il layout dellostrato interno INNER2 della Power Board disegnata con Orcad.59
- Figura 3.14: Disegni tecnici con le proiezioni 2D della barra di acciaio e della faccia laterale standard. 60
- Figura 3.15: Viste isomeriche della faccia laterale di uscita e delle due basi della scatola meccanica. 61
- Figura 3.16: Visualizzazione 3D della scatola meccanica nelle configurazione con faccia laterale speciale. 62

- Figura 3.17: Visualizzazione 3D dell'intero modulo di rilevazione, vista laterale con faccia aperta. 64
- Figura 3.18: Visualizzazione 3D dell'intero modulo di rilevazione, vista lato faccia di uscita con scatola chiusa. 64
- Figura 4.1: Setup per il testing del preamplificatore di carica di tipo *standalone*. 66
- Figura 4.2: In alto sono rappresentate le misure dell'ampiezza del segnale di uscita al variare dell'ampiezza dell'impulso in ingresso al preamplificatore *standalone*. In basso sono riportati gli scarti differenziali corrispondenti ai valori fittati.
 67
- Figura 4.3: Rise time del segnale di uscita al variare dell'ampiezza del segnale di ingresso. 68
- Figura 4.4: Fall time del segnale di uscita al variare dell'ampiezza del segnale di ingresso. 68
- Figura 4.5: In alto sono rappresentate le ampiezze di uscita misurate all'uscita LEMO e all'uscita del secondo emitter follower (Q4) al variare dell'ampiezza dell'impulso in ingresso. In basso sono invece riportati gli scarti differenziali dei punti misurati all'uscita LEMO rispetto alla retta di fitting.
 70
- Figura 4.6: Misure del rise time del segnale all'uscita LEMO della *Power Board* al variare dell'ampiezza del segnale di ingresso. 71
- Figura 4.7: Misure del test di linearità del convertitore DC-DC, in alto sono riportati i valori misurati in uscita in funzione della Vset di ingresso e la relativa retta di fitting. In basso sono riportati invece gli scarti differenziali corrispondenti delle tensioni misurate in uscita.
 72
- Figura 4.8: A sinistra sono riportate le misure dei tempi T_{High} al variare della resistenza di scarica R_B , mentre a destra le misure dei tempi T_{Low} al variare della resistenza di carica $(R_A + R_B)$. 73
- Figura 4.9: Setup utilizzato per effettuare le misure dell'uscita del convertitore DC-DC.

74

Figura 4.10: A sinistra sono raffigurate le forme d'onda normalizzate rispetto all'ampiezza massima durante la discesa del segnale, a destra invece raffigurate le forme d'onda normalizzate rispetto all'ampiezza massima durante la salita del segnale.
75

Figura 4.11: Misure effettuate dei tempi di discesa e dei tempi di salita per diverse ten-
sioni di uscita del DC-DC. 75
Figura 4.12: Schema del setup utilizzato per la caratterizzazione I-V del rivelatore. 76
Figura 4.13:Valori misurati e andamento delle correnti di leakage del pin di pixel e del
pin di G.R. in funzione della tensione di polarizzazione inversa applicata. 77
Figura 5.1: Spettro acquisito della sorgente di Am ²⁴¹ alla tensione di polarizzazione di
700V e con una τ di shaping pari a 1 μs . 79
Figura 5.2: In alto sono rappresentati i canali dei centroidi corrispondenti alle energie di
picco dello spettro ottenuti con il fitting parabolico e la relativa retta di calibra-
zione $y = 9.01 \cdot 10^{-2}x - 5.84$. In basso sono invece rappresentati gli scarti
differenziali. 80
Figura 5.3: Andamento dei valori di ENC misurati in funzione della tempo di shaping e
la relativa curva di fitting ai minimi quadrati. 81
Figura 5.4: Acquisizioni spettrali del picco a 59.45keV in tre diversi istanti temporali
dall'accensione del modulo di rivelazione. 82
Figura 5.5: A sinistra è mostrato l'andamento della $ au$ in funzione del tempo mentre a de-
stra l'andamento della deviazione standart. 83
Figura 5.6: Acquisizioni spettrali del picco a 59.45keV per tre diverse tensioni di pola-
rizzazione. 84
Figura 5.7: A sinistra è mostrato l'andamento della $ au$ in funzione della tensione di pola-
rizzazione mentre a destra l'andamento della deviazione standard. 84
Figura 5.8: Spettro acquisito con le sorgenti di Am-241 e Fe-55.85
Figura 5.9: Spettro acquisito della sorgente di Ba-133.86
Figura 5.10: Sistema utilizzato per rilevare lo emissioni di fluorescenza K dell'oro. 87
Figura 5.11: Spettro acquisito del sistema K-XRF rappresentato in figura 5.9. 87

Indice delle Tabelle

Tabella 1.1:Emissioni K-XRF e L-XRF dell'oro [X-Ray Data Booklet http://	
xdb.lbl.gov].	18
Tabella 1.2: Percentuale di radiazione X trasmessa rispetto all'intensità di radiazio	one X
emessa dalle righe K α 1 e L α 2 dell'oro posto a diverse profondità all'ir	nterno
del tessuto adiposo, tessuto mammario e dell'acqua.	21
Tabella 2.1: Valori delle correnti di leakage dei rivelatori CdTe di tipo Schottky p	er di-
verse tensioni di polarizzazione.	28
Tabella 2.2: transistori nJFet di ingresso con i relativi parametri di interesse per il d	calco-
lo dell'ENC dovuto all'elettronica.	37
Tabella 3.1: Parametri di interesse nella scelta del transistore di ingresso.	44
Tabella 3.2: Caratteristiche principali di interesse dell'AD8055 e dell'OPA843.	47
Tabella 5.1:Energie caratteristiche dell'Am ²⁴¹ con i rispettivi centroidi ottenuti col f	fitting
parabolico dello spettro-	79
Tabella 5.2: Valori misurati di FWHM ed ENC per diverse $ au$ di shaping.	80
Tabella 5.3: Energie di picchi di emissione presenti nello spettro in figura 5.9.	86

Abstract

Golden nanoparticles (GNPs) have aroused considerable interest in biomedical applications in recent years thanks to the remarkable potential offered in the field of cancer therapy. Biologists and tissue engineers have been able to develop 3D tumor models (tumoroids) through the use of engineered cellular tissues that mimic the microenvironment of a solid tumor mass and which offer the possibility to quantify and optimize the targeting efficiency of nanoparticles under controlled cellular conditions.

In this context, there is a need for a non-destructive in vivo measurement of the gold nanoparticles concentration within the tumoroid to evaluate and determine the absorption of nanoparticles. Analysis techniques based on the measurement of the characteristic photons of gold (e.g. X-Ray Fluorescence XRF) can be advantageously employed in this field due to its sensitivity and specificity. One of the research lines is to focus on the detection of the gold L-lines (9-13keV). In this case a L-XRF detection system based on an SDD (Silicon Drift Detector) offers excellent performance in detecting gold concentrations located in shallow tumor sites of few millimeters, but is ineffective in the real case of gold concentrations located at higher depths due to the low X-ray energies. A more ambitious and effective approach is to detect the gold K-lines which are at higher energy (66-69keV). Cadmium Telluride detectors (CdTe) are a possible alternative to the most common HPGe detectors within K-XRF detection system. The potentialities in using a CdTe detector derive mainly from its greater detection efficiency at gold K-fluorescence emissions and the ability to operate at room temperature in a compact and lightweight apparatus.

My thesis activity at the "Imaging Detectors and Low Noise Electronics Laboratory" at the Department of Electronics, Information and Bioengineering of the Politecnico di Milano was then focused on the development of a custom CdTe detection module expressly designed for high energy X-ray spectroscopy of gold NPs.

The following thesis consists of six chapters.

The first chapter provides a general introduction of nanoparticles in biomedical applications. Specifically, the potentialities offered in the visualization and therapy of tumor tissues and the main detection techniques are presented. In the second chapter, the use of CdTe detector inside a gold K-XRF spectroscopy system is analyzed. The typical properties of the semiconductor are then exposed and a comparison is made with silicon and germanium detector materials. The latter part of the chapter focuses on the performance optimization in terms of FWHM in energy and ENC (Equivalent Noise Charge) for several input transistors of the charge preamplifier.

The third chapter deals with the various phases of design and development of the CdTe detection module. This chapter describes the considerations made during the design phase of the charge preamplifier and the Detector and Power boards. In addition, the design of the outer mechanical box is shown and illustrated.

The next chapter, the fourth, shows the results of the preliminary tests carried out on the high speed charge preamplifier and on the DC-DC high voltage output control electronics. Then the I-V characterization of the In-Schottky CdTe detector is reported.

In the fifth chapter, the first spectroscopic measurements obtained in the laboratory with the radioactive sources of Am^{241} , Fe^{55} and Ba^{133} are shown.

The sixth and final chapter closes the thesis with the conclusions on the CdTe detection module and future perspectives.

Introduzione

L'attività di tesi da me svolta presso il laboratorio di Imaging Detectors and Low Noise Electronics Laboratory del Dipartimento di Elettronica, Informazione e Bioingegneria del Politecnico di Milano si è incentrata sullo sviluppo di un modulo di rivelazione sperimentale in CdTe per spettroscopia X ad alta energia. La seguente tesi consta di sei capitoli.

Nel primo capitolo viene offerta una descrizione generale delle nanoparticelle nell'ambito delle applicazioni biomediche. Nello specifico vengono presentate le potenzialità offerte nella visualizzazione e nella terapia di tessuti tumorali e le principali tecniche di rivelazione.

Nel secondo capitolo viene analizzato l'utilizzo di un rivelatore in CdTe all'interno di un sistema di spettroscopia K-XRF dell'oro. Vengono quindi esposte le proprietà tipiche del semiconduttore e viene eseguito un confronto con i rivelatori in Silicio ed in Germanio. In chiusura del capitolo viene posta l'attenzione sulle prestazioni ottenibili in termini di FWHM e ENC per diversi transistori di ingresso del preamplificatore di carica.

Il terzo capitolo tratta le varie fasi di progetto e di sviluppo del modulo di rivelazione in CdTe. In questo capitolo vengono descritte le considerazioni effettuate in fase di progetto del preamplificatore di carica e delle schede di Detector Board e di Power Board. Inoltre viene esposto ed illustrato il disegno della scatola meccanica esterna.

Nel capitolo successivo, il quarto, sono riportati i risultati dei test preliminari effettuati sul preamplificatore di carica a larga banda realizzato e sull'elettronica di controllo dell'uscita ad alta tensione del convertitore DC-DC. Viene poi riportata la caratterizzazione I-V del rivelatore.

Nel quinto capitolo vengono mostrate le prime misure spettroscopiche ottenute in laboratorio con le sorgenti radioattive di Am^{241} , Fe⁵⁵ e di Ba¹³³.

Il sesto e ultimo capitolo chiude la tesi con le conclusioni sul modulo di rivelazione realizzato e le prospettive future.

Capitolo 1

Il potenziale delle NP di oro per la visualizzazione e la terapia di tessuti tumorali e la tecnica di rivelazione XRF

1.1 L'impiego delle nanoparticelle d'oro nell'imaging e nella terapia del cancro

Con il termine nanoparticelle (NP) si intendono generalmente le particelle costituite da agglomerati atomici o molecolari il cui diametro è compreso fra 1 e 100 nm. Le loro dimensioni sono tali da consentirne il passaggio all'interno della singola cellula. Le nanoparticelle d'oro (gold nanoparticles, GNPs) in particolare sono di notevole interesse nell'ambito delle applicazioni biomediche ed offrono notevoli potenzialità nel campo della terapia dei tumori. I tumori solidi sono composti di cellule tumorali all'interno di uno stroma reattivo, popolato da cellule non tumorali come fibroplasti e cellule endoteliali. La relazioni tra tumore e stroma è facile da osservare attraverso un esame istologico nei tessuti, al contrario invece è difficile da visualizzare con tecniche di imaging in vivo poiché la maggior parte delle tecniche di imaging non hanno la necessaria risoluzione nella scala dei micrometri. Le nanoparticelle hanno il potenziale di agire come marcatori specifici per migliorare la risoluzione delle tecniche di imaging attualmente impiegate. Le GNPs sono biologicamente inerti e stabili ed hanno superfici facilmente modificabili per aumentarne la solubilità (in modo da facilitarne il trasporto attraverso il circolo ematico) e per migliorarne l'assorbimento da parte di cellule specifiche. Le loro superfici possono essere indirizzate passivamente o attivamente all'interno dell'organismo. Il targeting passivo sfrutta le caratteristiche uniche del microambiente tumorale, principalmente la debole vascolarizzazione, e un sistema disfunzionale linfatico che aumenta i tempi di conservazione delle particelle nei tessuti tumorali. La specificità tumorale può essere ulteriormente migliorata attraverso il targeting attivo: anticorpi attaccati alle nanoparticelle possono essere assorbiti da specifici recettori cellulari presenti sulla superficie della cellula e possono così entrarci attraverso meccanismi di endocitosi, agendo di conseguenza come marcatori di specifiche caratteristiche dei tumori e offrendosi potenzialmente come mezzo di distribuzione dei farmaci.

Un rivestimento addizionale con glicole polietilenico (PEG), citrato di sodio o eparina mitiga ogni tossicità, previene il principio di coagulazione del sangue ed aiuta ad evadere il sistema immunitario ospitante. Esse possono essere utilizzate come agenti di contrasto per l'imaging consentendo così di rilevare piccoli aggregati di cellule tumorali non visibili con i metodi attuali grazie al loro elevato numero atomico (Z).

Questa stessa proprietà può essere utilizzata per migliorare gli effetti della radio terapia a raggi X e della terapia con protoni.

La relazione tumore-stroma influenza il modo in cui le cellule tumorali assorbono agenti esterni come le nanoparticelle. Inizialmente la ricerca è stata condotta principalmente sull'imaging attraverso biomarcatori e sull'assorbimento di nanoparticelle in modelli animali in vivo. Tuttavia la sperimentazione sugli animali, sebbene utile per un fase iniziale, non ha condotto ad investigazioni meccanicistiche dettagliate. Biologi ed ingegneri tissutali sono riusciti a sviluppare modelli di tumore 3D (tumoroidi) attraverso l'uso di tessuti cellulari ingegnerizzati che imitano il microambiente di una massa tumorale solida e che offrono la possibilità di quantificare e ottimizzare l'efficienza del targeting delle nanoparticelle sotto condizioni cellulari controllate. L'introduzione dei modelli di tumore 3D rappresenta quindi un metodo di indagine più diretto ed affidabile. In questo contesto si colloca l'esigenza di un metodo di misura non distruttivo in vivo delle concentrazioni di nanoparticelle d'oro presenti all'interno dei tumoroidi spessi per valutarne e determinarne l'assorbimento di nanoparticelle. [1]

1.2 Tecnica XRF

Le tipiche concentrazioni di nanoparticelle utilizzate nella sperimentazione in modelli animali in vivo documentati in letteratura sono comprese nel range 0.7 - 6.4 mgAu/ml, tuttavia le concentrazioni attese all'interno dei tumori arrivano fino a 0.01 mgAu/ml. Per il rilevamento di tumori in stadio iniziale è dunque necessaria una tecnica sensibile a tali concentrazioni. In letteratura sono state presentate diverse soluzioni non distruttive per l'imaging delle GNPs. La tecnica micro-CT (Micro-computed tomography) è stata inizialmente utilizzata per l'imaging della distribuzione di nanoparticelle d'oro del diametro di 1.9 nm iniettate per via endovenosa nei topi. La micro-CT ha reso possibile la quantificazione di nano particelle in diverse aree tumorali all'interno dei topi; è stata dimostrata una relazione calibrata tra la radiodensità e la concentrazione di oro fino a 0.05 mgAu/ml. La sensibilità di tale tecnica risulta tuttavia inadeguata per la quantificazione delle concentrazioni di nanoparticelle in gioco all'interno dei modelli di tumore 3D in vitro. E' stato invece dimostrato che un sistema di imaging per le GNPs basato sulla tecnica L-XRF (X-ray fluorescence delle righe L dell'oro) presenta una relazione lineare tra l'intensità di fluorescienza e la concentrazione di GNPs fino a 0.005 mgAu/ml, valore perfettamente in linea con le specifiche richieste dall'applicazione [2].

La tecnica XRF mostra quindi un notevole potenziale nell'identificazione e nella quantificazione di nanoparticelle d'oro in vivo, è utile perciò una descrizione dei principi alla base di tale tecnica. Nel modello classico, l' atomo è composto da un nucleo con protoni carichi positivamente e neutroni privi di carica, circondati da elettroni raggruppati in gusci o orbitali (shell). Il guscio più interno è chiamato K-shell, allontanandosi dal nucleo si hanno via via la L-shell, la M-shell etc., come mostrato in figura 1.1. L'energia di un dato elettrone dipende dalla shell che occupa e dall'elemento a cui appartiene. Irraggiando un campione con una sorgente di raggi X di energia opportuna, gli elementi presenti emettono radiazioni di fluorescenza X caratteristiche per ogni elemento. Misurando le energie della radiazione emessa dal campione è possibile determinare quali elementi sono presenti. Il principio di interazione responsabile dell'emissione di fluorescenza X è quello dell'assorbimento fotoelettrico. Durante l'assorbimento fotoelettrico il fotone incidente subisce un'interazione con un atomo assorbitore che ne assorbe completamente l'energia.



Figura 1.1: Transizioni energetiche tra shell e le relative nomenclature.

Al suo posto viene espulso un fotoelettrone da uno dei gusci di legame (shell) dell'atomo. L'interazione avviene con l'atomo nel suo insieme e non può avvenire con un elettrone libero. L'energia posseduta dal fotoelettrone espulso è pari a:

$$E_{e^-} = hf - E_b$$

dove h è la costante di Planck, f la frequenza del fotone incidente ed E_b l'energia di legame del fotoelettrone nella shell d'origine. In aggiunta al fotoelettrone, l'interazione lascia l'atomo assorbitore ionizzato con una vacanza in una delle sue shell di legame. Questa vacanza viene colmata da un elettrone proveniente da una delle shell più esterne dell'atomo con conseguente emissione di radiazione X caratteristica della transizione energetica tra le shell coinvolte, figura 1.2.



Figura 1.2: Principio di interazione dell'assorbimento fotoelettrico con generazione di radiazione X di fluorescenza.

Il processo fotoelettrico è la modalità predominante di interazione per i raggi X ad energie tipicamente <100keV. Il processo inoltre aumenta nei materiali assorbitori con alto numero atomico come l'oro (Z = 79). La sezione d'urto fotoelettrica σ_{ph} esprime la probabilità di interazione fotoelettrica ed è funzione dell'energia del fotone E_{ph} e del numero atomico Z del materiale secondo la relazione:

$$\sigma_{ph} \propto \frac{Z^n}{E_{ph}^{3.5}}$$

dove l'esponente n assume un valore compreso tra 4 e 5 nel range energetico dei raggi X e dei raggi gamma a basse energie. In figura 1.3 sono indicati i tre meccanismi principali di interazione delle radiazioni incidenti nel mezzo (assorbimento fotoelettrico, interazione Compton e produzione di coppie elettrone-positrone), lo spazio è suddiviso nelle tre regioni di interesse in cui la probabilità della singola tipologia di interazione domina sulle altre due in base all'energia posseduta dalla radiazione incidente ed al numero atomico del materiale assorbente. [3]



Figura 1.3: I tre tipi principali di interazione X e gamma. Le linee mostrano i valori di $\mathbf{Z} \in \mathbf{hv}$ per i quali le sezioni d'urto di due interazioni adiacenti sono uguali. Riprodotto da [4].

Nella spettroscopia XRF, l'ampiezza del segnale di fluorescenza X è proporzionale alla concentrazione di un dato elemento, mentre l'energia della fluorescenza indica la composizione elementare. Nella tabella 1.1 sono riportati le emissioni di fluorescenza caratteristiche dell'oro con le relative energie di soglia necessarie alla loro generazione.

	Κα1	Κα2	Κβ1	La1	La2	L β1	Lβ2	Ly1
Energia(keV)	68.80	66.99	77.98	9.71	9.63	11.44	11.58	13.38
Energia minima ri- chiesta per la fluore- scenza (keV)	80.7	80.7	80.7	11.9	11.9	13.7	11.9	13.7
Intensità relativa	100	59	23	100	11	67	23	13

Tabella 1.1: Emissioni K-XRF e L-XRF dell'oro [X-Ray Data Booklet http:// xdb.lbl.gov].

1.3 Misure in letteratura sulle righe di fluorescenza L dell'oro con rivelatore SDD

I rivelatori SDD (Silicon Drift Detectors), inventati da E. Gatti e P. Rehak nel 1983, sono rivelatori di radiazione caratterizzati da una capacità di uscita molto ridotta (dell'ordine dei 100 fF) indipendenti dall'area attiva del dispositivo. Questa caratteristica consente al rivelatore di esibire un rumore elettronico minore rispetto ad diodo convenzionale in silicio di area e spessore equivalente. Queste caratteristiche hanno portato alla scelta del rivelatore SDD per la quantificazione di concentrazioni molto basse di GNPs mediante la tecnica L-XRF. La rilevazione delle righe di emissione L delle nanoparticelle d'oro ha dimostrato risultati notevoli per quanto riguarda la quantificazione di GNPs presenti in siti poco profondi in vivo, ex vivo o in campioni in vitro. Nel lavoro [4], il chip SDD di spessore di 450 μ m e di area di 10 mm² è stato montato in un case dedicato chiuso ermeticamente assieme ad una cella di Peltier e all'apposita elettronica di frontend dedicata. La risoluzione energetica misurata del rivelatore è risultata pari a 138 eV FWHM con un tempo di formatura di 1 μ s a 5.9keV. Il set-up sperimentale utilizzato per il sistema di misura XRF è riportato in figura 1.4. Le misure sono state ottenute con due sorgenti X diverse, la prima utilizzando raggi X da sincrotrone con energia di fascio pari a 15keV (superiore all'energia di soglia per la fluorescenza L pari a 11.9 e 13.9 keV per le fluorescenze $L\alpha/L\beta_2$ e le $L\beta_1$ rispettivamente), mentre la seconda con un generatore raggi X con anodo in molibdeno, poiché l'utilizzo del sincrotrone risulta poco pratico in vista di una futura traslazione in ambito biomedico. Sono stati preparati 10 campioni con concentrazioni comprese tra 0.001 e 1.25 mgAu/ml. La minima concentrazione di GNPs rilevabile DL (Detection Limit) misurata è risultata pari a 0.008mgAu/ml per il sistema con sincrotrone e pari a 0.005 mgAu/ml per il sistema basato su generatore di radiazione X di tipo bench-top. Le DL trovate hanno soddisfatto entrambe la minima concentrazione rilevabile richiesta clinicamente pari a 0.01 mgAu/ml. I risultati ottenuti hanno inoltre mostrato un potenziale promettente nella misurazione quantitativa delle concentrazioni di GNPs attraverso una relazione di linearità tra la concentrazione di GNP e il segnale XRF dell'oro che si estende fino al limite inferiore rappresentato dal DL. Tuttavia le DL misurate degradano rapidamente in caso di campioni in vitro più spessi in cui l'oro è localizzato più in profondità. [4]



Figura 1.4: Set-up sperimentale del sistema di misure XRF con SDD (immagine riprodotta da [4]).

1.4 Potenzialita' delle righe K dell'oro per imaging e quantificazione di tumori profondi

Per ottenere buone misure è di importanza primaria avere un buon segnale utile, ovvero emissione X intensa per gli elementi che si intende rilevare. I benefici e le alte prestazioni nella rilevazione delle GNPs ottenuti mediante spettroscopia L-XRF decrescono con l'aumentare della profondità nel mezzo all'interno del quale si trovano le nanoparticelle. Con l'aumentare dello spessore t e della densità della materia in cui sono contenute le GNPs l'intensità delle radiazioni X riemesse per effetto fotoelettrico (I₀) alle energie tipiche delle righe L subisce un'attenuazione all'interno del campione dovuta all'interazione dei fotoni con la materia prima di poter raggiungere il rivelatore secondo la legge esponenziale:

$$I(t) = I_0 \cdot e^{-\mu \cdot t}$$

dove μ è il coefficiente di attenuazione lineare e *I* l'intensità di radiazione X effettivamente trasmessa in seguito all'attraversamento del mezzo in cui sono contenute le nanoparticelle. In figura 1.5 sono rappresentati i coefficienti di attenuazione lineare tipici del tessuto adiposo, del tessuto mammario e dell'acqua al variare dell'energia di radiazione X nell'intervallo 1-100 keV. Questi tre materiali simulano delle condizioni reali di contorno in cui potrebbero trovarsi le nanoparticelle d'oro all'interno del corpo umano. Dai valori rappresentati si può riscontrare come il coefficiente di attenuazione lineare sia maggiore a basse energie X rispetto alle alte energie.



Figura 1.5: Coefficienti di attenuazione lineare tipici del tessuto adiposo, del tessuto polmonare e dell'acqua al variare dell'energia di radiazione X nell'intervallo 1-100 keV.

Utilizzando invece un sistema di spettroscopia K-XRF, quindi eccitando le righe di emissione K dell'oro, di energia maggiore rispetto alle righe L, si ottiene un rapporto tra l'intensità della radiazione X rilevabile e l'intensità di radiazione X emessa dalle righe K delle GNPs I/I_0 maggiore a parità di spessore. Nella figura 1.6 è mostrato il rapporto I/I_0 al variare dello spessore dei tre diversi materiali per la riga di emissione $L_{\alpha 2}$ e per la riga di emissione $K_{\alpha 1}$. Nella tabella 1.2 è invece riportata la percentuale di radiazione X delle righe $L\alpha_2$ e delle righe $K\alpha_1$ trasmessa rispetto all'intensità di radiazione emessa dalle GNPs a diverse profondità di tessuto adiposo, tessuto mammario e acqua. Dai dati si può riscontrare la potenzialità offerta dalla spettroscopia K-XRF rispetto alla spettroscopia L-XRF nel rilevamento di nanoparticelle già a partire da profondità dell'ordine del centimetro.



Figura 1.6: Rapporto I/Io alle energie della riga L α_2 e della riga K α_1 in funzione dello spessore di tessuto adiposo, tessuto mammario e dell'acqua.

	Κα1	La2
I / Io in seguito ad:		
attraversamento di 0.5 cm di tessuto adiposo	91.44%	17.68%
attraversamento di 0.5 cm di tessuto mammario	90.76%	8.64%
attraversamento di 0.5 cm di acqua	90.75%	5.07%
attraversamento di 1 cm di tessuto adiposo	83.61%	3.13%
attraversamento di 1 cm di tessuto mammario	82.37%	0.75%
attraversamento di 1 cm di acqua	82.36%	0.257%
attraversamento di 2 cm di tessuto adiposo	69.91%	0.098%
attraversamento di 2 cm di tessuto mammario	67.84%	0.0056%
attraversamento di 2 cm di acqua	67.83%	0.0007%

Tabella 1.2: Percentuale di radiazione X trasmessa rispetto all'intensità di radiazione X emessa dalle righe $K\alpha_1 \in L\alpha_2$ dell'oro posto a diverse profondità all'interno del tessuto adiposo, tessuto mammario e dell'acqua.

1.5 Misure in letteratura sulle righe di fluorescenza K dell'oro con rivelatore HPGe

L'utilizzo di un sistema L-XRF per la misurazione delle concentrazioni d'oro è ristretta a campioni sottili o a tumori superficiali. Per garantire un'analisi di fluorescenza delle GNPs in profondità sono necessarie energie incidenti maggiori e le radiazioni di fluorescenza devono a loro volta essere in grado di penetrare attraverso il tessuto soprastante. La tecnica K-XRF risulta essere meno influenzata dall'aumento dello spessore ed offre maggiori potenzialità nello studio di campioni biologici spessi. E' stato perciò proposto un sistema per la rilevazione delle righe K dell'oro finalizzato alla misura di concentrazioni di GNPs all'interno di campioni biologici spessi per determinarne l'assorbimento cellulare. Per indurre la fluorescenza delle righe K dell'oro è necessaria una sorgente di raggi X in grado di fornire un'energia superiore all'energia di soglia dell' assorbimento K delle nanoparticelle. Rispetto al sistema L-XRF con rivelatore SDD, in questo sviluppo è stata modificata la sorgente di raggi X con anodo in molibdeno e tensione di anodo di 50 kV con una sorgente X bench-top policromatica in tungsteno e tensione di anodo di 120kV. Inoltre è stato sostituito il rivelatore SDD di spessore 450 µm con un rivelatore HPGe (High Purity Germanium) più adatto a rivelare le energie maggiori con efficienza adatta. La scelta della sorgente X è stata fatta in modo da fornire un energia di fotone maggiore ma il più vicina possibile a 80.7 keV in modo da superare l'energia di legame degli elettroni K e massimizzare la resa della fluorescenza dell'oro. E' stata poi eseguita una serie di test per il filtraggio ottimale della radiazione X proveniente dalla sorgente in modo da garantire un compromesso tra i parametri di larghezza spettrale stretta, necessaria per minimizzare il fondo nella regione dei picchi di fluorescenza dell'oro, e l'intensità della radiazione. Sono state attenuate le energie indesiderate al di sotto della soglia di fluorescenza K dell'oro, infatti il numero di raggi X incidenti coinvolti nell'interazione fotoelettrica e che possono quindi contribuire ad un evento XRF è teoricamente determinato da:

$$I_{PE} = \sum_{E_{edge}}^{Emax} I_0(E)(1 - e^{-\sigma_{ph}(E)x})$$

dove $I_0(E)$ è il numero di raggi X incidenti di energia E e $\sigma_{ph}(E)$ è la sezione d'urto per l'effetto fotoelettrico all'energia E. E_{edge} corrisponde invece alla soglia di energia minima necessaria ad eccitare la fluorescenza delle linee K. Il rivelatore HPGe utilizzato, di spessore attivo pari a 7 mm, presentava un'efficienza di rivelazione pari al 99.7% delle K α_1 dell'oro a 68.8 keV. Il rivelatore, consistente in un cristallo singolo planare di germanio, è stato fatto operare alla temperatura dell'azoto liquido (77 K). La risoluzione energetica del rivelatore HPGe è risultata essere minore di 0.7 keV a 59.5 keV usando una sorgente di Americio-241. Nella disposizione del set-up sperimentale per la quantificazione delle nanoparticelle la distanza tra il rivelatore e il campione è stata minimizzata a 70 mm per massimizzare il rilevamento del segnale XRF emesso isotropicamente, non è stato possibile avvicinare ulteriormente per via dell'ingombro dovuto al sistema di raffreddamento. Le misure XRF sono state effettuate su campioni di GNPs a concentrazioni pari a 8mgAu/ml contenute all'interno di un range di diversi spessori di Perspex (0-15mm), in quanto il Perspex possiede proprietà di attenuazione simili al tessuto adiposo a queste energie. Dalle misure effettuate è stato riscontrato un DL (detection limit) compreso tra 0.2 e 0.6 mgAu/ml. Il DL minimo è stato raggiunto sul picco spettrale dovuto alla riga K α_1 . Aumentando lo spessore del Perspex intorno al campione a 15 mm, si è riscontrata una diminuzione dell' 80% e del 74% dell'area dei picchi spettrali corrispondenti alle righe K α_1 e K α_2 del campione di 8mgAu/ml. Misure simili sono state effettuate anche precedentemente con un sistema L-XRF basato su sincrotrone, dove tuttavia lo strato di Perspex di spessore 16 mm è stato aggiunto solamente tra il campione e il rivelatore. I valori ottenuti in questo caso hanno mostrato la riduzione dell'area di picco del 99.2% e dell'88.8% rispettivamente per le righe L α ed L β . La tecnica K-XRF è effettivamente meno affetta dalla presenza di spessori sovrapposti rispetto alla tecnica L-XRF. [5]

Capitolo 2

Analisi di un rivelatore in CdTe per spettroscopia delle righe Au K

2.1 Rivelatore in Tellururo di Cadmio, proprietà del semiconduttore e potenzialità

Il tellururo di cadmio è un semiconduttore che ha suscitato interesse fin dai primi anni '70 per via di alcune sue particolari proprietà e del suo basso costo rispetto al silicio. Tuttavia le problematiche legate al processo di produzione ne hanno limitato per lungo tempo la diffusione. Il tellururo di cadmio (CdTe) a temperatura ambiente mostra una struttura cristallografica detta sfalerite (zincblende structure), nella quale ogni atomo di un elemento si trova al centro di un tetraedro regolare, ai vertici del quale sono situati gli atomi dell'altro elemento. Il CdTe è un semiconduttore composto particolarmente interessante nel settore della spettroscopia a raggi X e gamma. In particolare, nella spettroscopia A di metalli medio-pesanti le cui emissioni delle linee K avvengono al di sopra dei 30keV, il CdTe, a parità di spessore, offre rispetto al Silicio(Si) ed al Germanio(Ge) una migliore efficienza di rivelazione ε , definita come:

 $\varepsilon = \frac{numero \ di \ fotoni \ rilevati}{numero \ di \ fotoni \ incidenti \ nel \ rivelatore}$

Questa proprietà è strettamente connessa al numero atomico Z ed alla densità del semiconduttore. La densità del tellururo di cadmio è pari a $5.85g/cm^3$ ed suoi costituenti, il Cadmio (Cd) e il Tellurio (Te), hanno numero atomico $Z_{Cd} = 48$ e $Z_{Te} = 52$ ($Z_{Si} = 14$, Z_{Ge} = 32). I coefficienti di attenuazione lineare dovuti a effetto fotoelettrico μ_{ph} dei tre diversi semiconduttori sono rappresentati in figura 2.1. In figura 2.2 è invece rappresentata l'efficienza di rivelazione ε espressa in percentuale all'energia della riga K α_1 dell'oro pari a 68.8 keV per diversi spessori.



Figura 2.1: Coefficienti di attenuazione lineare per effetto fotoelettrico al variare dell'energia X incidente nel CdTe, Ge e Si.



Figura 2.2: Efficienza di rivelazione all'energia delle righe K α 1 espresso in percentuale al variare dello spessore per CdTe, Ge e Si.

Un'altra proprietà importante del CdTe è la sua energia di bandgap E_G pari a 1.44 eV, più alta di quella del Si e del Ge ($E_{G,Si} = 1.12eV$, $E_{G,Ge} = 0.66eV$). Esplicitando la probabilità p(T) che si generi una coppia elettrone-lacuna nell'unità di tempo:

$$p(T) = CT^{\frac{3}{2}} \cdot e^{(-\frac{E_G}{2kT})}$$

dove T è la temperatura assoluta, C una costante di proporzionalità tipica del materiale e k la costante di Boltzmann, si ottiene una minore concentrazione intrinseca dei portatori mobili e quindi una minore corrente di leakage dei rivelatori in CdTe. Il tellururo di cadmio può essere infatti utilizzato per misure di raggi X e gamma a temperatura ambiente, evitando l'aggiunta di un apposito sistema dedicato al raffreddamento, necessario invece per il rivelatore in HPGe che deve essere portato alla temperatura dell'azoto liquido che costituisce in un certo senso l'estremo opposto. In questo modo è possibile realizzare sistemi più compatti e avvicinare maggiormente il rivelatore al campione aumentando così l'efficienza geometrica del sistema di spettroscopia.

2.2 Scelta della tipologia di rivelatore CdTe

Per il progetto di un sistema di spettroscopia K-XRF con rivelatore in CdTe sono state prese in considerazione tre diverse tipologie di rivelatore a singolo pixel prodotti da Acrorad Co. Il primo tipo di rivelatore è di tipo ohmico e presenta entrambi i contatti metallo-semiconduttore realizzati in platino. Gli altri due sono invece di tipo Schottky ed operano in condizioni di polarizzazione inversa. Il contatto ohmico è realizzato per entrambe le tipologie in platino al lato catodo, mentre la realizzazione della giunzione metallo-semiconduttore rettificante all'anodo è differente, in una l' elettrodo di anodo è in alluminio (Al-Schottky) mentre l'altra è in Indio (In-Schottky). Tutti e tre i tipi hanno la stessa struttura geometrica planare, il cristallo di CdTe ha base quadrata di dimensioni complessive 6.1x6.1 mm e spessore 1 mm ed è confinato all'interno dei due elettrodi di anodo e catodo. L'elettrodo di lettura del segnale è di dimensioni ridotte pari a 4x4 mm, la superficie restante del cristallo è contattata attraverso un elettrodo di "guard ring". Il guard ring riduce la parte attiva del rivelatore alle dimensioni di 4x4 mm separandola dalla zona marginale in cui si viene a creare una maggior densità di linee di campo elettrico per effetto di bordo e riduce notevolmente la corrente di leakage del rivelatore. La struttura di rivelazione è poi chiusa esternamente da un package metallico dal quale è isolata elettricamente ma accoppiata termicamente per mezzo di un supporto di allumina. Il package metallico presenta una finestra di ingresso per la radiazione di alluminio di spessore pari a $100\mu m$ posta sopra l'elettrodo di catodo. Il rivelatore ohmico e il rivelatore Al-Schottky raccolgono il segnale all'anodo, dove vengono raccolti elettroni, mentre il rivelatore di tipo In-Schottky raccoglie il segnale al catodo, dove avviene il raccoglimento delle lacune. Per maggior chiarezza la geometria del rivelatore di tipo In-Schottky su cui nel seguito ci siamo concentrati è rappresentata in figura 2.3.



Figura 2.3: Struttura del rivelatore CdTe In-Schottky.

Dai dati presenti nelle schede tecniche dei tre rivelatori è possibile effettuare un confronto tra le prestazioni offerte. Il rivelatore ohmico opera a tensioni di polarizzazione molto minori degli altri due, pari a 60V, ed ha il vantaggio di essere il più stabile nel tempo per misure a lungo termine, mentre la sua corrente di leakage è invece relativamente alta, pari a 57.03 nA a 60V.

I rivelatori Al-Schottky e In-Schottky operano a tensioni di polarizzazione inverse molto maggiori, pari a 500V e 700V rispettivamente, ma presentano una corrente di leakage molto minore del rivelatore ohmico. I valori nominali delle correnti di leakage per i due rivelatori di tipo Schottky presenti nelle schede tecniche sono riportati in tabella 2.1 per diverse tensioni di polarizzazione. Alle tensioni di polarizzazione consigliate dal produttore i rivelatori di tipo Schottky sono sovrasvuotati, la regione svuotata si estende lungo tutto lo spessore di semiconduttore del diodo Schottky pari a 1mm. In base ai dati in tabella 2.1 si è quindi scelto di utilizzare il rivelatore CdTe di tipo In-Schottky che presenta la minor corrente di leakage e offre una risoluzione migliore alle energie delle righe di fluorescenza K dell'oro.

Tensione di	Corrente di leakage pixel (nA)		Corrente di leakag	ge pixel + GR (nA)
Polarizzazione (V)	In-Schottky	Al-Schottky	In-Schottky	Al-Schottky
100	0.05	0.11	1.28	1.49
250	0.09	0.24	2.93	3.41
500	0.14	0.49	6.67	6.87
700	0.20	0.72	8.06	9.97
1000	0.28	1.20	12.04	15.28

Tabella 2.1: Valori delle correnti di leakage dei rivelatori CdTe di tipo Schottky per diverse tensioni di polarizzazione.

2.3 Ulteriori proprietà del CdTe: Processo di crescita dei cristalli di CdTe attraverso THM e ruolo del Cloro

L'aspetto più critico del CdTe è la presenza inevitabile di difetti strutturali e di impurità dovute al processo di produzione che ne alterano il comportamento. Per questo motivo dagli inizi del 1970 ad oggi c'è stata una ricerca continua che ha portato ad un notevole sviluppo delle tecniche produttive. Data l'importanza di questo aspetto, è utile fornire una descrizione del processo di produzione, chiamato THM (Traveling Heater Method), utilizzato per la crescita del cristallo di CdTe. Il THM è una tecnica a crescita verticale, un seme di CdTe monocristallino, una lega di CdTe arricchita con Tellurio (Te-rich) e un cilindro di CdTe policristallino vengono caricati all'interno di un'ampolla di quarzo. Alla lega Te-rich è aggiunto il cloruro di Cadmio (CdCl₂) per il drogaggio con Cl. L'ampolla viene poi sigillata con gas inerte, figura 2.4(a), e viene quindi riscaldata in maniera graduale a temperatura via via crescente facendo scorrere l'ampolla verso la fornace e facendola ruotare lentamente, in modo tale da fondere la lega e creando così la regione fusa, figura 2.4(b). Scorrendo l'ampolla verso la fornace si ha un aumento progressivo della temperatura all'estremità inferiore del cilindro di policristallo, la solubilità del CdTe aumenta e il policristallo di CdTe si dissolve nella regione fusa. Allo stesso tempo la temperatura del seme di monocristallo diminuisce, e il CdTe si cristallizza passando dalla regione fusa al CdTe monocristallino. Alla fine, l'intero cilindro di policristallo di CdTe è dissolto nella regione fusa Te-rich, drogato con Cl e ricristallizzato sul seme monocristallino di CdTe tramite il movimento dell'ampolla lungo tutta la sua lunghezza. [6]



Figura 2.4: A sinistra è schematizzato il processo di crescita THM (a), a destra invece il diagramma di fase del CdTe (b) (Immagine riprodotta da [6]).

In questo processo il ruolo del cloro risulta di fondamentale importanza in quanto ha diversi effetti sulle proprietà del CdTe. Il cloro, pur possedendo sette elettroni di valenza (uno in più del tellurio), in condizioni di crescita Te-rich non contribuisce ad un drogaggio di tipo n del semiconduttore ma compensa i difetti vacanza dovuti ad assenze dell'atomo di cadmio nel reticolo cristallino creando il complesso accettore (Cl_{Te}-V_{Cd})⁻¹ vicino alla banda di valenza. E' stato inoltre dimostrato sperimentalmente che anche con concentrazioni di cloro superiori alle vacanze di cadmio il semiconduttore risulta drogato di tipo p poiché il cloro in mancanza di vacanze di cadmio tende spontaneamente a creare il complesso (Cl_{Te}-Cd)⁰. Gli atomi di Cl svolgono un importante lavoro di purificazione del semiconduttore attraverso la creazioni di complessi con le impurità presenti. Il risultato di questo drogaggio è un semiconduttore debolmente drogato di tipo p e un aumento della resistività di otto ordini di grandezza, $\rho > 10^9 \Omega$ ·cm, simile alla resistività del CdTe privo di impurità. [7]

2.3.1 Raccoglimento di carica ed effetto di coda

In condizioni di polarizzazione inversa nella regione svuotata si crea un campo elettrico. Quando la zona attiva del rivelatore CdTe viene colpita da radiazione ionizzante, si generano delle coppie elettrone-lacuna all'interno della regione svuotata del diodo Schottky. Il numero di coppie N_0 prodotte dal singolo fotone incidente di energia E_f è pari a:

$$(2.0) N_0 = \frac{E_f}{E_i}$$

dove E_i indica l'energia media di ionizzazione del CdTe che vale 4.43 eV. Le coppie di carica così createsi sono separate per effetto del campo elettrico interno e si muovono verso i rispettivi elettrodi. Il moto degli elettroni e delle lacune induce così uno scorrimento corrispondente di corrente nel circuito esterno, contribuendo così di fatto entrambi alla creazione del segnale. Si consideri ora la geometria in figura 2.5, in cui si trascura la presenza della guard ring, e si assuma il rivelatore sovrasvuotato.



Figura 2.5: Sistema di riferimento per il calcolo della carica indotta del diodo Shottky.

Si applica il Teorema di Shockley-Ramo per ricavare l'impulso di corrente indotto al catodo. Il teorema afferma che la corrente indotta sull'elettrodo di lettura da una carica q è pari a:

(2.1)
$$i_c = -q \cdot \overrightarrow{E_w} \cdot \vec{v}$$

dove con E_w si indica il campo elettrico peso (weighting electric field) ottenuto ponendo l'elettrodo di lettura a potenziale elettrico unitario e l'anodo a potenziale nullo. Integrando la (2.1) si può calcolare la carica indotta sul catodo che serve a determinare l'energia depositata dalla radiazione incidente:

$$(2.2) Q_{ind} = N_0 q \cdot \Delta \varphi_w$$

Dove q è la carica dell'elettrone pari a $1.6 \times 10^{-19} Coulomb$ e $\Delta \varphi_w$ è la differenza tra il potenziale peso (weighting potential) finale e quello iniziale del moto della carica. Per la geometria considerata il potenziale $\varphi_w(x)$ in funzione della posizione risulta:

(2.3)
$$\varphi_w(x) = \frac{1}{w}x$$

Indicando con x_0 la posizione di partenza si possono perciò scrivere le cariche indotte rispettivamente dagli elettroni e dalle lacune al catodo. Nel caso ideale in cui si consideri il materiale semiconduttore puro e privo di difetti si ha:

$$(2.4) Q_h = N_0 q \frac{w - x_0}{w}$$

$$(2.5) Q_e = N_0 q \frac{x_0}{w}$$

In questo caso la raccolta di carica è completa e la carica totale indotta sul catodo è data dalla somma della (2.4) e della (2.5) e vale qN_0 . [8] Questo risultato tuttavia non è più valido nel caso reale di rivelatori di radiazione realizzati con semiconduttori composti in cui tipicamente si deve tenere conto delle perdite dovute al trapping dei portatori. Quando avvengono fenomeni di trapping per uno o entrambi i portatori di carica, la carica totale indotta all'elettrodo di segnale dipende dalla posizione di interazione del fotone. Gli effetti del trasporto di carica in un campo elettrico uniforme sono descritti dalla relazione di Hecht, in cui la carica indotta diventa dipendente dalla posizione di interazione:

(2.6)
$$Q_{Tot} = q N_0 \left\{ \frac{v_h \tau_h}{W} \left[1 - e^{\left(\frac{x_0 - W}{v_h \tau_h}\right)} \right] + \frac{v_e \tau_e}{W} \left[1 - e^{\left(-\frac{x_0}{v_e \tau_e}\right)} \right] \right\}$$

Dove v è la velocità del portatore di carica, τ è il suo tempo di vita medio e i pedici e ed *h* rappresentano rispettivamente gli elettroni e le lacune. La carica indotta per un singolo fotone incidente è ora funzione della posizione di interazione e del rapporto $v\tau/W$. Inserendo i valori di μ_e , τ_e , $\mu_h e \tau_h$ si ottiene per il CdTe:

(2.7)
$$\frac{v_e \tau_e/W}{v_h \tau_h/W} = 16.5$$

In figura 2.6 è rappresentata la carica indotta normalizzata in funzione della distanza di interazione del fotone rispetto al catodo, fissati i diversi valori del rapporto $v_e \tau_e/W$.



Figura 2.6: Carica indotta normalizzata in dipendenza della distanza dal'elettrodo di catodo anch'essa normalizzata, fissato il valore $v_e \tau_e / W$.

La variazione di carica indotta sull'elettrodo di raccolta del rivelatore causa una degradazione della risoluzione energetica. Le regioni piatte in figura appariranno come "picchi" nello spettro delle ampiezze degli impulsi, mentre le regioni inclinate appariranno come "code". [9] Nella risposta di uscita dei rivelatori CdTe sopra i 50keV si osserva la presenza di code nei picchi verso le basse energie dovute alla mancata raccolta delle lacune a causa della presenza di difetti e siti trappola all'interno del cristallo (hole tailing). Le lacune hanno infatti una mobilità inferiore di circa un ordine di grandezza rispetto al alla mobilità degli elettroni. Quando un'interazione avviene vicino al catodo, il segnale è dovuto principalmente al moto degli elettroni e dunque la perdita di carica risulta trascurabile. Spostandosi invece a più alte energie, la probabilità di interazione vicino all'anodo aumenta, le lacune devono attraversare l'intero spessore del rivelatore e di conseguenza si ha un aumento dell'effetto di hole tailing. [10] La raccolta della carica può essere significativamente migliorata con l'aumento della tensione di polarizzazione del rivelatore, ma allo stesso tempo l'aumento della tensione comporta un aumento della corrente di leakage. È necessario trovare un compromesso tra questi parametri, per cui esisterà una tensione ottimale per la quale la risoluzione energetica spettrale è migliore.

2.3.2 Effetto di Polarizzazione

Un' ulteriore problematica di cui soffrono i rivelatori CdTe di tipo Schottky è l'instabilità temporale, questi rivelatori infatti non sono stabili a temperatura ambiente e la loro capacità di raccolta di carica degrada nel tempo mostrando quello che vene chiamato effetto polarizzazione. In generale la polarizzazione, che è indotta applicando una tensione inversa al rivelatore, causa una progressiva decrescita dell'ampiezza degli impulsi in uscita. E' stato osservato inoltre sperimentalmente che l'effetto si manifesta con maggior rapidità ad alte temperatura e a basse tensioni. La polarizzazione indotta dalla tensione applicata è stata studiata nel corso degli anni e la sua origine sembra essere riconducibile alla ionizzazione dei centri accettori profondi (detrapping) presenti nel semiconduttore. Sperimentalmente si è osservato che, applicando una tensione inversa di 500V ad un rivelatore In/CdTe/Pt planare di dimensioni 10x10mm e di spessore 1mm, il campo elettrico all'interno del semiconduttore varia col tempo. Con il passare del tempo il campo si "sposta" verso l'elettrodo positivo (Indio) e dopo circa 120min esso rimane confinato in 2/3 dello spessore totale del rivelatore, figura 2.7. In accordo con la natura del materiale CdTe debolmente drogato di tipo p, il campo elettrico decresce spostandosi dall'anodo al catodo. Con l'applicazione della tensione inversa si ha un'aumento della carica negativa per effetto del detrapping delle lacune $(N_A = N_A^- + h^+)$. Come conseguenza principale, il campo elettrico diventa sempre più confinato vicino all'anodo. In accordo con la natura statistica del processo di detrapping, la carica spaziale segue un comportamento esponenziale e si può scrivere l'equazione di Poisson all'anodo come:

(2.8)
$$\frac{dE}{dx}(x=0) = -\frac{q}{\varepsilon} \left[N_A^- + \Delta N_A^- (1-e^{-t/\tau}) \right]$$

dove τ è il tempo di detrapping delle lacune, N_A^- e ΔN_A^- sono rispettivamente la concentrazione iniziale e la concentrazione incrementale di accettori ionizzati all'anodo. In conclusione la distribuzione di campo elettrico è governata dagli accettori profondi ionizzati che sono difetti nel cristallo probabilmente associati alle vacanze native di Cadmio. La corrente che fluisce tende a neutralizzare gli stati accettori con il conseguente restringimento della zona di carica spaziale che si traduce nella diminuzione dello spessore effettivo della ragione attiva del rivelatore. [11]



Figura 2.7: Profili di campo elettrico dall'anodo al catodo a tempi differenti. Il rivelatore è polarizzato a 500V. Temperatura ambiente 25°C. Riprodotta da [11].

2.4 ENC e risoluzione energetica

Per una valutazione preliminare delle prestazioni spettroscopiche ottenibili da un sistema di rivelazione X, è utile analizzare i contributi di rumore presenti nella catena di acquisizione che determinano la risoluzione energetica del sistema. L' inevitabile presenza di rumore sovrapposto al segnale è infatti causa di errore nella valutazione dell'ampiezza del segnale e conseguentemente dell'energia depositata dal fotone nel rivelatore. In questo contesto, un ruolo di primaria importanza è ricoperto dal rumore elettronico introdotto nel preamplificatore di carica del front-end analogico. In particolare risulta utile analizzare il circuito schematizzato in figura 2.8, in cui sono riportati i contributi di rumore bilateri in gioco. Il rumore serie S_V e il rumore flicker $\pi A_f/\omega$ dipendono dal transistore di ingresso del preamplificatore, così come anche il valore della capacità C_{IN} , mentre il valore del rumore parallelo S_I dipende dalla corrente di leakage del rivelatore, pari a 0.2 nA alla tensione di polarizzazione di 700V, dalla corrente di leakage del gate del transistore, dalla resistenza di polarizzazione R_{dc} e da quella di retroazione R_f (entrambe di valore 500M Ω). La capacità C_p è la capacità parassita dovuta alla connessione tra l'elettrodo di segnale del rivelatore e l'elettronica esterna. La capacità del rivelatore C_D infine è stata calcolata come:

$$C_D = \varepsilon_{CdTe} \varepsilon_0 A / W = 1.49 \, pF$$

dove ε_{CdTe} è pari a 10.38, mentre l'area A e lo spessore W sono in accordo con la geometria del rivelatore descritta precedentemente.



Figura 2.8: Modello semplificato del preamplificatore di carica, sono indicati in figura i contributi di rumore serie, parallelo e flicker.

Trasferendo il segnale e i contributi di rumore all' uscita del filtro formatore (Shaper), il rapporto segnale-rumore risulta:

$$SNR = \frac{MAX\{\frac{Q}{C_f} \mathfrak{L}^{-1}[\frac{T(s)}{s}]\}}{\{\frac{1}{2\pi} \int_{-\infty}^{+\infty} [(S_V + \frac{\pi A_f}{\omega}) \left(\frac{C_f + C_D + C_{IN}}{C_f}\right)^2 + \frac{S_I}{(\omega C_f)^2}] |T(j\omega)|^2 d\omega\}^{1/2}}$$

Si può quindi introdurre il concetto di carica equivalente di rumore (ENC) usata nell'ambito dei rivelatori di radiazione per caratterizzare il rumore dell'elettronica. Essa è definita come la carica di segnale Q che produce in uscita un rapporto segnale/rumore unitario. Si può dimostrare a partire dalla precedente espressione che l'ENC dovuto al rumore dell'elettronica assume la seguente espressione:

$$ENC^{2} = S_{V}(C_{D} + C_{f} + C_{IN})^{2}A_{1}\frac{1}{\tau} + (C_{D} + C_{f} + C_{IN})^{2}A_{2}\pi A_{f} + S_{I}A_{3}\tau$$

dove τ è il peaking time introdotto dal filtro formatore scelto, così come anche i valori delle costanti A_1 , A_2 e A_3 . [12] Si è soliti indicare il valore di ENC in numero di elettroni equivalenti, ENC_{elett} . Nell'espressione dell'ENC ottenuta si può vedere la dipendenza del contributo di rumore serie da $1/\tau$, mentre il contributo di rumore parallelo è proporzionale a τ . Aumentando il peaking time si diminuisce il contributo del rumore serie, diminuendolo invece si decresce il contributo del rumore parallelo, esiste quindi una τ ottima per cui il contributo di rumore serie uguaglia il contributo di rumore parallelo e che corrisponde alla minima *ENC* ottenibile. Tramite il valore dell'ENC si può ricavare la FWHM (Full Width at High Maximum) dovuta al solo rumore elettronico:

$$FWHM_{en} = 2.355 \cdot ENC_{elett} \cdot E_i$$

dove E_i è l'energia media di ionizzazione del CdTe ed è pari a 4.43 eV. La FWHM è definita come la larghezza della distribuzione energetica del picco ottenuto nello spettro, a metà della sua ampiezza. La risoluzione energetica, R, è infine definita come il rapporto tra la FWHM e l'energia corrispondente al centroide del picco ed è solitamente espressa in valore percentuale.

2.4.1 Transistore di ingresso e ENC ottimo

L'espressione dell'ENC descritta nel paragrafo precedente sottolinea l'importanza dello stadio d'ingresso dell'elettronica di front-end. Nello specifico, le prestazioni ottenibili da un sistema di spettroscopia X sono influenzate, oltre che dalle proprietà intrinseche del rivelatore, dalla scelta del transistore di ingresso. Nella tabella 2.3 sono elencati diversi transistori nJFet di ingresso con i relativi parametri di interesse utili per un confronto in termini di valore di ENC ottenibile. Nel grafico in figura 2.9 sono invece rappresentate le curve di ENC espresse in numero di elettroni al variare del peaking time dello shaper a valle del preamplificatore alla temperatura di 300K. Per il calcolo delle curve ENC sono stati considerati parametri dello shaper SILENA 7614 con filtraggio passa banda pseudo-gaussiano a 5 poli. In figura si può vedere come a τ basse domini il contributo di rumore serie, aumentando il valore di τ si arriva ad un punto di minimo per l'ENC, che rappresenta l' ENC ottimo ottenibile. Aumentando la τ oltre il punto di ottimo l'ENC domina invece il contributo di rumore parallelo e l'ENC aumenta.
Nome nJFet	Produttore	Cin (pF)	Gm	Af (nV^2)
IF142	INTERFET	3	3.5	127.1
SMPJ210	INTERFET	4	12.0	99040
SMPJ211	INTERFET	4	12.0	99040
MMBF5485	FAIRCHILD	5	7.0	529
MMBF5486	FAIRCHILD	5	8.0	529
MMBFJ309L	ON semic.	5	18.0	9936
MMBFJ310L	ON semic.	5	18.0	9936
PMBFJ308	NXP	6	10.0	3485
BF861C	NXP	10	30.0	90.25
BF862	NXP	10	45.0	38411
BFR31	NXP	4	4.5	14400

Tabella 2.2: transistori nJFet di ingresso con i relativi parametri di interesse per il calcolo dell'ENC dovuto all'elettronica.



Figura 2.9: Curve ENC risultanti dall'utilizzo di diversi transistori di ingresso in funzione del peaking time dello shaper semi-gaussiano.

I transistori che garantiscono un ENC più basso risultano essere il BF861C, SMPJ211, SMPJ210, BF862, MMBFJ309L e l' MMBFJ310L. Tra questi, l'MMBFJ309L e l'MMBFJ310L presentano l'ENC ottimo più basso, pari a 66.6 elettroni, mentre i transistori SMPJ211 e SMPJ210 presentano L'ENC ottimo più alto, pari a 72.5 elettroni.

2.4.2 FWHM ottenibile con i transistori selezionati per le righe K dell'oro

L'ENC dovuto al rumore elettronico non è l'unico contributo di cui si deve tener conto nel calcolo della risoluzione energetica di un sistema di spettroscopia X. Un altro contributo importante è rappresentato dal rumore statistico dovuto alla natura discreta del segnale stesso misurato. Il rumore statistico è una caratteristica intrinseca del rivelatore e rappresenta perciò un limite massimo per le prestazioni ottenibili dal sistema. La carica Q generata all'interno del rivelatore da un quanto di radiazione, non è una variabile continua ma una quantità discreta di portatori di carica. Una stima del rumore statistico può essere effettuata assumendo che la formazione di ogni portatore di carica sia un processo di Poisson. Sotto questa assunzione, indicando con N_0 la media del numero totale di portatori di carica generati, la deviazione standard risulta essere pari a $\sqrt{N_0}$. Sperimentalmente si è osservato che i processi che portano alla formazione di ciascun portatore di carica non sono indipendenti. Per questo motivo si introduce un opportuno fattore correttivo detto fattore di Fano (*F*) nel calcolo della deviazione standard che assume la forma $\sqrt{N_0F}$. [13] Tenendo conto anche del contributo di rumore statistico, la FWHM totale assume l'espressione:

$$FWHM_{tot} = 2.355\sqrt{N_0F + (ENC_{elett})^2} \cdot E_i$$

Considerando per il CdTe un fattore di Fano pari a 0.1, la FWHM ottenibile con il sistema di rilevazione basato su rivelatore In-Schottky CdTe varia da 0.79 keV (utilizzando come transistore di ingresso l' MMBFJ310L) a 0.85 keV (utilizzando come transistore di ingresso l' SMPJ211) all'energia di 59.5 keV dell'Am-41. Le FWHM potenzialmente ottenibili sono simili a quelle ottenute con il rivelatore HPGe. Le prestazioni ottenute con il rivelatore HPGe sono state valutate alla temperatura dell'azoto liquido (77 K), il rivelatore CdTe consente invece di ottenere prestazioni equiparabili a temperatura ambiente (300 K). Il modello non tiene tuttavia conto della corrente di gate dei transistori di ingresso e delle particolari proprietà intrinseche del cristallo di CdTe.

Capitolo 3

Sviluppo di un Modulo di Rilevazione in CdTe

3.1 Catena di lettura del segnale dal rivelatore

Nella figura 3.1 è rappresentato un diagramma a blocchi della catena di lettura comunemente impiegata nell'analisi spettroscopica. Il primo blocco è costituito dal rivelatore che genera una carica proporzionale all'energia del fotone X assorbito nella zona svuotata. L'impulso di corrente è raccolto dal lato p del rivelatore e trasformato poi attraverso il parallelo tra la resistenza R_f e la capacità C_f del preamplificatore di carica a basso rumore in un segnale di tensione proporzionale alla carica indotta nella forma:

$$v(t) = -\frac{Q}{C_f} e^{-t/R_f C_f} \cdot 1(t)$$

L'uscita del preamplificatore è quindi collegata ad un filtro formatore o shaper che filtra il segnale per massimizzare il rapporto segnale/rumore. Inoltre lo shaper effettua un ulteriore amplificazione per rendere il segnale adatto alla dinamica di ingresso del back-end digitale rappresentato dall'ADC che digitalizza il segnale. Le forme d'onda digitalizzate possono così essere quantificate dal Multi Channel Analyzer (MCA) in forma di canali, che corrispondono all'energia dei fotoni, e in conteggi ovvero il numero di fotoni incidenti rilevati. I dati vengono infine elaborati e visualizzati mediante l'uso del PC che chiude la catena di lettura.



Figura 3.1: Rappresentazione a blocchi della catena di lettura, il front-end analogico composto dal preamplificatore di carica e dallo shaper amplifica e filtra il segnale, il back-end digitale infine esegue la conversione e l'elaborazione del segnale ricevuto.

3.1.1 Descrizione generale del modulo di rilevazione realizzato

Il sistema sviluppato comprende l'elettronica dello stadio di ingresso del front-end analogico a monte dello shaper. Per la realizzazione del modulo di rivelazione sono state disegnate due PCB, la Power Board e la Detector Board, opportunamente posizionate e connesse tra loro all'interno di una struttura meccanica di schermatura in alluminio. La Detector Board, accoglie il rivelatore CdTe di tipo In-Schottky per mezzo di tulipani, e su di essa è realizzato il preamplificatore di carica a basso rumore. E' inoltre presente un sensore per il controllo della temperatura del rivelatore. La Power Board invece si occupa del filtraggio delle tensioni di alimentazione esterne in ingresso al modulo di rilevazione e della generazione e del controllo delle tensioni di alimentazione del preamplificatore di carica, del sensore di temperatura e del rivelatore. La Power Board oltre a fornire le tensioni di polarizzazione alla Detector Board, riceve da essa il segnale di uscita del preamplificatore e il segnale di lettura del sensore di temperatura. Il trasporto delle tensioni di polarizzazione del preamplificatore e del sensore di temperatura verso la Detector Board e del segnale di uscita del preamplificatore e di lettura del sensore di temperatura verso la Power Board sono realizzati per mezzo di un cavo piatto a 16 poli. La tensione di polarizzazione del rivelatore è invece portata separatamente alla Detector Board attraverso un cavo adatto al trasporto dell' alta tensione. Sulla Power Board sono infine presenti i connettori per gli ingressi e le uscite che realizzano l'interfaccia di comunicazione del modulo di rilevazione con l'esterno. La scatola meccanica di alluminio

chiude al suo interno le due PCB schermandole dall'esterno. La scatola meccanica è stata progettata ad hoc in modo da rispettare le specifiche dimensionali dettate dalle dimensioni delle PCB disegnate, riducendo così al minimo il volume del modulo di rilevazione.

3.2 Progetto di un amplificatore di carica a larga banda e basso rumore

Il primo stadio del front-end analogico, a valle del rivelatore, è il preamplificatore. Lo scopo principale di questo primo blocco è quello di determinare le prestazioni di rumore elettronico dell'intera catena di lettura, infatti i contributi di rumore degli stadi a valle sono ridotti in relazione alla sua amplificazione. Il progetto del preamplificatore si è basato sullo studio della classica soluzione folded-cascode, realizzata a componenti discreti con transistore di ingresso nJFET. L'architettura scelta, rappresentata in figura 3.2, [14] offre un'ampia dinamica di uscita per entrambe le polarità con tensioni di alimentazione ridotte, pari a $\pm 6V$. La scelta del JFET come transistore di ingresso rappresenta la soluzione ottimale in termini di rumore, il MOSFET presenta infatti un contributo di rumore flicker maggiore a causa della presenza di difetti nel reticolo cristallino dell'ossido tra gate e canale, mentre il BJT ha lo svantaggio di avere un contributo di rumore shot troppo grande a causa della corrente di base che risulterebbe dell'ordine dei µA e che andrebbe a sommarsi al rumore shot dovuto alla corrente di leakage del rivelatore inferiore al nA. I partitori di polarizzazione attraverso le resistenze R_1 ed R_8 e le resistenze R_7 ed R_{11} , sono dimensionati in modo da garantire una buona dinamica di uscita. La resistenza R_{12} fissa la corrente di polarizzazione del ramo di folded mentre la corrente di polarizzazione del JFET di ingresso e fissata dalla resistenza R_2 . L'impulso di corrente proveniente dal rivelatore è integrato attraverso la capacita di feedback C_3 producendo in uscita un segnale di tensione proporzionale alla carica raccolta dal rivelatore. Il valore della capacità di retroazione è stato scelto pari a 0.47pF.

L'ampiezza massima del segnale di tensione in uscita dal preamplificatore risulta essere pari a:

$$v_{out} \mid_{MAX} = -\frac{Q}{C_3}$$

Sostituendo a Q il valore della carica indotta da un fotone incidente di energia pari a 68.8 keV si ottiene un'ampiezza di tensione massima in uscita pari a 5.29 mV. Si sarebbe voluto scegliere una capacità di feedback di valore minore in modo da ottenere una tensione maggiore in uscita ma non è stato possibile in quanto per valori più bassi dominano le capacità parassite. La resistenza di feedback R_4 posta in parallelo a C_3 serve a garantire la polarizzazione dello stadio e la scarica della capacità di feedback su segnale. Il rumore termico della resistenza R_4 si somma al rumore shot dovuto alla corrente di leakage del rivelatore e insieme contribuiscono alla componente di rumore parallelo S_I . Il valore della resistenza di feedback scelto è di 500 M Ω , in questo modo il rumore termico $4kT/R_4$ è esattamente pari alla metà del rumore dovuto alla corrente di leakage del rivelatore. Si è scelto di non aumentare ulteriormente il valore di R_4 per non diminuire eccessivamente il valore limite di rate di sorgente per cui si verifica la saturazione dell'uscita del preamplificatore per effetto del pile up. La costante di tempo di scarica ($\tau_F = R_4C_3$) così ottenuta risulta quindi essere pari a 235µs, mentre il massimo rate tollerabile calcolato come:

Rate
$$|_{max} = \frac{1}{5\tau_F}$$

risulta pari a 850 Hz, valore accettabile per l'applicazione di interesse. Al nodo di guadagno ad alta impedenza del folded-cascode è stata aggiunta la capacità C_{25} da 1pF per la compensazione e la stabilità dell'anello di retroazione. I transistori bipolari utilizzati sono adatti per applicazioni a larga banda e presentano una f_T di 4 Ghz. Infine, un secondo emitter follower rappresentato da Q_4 è stato aggiunto per disaccoppiare il nodo di uscita all'emettitore di Q_3 dagli stadi successivi della catena.



Figura 3.2: Schematico del preamplificatore di carica nella configurazione folded-cascode.

3.2.1 Scelta del transistore di ingresso e calcolo della banda del preamplificatore

La scelta del transistore di ingresso è particolarmente importante in quanto fissa le prestazioni in termini di rumore del preamplificatore. Per la scelta del transistore di ingresso sono stati presi in considerazione il BF862 e l'MMBFJ310L. I parametri di interesse dei due nJFET riportati sui datasheet sono riassunti in tabella 3.1. Le trasconduttanze sono state valutate per la corrente di drain I_D pari a 10 mA. Per confrontare le prestazioni è utile scrivere l'espressione del rumore bianco equivalente serie riportato all'uscita del preamplificatore. Per le g_{mJFET} considerate, i contributi di rumore degli emitter follower, dei transistori Q₁, Q₂ e delle resistenza R₂, R₁₂ risultano trascurabili rispetto al rumore di canale del JFET. Il rumore bianco equivalente serie riportato all'uscita risulta pertanto essere:

$$S_{V_{out}} = \frac{2}{3} \frac{4kT}{g_{mJFET}} \cdot (\frac{C_D + C_{IN} + C_3}{C_3})^2$$

dove k è la costante di Boltzmann e C_D la capacità del rivelatore. Per il transistore BF862 si ottiene una $\sqrt{S_{Vout}}$ pari a 13.9 nV/\sqrt{Hz} , per il transistore MMBFJ310L $\sqrt{S_{Vout}}$ risulta compresa tra 11.6 nV/\sqrt{Hz} e 17.4 nV/\sqrt{Hz} .

	V _P (V)		I _{DSS} (mA)		g _m (mS)			((nF)
	min	Max	Min	Max	Min	typ	max	CIN(PI')
BF862	-0.3	-1.2	10	25	-	37	-	10
MMBFJ310L	-2	-6.5	24	60	8	-	18	5

Tabella 3.1: Parametri di interesse nella scelta del transistore di ingresso

L'impiego del transistore MMBFJ310L risulta tuttavia incompatibile con le specifiche di ampia dinamica di uscita richiesta alle tensioni di alimentazione $\pm 6V$. La sua tensione di pinch-off V_P è infatti compresa nell'intervallo $-2 \div -6.5 V$, mentre la corrente massima di drain I_{DSS} risulta essere compresa nell'intervallo $24 \div 60 \ mA$. Nel caso pessimo in cui il transistore MMBFJ310L presenti I_{DSS} pari a $60 \ mA$ e V_P pari a $-6.5 \ V$, la tensione di polarizzazione del gate calcolabile come:

$$V_G = V_P (1 - \sqrt{\frac{I_D}{I_{DSS}}})$$

risulta essere pari a -3.85 V limitando pesantemente la dinamica di uscita negativa del segnale. La scelta del transistore di ingresso è ricaduta quindi sul JFET BF862. Il JFET di ingresso oltre ad incidere sulle prestazioni in termini di rumore del preamplificatore, influenza anche la sua banda e quindi il rise time del segnale di uscita. Dallo studio del guadagno d'andata dell'anello di retroazione si ricava l'espressione del prodotto guada-gno-banda:

$$GBWP = g_{m_{J_1}} \cdot \frac{R_2}{R_2 + 1/g_{m_{O_1}}} \cdot \frac{1}{2\pi C_0}$$

Dove con $g_{m_{Q_1}}$ si è indicata la trasconduttanza del BJT di cascode, mentre con C_0 si è indicata la capacità totale al nodo di guadagno pari alla somma tra la capacità C_{25} e le capacità tra base e collettore dei BJT Q_1 , Q_2 e Q_3 . La capacità totale C_0 stimata al nodo

di guadagno risulta pari a 2.2 pF. La banda ad anello chiuso assume quindi la forma seguente:

$$f^* = \frac{C_3}{C_{IN} + C_D + C_3} \cdot GBWP$$

Infine si può esprimere il tempo di salita t_{rise} del segnale in uscita al preamplificatore:

$$t_{rise_{10-90\%}} = 2.2 \cdot \frac{1}{2\pi f^*}$$

che risulta essere inferiore a 5 *ns*. La risposta su segnale del circuito all'uscita dell'emitter follower rappresentato da Q_4 è stata simulata con PSpice ponendo in ingresso un generatore di impulso rettangolare di durata pari a 5ms ed ampiezza pari a 10mV in serie con una capacità di test pari a 1pF. Il segnale di uscita simulato è riportato in figura 3.3, dove si può vedere come il rise time del segnale all'emettitore di Q4 corrisponda effettivamente al valore atteso.



Figura 3.3: Simulazione PSpice della risposta su segnale del circuito all'uscita dell'emitter follower rappresentato da Q_{4} .

3.2.2 Realizzazione di uno stadio di guadagno aggiuntivo

Nel paragrafo 3.2 si è visto come alle energie di fluorescenza delle righe K dell'oro il segnale in uscita dal preamplificatore sia relativamente piccolo, pari a circa 5 mV. L' uscita del preamplificatore deve poi essere trasferita all'ingresso dello shaper esterno per mezzo di un cavo coassiale. Per rendere il segnale in uscita più immune ai disturbi nel trasporto verso lo shaper è stato quindi aggiunto uno stadio di guadagno a valle del secondo emitter follower realizzato attraverso un amplificatore operazionale in configurazione non invertente accoppiato in AC all'emettitore di Q4. In figura 3.4 è rappresentato lo schematico finale del preamplificatore. Per la scelta dell'operazionale sono stati presi in considerazione l' OPA843 e l'AD5088. La scelta è stata fatta cercando di non degradare le prestazioni di rumore e di non limitare eccessivamente la banda del preamplificatore pari a circa 80Mhz. Un altro aspetto di cui si è tenuto conto è stato inoltre il consumo di potenza. In tabella 3.2 sono riportate le caratteristiche dei due operazionali. L'AD8055 offre un minor consumo di potenza rispetto all' OPA843, inoltre risulta stabile anche quando utilizzato da buffer, al contrario dell'OPA843 che invece risulta instabile per guadagni minori di 3. L'OPA843 presenta invece il vantaggio di avere una banda più larga ben al di sopra della banda del preamplificatore anche per guadagno pari a 5.



Figura 3.4: Schematico completo del preamplificatore.

	Produttore	Max Power Supply	Quiescent Current	√Sv	√Si	-3dB Bandwidht, G=5
AD8055	Texas In- struments	± 6V	5.4 mA	6 nV/√Hz	1 pA/vHz	45 MHz
OPA843	Analog De- vices	± 6V	20.8 mA	2 nV/√Hz	3.35 pA/√Hz	260 MHz

Tabella 3.2: Caratteristiche principali di interesse dell'AD8055 e dell'OPA843.

Nel caso di guadagno pari a 5 la banda dell'AD8055 impatta invece sul tempo di salita del segnale in uscita del preamplificatore che diventa pari a circa 7.8 ns. Un simile tempo di salita tuttavia non rappresenta un problema in quanto risulta più che sufficiente per l'applicazione in esame. Resta quindi da verificare che il rumore introdotto dal nuovo stadio sia trascurabile rispetto al rumore del preamplificatore. Per semplicità di calcolo si è eseguito un confronto tra il contributo di rumore introdotto dall'operazionale e il rumore serie del JFET all'uscita dell'emitter follower realizzato da Q₄. Il rumore aggiunto dall'operazionale è calcolabile come:

$$E_n^2 = S_{V_{Opamp}} + S_{I_{Opamp}} \frac{R_{17}^2}{G^2} + 4kT(R_{16}//R_{17})$$

dove si è indicato con G il guadagno dell'AD8055. Sostituendo i valori si ha che il rapporto tra il rumore serie del JFET riportato all'uscita dell'emitter follower realizzato da $Q_4 \in E_n^2$ è maggiore di 5, e il rumore aggiunto risulta pertanto trascurabile. La scelta dell'operazionale è ricaduta quindi sull'AD8055.

La correnti di bias dell'operazionale indicati nel datasheet sono pari a $0.4 \,\mu A$ mentre la tensione di offset in ingresso è pari a $3 \,mV$. L'offset DC all'uscita dell'operazionale risulta pertanto:

$$V_{out} \mid_{DC} = (V_{OS} + I_B^+ \cdot R_6) \cdot G - I_B^- \cdot R_{17}$$

Considerando un guadagno *G* pari a 2, ottenuto con R_{16} ed R_{17} entrambe pari a 390 Ω , si ottiene una $V_{out} \mid_{DC}$ pari a 6.64*mV*.

3.2.3 Layout del preamplificatore su scheda standalone

Il preamplificatore è stato inizialmente realizzato in una prima versione *standalone*, cioè su una PCB esterna alla Detector Board. La PCB a componenti discreti è stata realizzata su 4 strati. Il lato TOP del layout è mostrato in figura 3.5.

I pad delle masse, delle alimentazioni e del segnale di uscita del preamplificatore sono stati posti alla distanza standard 2.54 mm, mentre il pad di ingresso è stato posto a distanza doppia dal pad adiacente più vicino.

Nella fase di layout si è cercato di diminuire il più possibile le lunghezze delle piste di collegamento tra il pad di ingresso e il JFET, la resistenza R_4 e la capacità C_3 in modo da ridurre al minimo le capacità parassite afferenti al nodo di ingresso, che influiscono sulle prestazioni di rumore del preamplificatore. Inoltre si è cercato di minimizzare l'area dell'anello di retroazione avvicinando il più possibile tra loro il transistore di ingresso J₁, i BJT del cascode Q_1 e dell'emitter follower Q_3 , la capacità C_3 e la resistenza di retroazione R_4 . Per soddisfare invece le specifiche di dimensione minima della PCB, sono stati scelti componenti SMD a dimensione minima di package per ogni componente, prestando attenzione alla loro massima dissipazione di potenza. Le piste che portano correnti di polarizzazione maggiore sono state allargate rispetto alle altre. Sul lato TOP è stato inoltre previsto uno spazio di apertura del piano di massa per un'eventuale rinforzo esterno della massa.

In figura 3.6 è riportato il layout di uno dei due strati interni della PCB. I due strati IN-NER sono perfettamente sovrapposti e conducono le tensioni di alimentazione del preamplificatore. Il lato BOTTOM infine è stato utilizzato come piano di massa. . Per gli strati interni, INNER1 e INNER2, e per il piano di massa si è prestata attenzione ad evitare la zona sottostante il nodo di ingresso. Le dimensioni complessive della PCB del preamplificatore *standalone* realizzato sono pari a 23 x 16.4 mm.



Figura 3.5: Layout lato TOP del preamplificatore *standalone* realizzato con Orcad.



Figura 3.6: Layout dello strato interno INNER1 del preamplificatore standalone realizzato con Orcad.

3.3 Progetto della Detector Board

La Detector Board è la scheda sulla quale è situato il rivelatore In-Schottky CdTe ed è posizionata in testa al modulo di rivelazione. Si è pensato di sviluppare due diverse versioni della scheda, la prima prevedendo l'inserimento del preamplificatore standalone esterno, mentre la seconda con il preamplificatore direttamente su scheda. La prima versione con amplificatore esterno standalone, offre maggiori possibilità in termini di intercambiabilità in quanto la scheda del preamplificatore è facilmente sostituibile. La seconda versione invece offre maggiori prestazione in termini di rumore in quanto minimizza la lunghezza delle piste di connessione tra il pin di segnale del rivelatore e l'ingresso del preamplificatore di carica. In figura 3.7 è riportato lo schematico della Detector Board con preamplificatore standalone esterno. Oltre al rivelatore e al preamplificatore, sulla Detector Board sono presenti anche il trasduttore di temperatura AD590 e i connettori per il cavo piatto a 16 poli e l'alimentazione HV del rivelatore. L'alta tensione HV pari a 700 V proveniente dalla scheda di Power Board è filtrata in prossimità dell'anodo del rivelatore. La capacità C_a, pari a 10 nF, realizza l'accoppiamento in AC su segnale del rivelatore. La guard ring è stata invece connessa a massa attraverso una resistenza da 0 Ω . Il terminale termico dell'AD590 è stato connesso al pin del case metallico del rivelatore. Il terminale positivo è connesso alla tensione di alimentazione di 5V mentre il terminale negativo è condotto all'uscita del modulo di rivelazione per la lettura della corrente per mezzo di un amperometro.



Figura 3.7: Schematico della Detector Board con preamplificatore standalone esterno

Il sensore di temperature AD590 alimentato a 5V agisce come un'alta impedenza producendo una corrente in uscita proporzionale alla temperatura assoluta. Alla temperatura ambiente di 298.2 K (25 °C), la corrente in uscita è pari a 298.2 μ A e una variazione della temperatura di 1 K produce una variazione della corrente di uscita pari a 1 μ A.

La Detector Board, come verrà mostrato in dettaglio successivamente, è posizionata in testa al modulo di rivelazione. In fase di layout si è cercato di disporre i componenti in modo da ridurre le dimensione complessive della scheda, al fine di rendere più agevole l'avvicinamento del rivelatore al campione nella spettroscopia XRF. Entrambe le versioni della Detector Board sono state disegnate su PCB a 4 strati e presentano le stesse dimensioni. In ambedue le schede i tulipani a basso profilo che accolgono il rivelatore sul lato TOP, sono collocati esattamente nelle stesse posizioni in modo da consentire l'utilizzo di entrambe le versioni con lo stesso modulo di rivelazione. Sulle schede sono inoltre presenti 4 fori passanti per viti M 2.5 per il fissaggio della scheda all'interno della scatola meccanica. I componenti e i connettori sono stati disposti sul lato BOTTOM. I punti ad alta tensione sono stati distanziati opportunamente dal resto del circuito e dal piano di massa tenendo conto della rigidità dielettrica dell'aria e della vetronite. Nella fase di layout della Detector Board con preamplificatore su scheda, i componenti del preamplificatore sono stati disposti in maniera differente rispetto al layout del preamplificatore standalone. Il layout del lato BOTTOM è riportato in figura 3.8. Come si vede in figura, si è cercato di ottimizzare lo spazio disponibile intorno al rivelatore. Anche in questo caso si è cercato di ridurre al minimo le piste di connessione tra il pin di segnale del rivelatore e i componenti C_A, R₂₁, J₁, C₃ ed R₄ in modo da limitare l'aggiungersi di capacità parassite al nodo di ingresso. Le resistenze di filtraggio delle alimentazione del preamplificatore R₁₄ ed R₁₅ sono state spostate sulla Power Board in modo da rendere utilizzare l'INNER1 unicamente come piano per l'alimentazione positiva del preamplificatore e l'INNER2 per l'alimentazione negativa provenienti dalla Power Board . Inoltre in questa seconda versione è stato pensato un possibile setup per testare il preamplificatore in assenza del rivelatore. Sono stati infatti aggiunti due tulipani maschi, uno connesso a massa e l'altro connesso al tulipano che accoglie il pin 1 del rivelatore, per consentire l'ingresso del generatore d'onda esterno. La capacità serie di test è invece inseribile sfruttando i tulipani 1 e 4 del rivelatore. Le dimensioni finali della Detector Board sono pari a 52 x 40 mm.



Figura 3.8: Layout del lato BOTTOM della *Detector Board* con preamplificatore su scheda realizzato con Orcad.

3.4 Progetto della Power Board

La *Power Board* è divisa principalmente in due sezioni funzionali. La prima sezione comprende l'elettronica di filtraggio e di regolazione delle tensioni di alimentazione del preamplificatore mentre la seconda comprende l'elettronica di generazione, filtraggio e di controllo dell'alta tensione richiesta per polarizzare il rivelatore. La connessione tra la *Detector Board* e la *Power Board* è realizzata per mezzo di un cavo piatto a 16 poli, mentre la tensione di polarizzazione del rivelatore è fornita separatamente con un cavo adatto all'alta tensione in gioco. Infine sulla *Power Board* si trova l'interfaccia di comunicazione del modulo di rilevazione con l'esterno. La *Power Board* riceve in ingresso alla morsettiera a 4 vie la massa, le alimentazioni positive +12V e +5V, e l'alimentazione negativa -12V. Nell'interfaccia è stato poi predisposto un connettore LEMO per condurre il segnale di uscita proveniente dal preamplificatore all'ingresso dello shaper esterno.

Sulla *Power Board* lungo il percorso del segnale di uscita è stato aggiunto un ulteriore operazionale AD8055 in configurazione non invertente, eventualmente bypassabile, per aumentare ulteriormente il guadagno del preamplificatore. Oltre al connettore LEMO per l'uscita del segnale, nell'interfaccia del modulo di rivelazione è presente anche un connettore per la lettura in corrente della temperatura e un ulteriore connettore LEMO utilizzabile alternativamente per il monitoraggio oppure per il controllo dell'alta tensione come verrà descritto meglio successivamente.

3.4.1 Filtraggio e regolazione delle tensioni di alimentazione del preamplificatore

Le tensioni di alimentazione del preamplificatore da $\pm 6V$ sono generate dalle alimentazioni in ingresso alla *Power Board* di $\pm 12V$ per mezzo di due emitter follower. I due emitter follower disaccoppiano il preamplificatore dall'alimentatore esterno ed operano un primo filtraggio delle tensioni di alimentazione. In figura 3.9 è riportato lo schematico dell'emitter follower per la regolazione della tensione di alimentazione di +6V. Il transistore BJT npn utilizzato è il BCX56 prodotto da NXP. Il partitore composto dalla resistenza R₁ e dal trimmer fissa la tensione di base del transistore. La tensione all'emettitore risulta quindi fissata di conseguenza. Il dimensionamento del partitore è stato fatto in modo da rendere trascurabile la corrente di base del BJT rispetto alla corrente del ramo di partitore. La tensione all'emettitore di Q₁₀ non deve eccedere il valore di +6V in quanto questa è la massima tensione di alimentazione tollerata dall'operazionale AD8055.



Figura 3.9: Schematico dell'emitter follower per la regolazione della tensione di +6V.

Questo è il motivo per cui si è scelto di utilizzare un trimmer nel partitore invece di una semplice resistenza, in questo modo è possibile aggiustare la tensione in uscita dall'emitter follower con maggior precisione senza eccedere il limite di tensione ed evitando allo stesso tempo di perdere in dinamica del preamplificatore.

3.4.2 Generazione, filtraggio e controllo della tensione HV

Per generare la tensione HV necessaria a polarizzare il rivelatore si è utilizzato il convertitore DC-DC APp086045 prodotto da ISEG che presenta un package compatto adatto ad essere utilizzato all'interno del modulo di rivelazione. Questo convertitore opera con un'alimentazione di ingresso pari a +5V ed è in grado di generare una tensione nominale massima in uscita pari a +800V. La potenza nominale del DC-DC scelto è pari a 0.5W in quanto la corrente richiesta in uscita è dell'ordine dei nA. Il convertitore offre la possibilità di regolare linearmente la tensione di uscita DC collegando opportunamente il terminale V_{SET} ad un carico resistivo o ad una tensione DC compresa tra 0 e 2.5V. Al terminale V_{SET} è stato quindi collegato un potenziometro in modo da poter regolare opportunamente l'alta tensione di uscita a 700 V. Al terminale di uscita dell'alta tensione del convertitore è stato collegato invece un passa basso RC-RC prima del rivelatore. Il package del convertitore DC-DC presenta inoltre un ulteriore terminale di ingresso $V_{ON/OFF}$ connesso internamente ad un interruttore per il controllo dell'accensione e dello spegnimento dell'uscita del DC-DC. Quando il terminale $V_{ON/OFF}$ è lasciato aperto o quando è applicato in ingresso un segnale basso (< 2.5V), il convertitore è acceso e l'uscita è pari alla tensione impostata da V_{SET} , quando invece è applicato in ingresso un segnale alto $(2.5 \le V_{ON/OFF} \le 5.5V)$, il convertitore è spento e l'uscita è pari a OV. Si è quindi implementato un sistema di controllo del convertitore DC-DC prevedendo 4 diverse situazioni operative del modulo di rivelazione. La 4 modalità sono selezionabili attraverso l' interruttore rotante MRJE3404 a 3 poli e 4 vie. Le 2 modalità di funzionamento di convertitore sempre ON e convertitore sempre OFF sono realizzate collegando semplicemente il terminale $V_{ON/OFF}$ del DC-DC rispettivamente a massa ed alla tensione di alimentazione +5V. Per le altre 2 modalità di funzionamento è stato previsto invece un sistema di controllo gestito da un timer interno al modulo di rivelazione ed un sistema di controllo gestito per mezzo di un segnale di temporizzazione esterno al modulo di rivelazione. La scelta di sviluppare un sistema di controllo temporizzato dell'accensione e

dello spegnimento dell'alta tensione fornita al rivelatore è stata fatta nell'ottica di evitare un possibile effetto di polarizzazione all'interno del rivelatore in CdTe. In figura 3.10 è rappresentato lo schematico del sistema di gestione dell'alta tensione con temporizzazione interna ed esterna. Quando si opera in modalità con trigger esterno, il timer è spento e il connettore LEMO è utilizzato come input per il segnale di onda quadra generato esternamente. Tra l'ingresso del segnale esterno e il terminale $V_{ON/OFF}$ del convertitore DC-DC è stato anteposto un inverter. L'inverter è stato aggiunto in modo che, nel caso venga configurata la modalità con trigger esterno senza che sia collegato alcun generatore di onda quadra all'ingresso del modulo di rilevazione, l'uscita del convertitore DC-DC rimanga in stato di OFF.

Nel caso in cui venga invece impostata la modalità di controllo dell'alta tensione con timer interno, il connettore LEMO è utilizzato come output per il monitoraggio del segnale di controllo del convertitore DC-DC. Il segnale di onda quadra generato dal timer deve garantire un tempo di ON del convertitore di parecchi minuti e un tempo di OFF di qualche secondo per garantire la scarica completa della tensione di polarizzazione del rivelatore. Per realizzare la forma d'onda desiderata si è utilizzato il timer ICM7555 a CMOS prodotto dalla Maxim Integrated. Il timer è stato collegato in configurazione astabile.



Figura 3.10: Schematico del sistema di gestione dell'alta tensione con temporizzazione interna ed esterna.

La tensione della capacità C_5 è riportata ai terminali di ingresso $\overline{TRIGGER}$ e *THRESHOLD* del timer. Quando la tensione supera la soglia di *THRESHOLD* pari a $2V_{cc}/3$, l'uscita del timer assume lo stato LOW e contemporaneamente viene attivata la scarica della capacità attraverso il terminale di *DISCHARGE*. Quando invece la tensione scende sotto la soglia di $\overline{TRIGGER}$ pari a $V_{cc}/3$ l'uscita del timer assume lo stato HIGH e viene disattivata la scarica della capacità attraverso il terminale di *DISCHARGE*. Per maggior chiarezza si indica con R_A la resistenza equivalente di carica:

$$R_A = R_4 + R_{POT2_{3-1}} + R_{TRIM1_{3-2}}$$

Con R_B si indica invece la resistenza tra i terminali 2 e 1 del trimmer 1 nello schematico $(R_{TRIM1_{2-1}})$ che rappresenta la resistenza equivalente di scarica. A regime la durata nominale del segnale di uscita del timer nello stato HIGH è pari a:

$$T_{HIGH} = \ln(2) \left(R_A + R_B \right) C_5$$

mentre la durata del segnale nello stato LOW è pari a:

$$T_{LOW} = \ln (2) R_B C_5$$

Con i dimensionamenti effettuati, indicati nello schematico, il potenziometro consente di variare il tempo di ON della tensione HV nell'intervallo compreso tra 19 e 28 min, mentre il trimmer1 consente di avere un tempo di OFF massimo di 11 secondi. Durante la prima accensione del timer, la capacità C_5 è inizialmente scarica e deve caricarsi fino alla tensione di soglia dell'ingresso di *THRESHOLD* pari a $2V_{cc}/3$, il tempo T_{HIGH} del primo periodo risulta quindi maggiore del 58%, come si può vedere anche nella simulazione Spice del timer in configurazione astabile riportata in figura 3.11. Per ovviare a questo problema è stato aggiunto il ramo di partizione costituito dal trimmer 2 e il diodo *D*1. Subito dopo l'accensione il diodo va in conduzione diretta e la capacità C_5 vede una resistenza equivalente pari al parallelo delle resistenze del partitore costituito dal trimmer2. La capacità si carica fino alla tensione:

$$V_{C5}^* = 5V \cdot \frac{R_{TRIM2(1-2)}}{R_{TRIM2(1-2)} + R_{TRIM2(2-3)}} - V_{D1}$$

dove con V_{D1} si è indicata la caduta di tensione in diretta del diodo. Il trimmer 2 è regolato in modo da portare la tensione della capacità qualche mV al di sotto della tensione di soglia dell'ingresso di $\overline{TRIGGER}$. Una volta raggiunta la tensione V_{C5}^* il diodo va in inversa e la carica della capacità continua con costante di tempo $\tau = C_5(R_A + R_B)$. Durante tutti i cicli seguenti il diodo rimane in inversa e il partitore non ha più alcun effetto sulla carica della capacità. L'andamento del segnale in uscita dal timer ottenuto con l'aggiunta del ramo di partizione e del diodo D1 è stato simulato con Spice ed è riportato in figura 3.12.



Figura 3.11 Simulazione Spice della tensione ai capi della capacità C_5 e dell'uscita corrispondente del timer nella configurazione astabile.



Figura 3.12: Simulazione Spice della tensione ai capi della capacità C_5 e dell'uscita corrispondente del timer in seguita all'aggiunta del ramo di partizione e del diodo.

3.4.3 Layout della Power Board

Nella fase di layout della PCB di Power Board lo spazio disponibile lungo l'asse orizzontale è stato vincolato alla massima larghezza della scheda di Detector Board pari a 53 mm. Pertanto si è cercato di rispettare tale grandezza in modo tale da non aumentare l'area superficiale della testa del modulo di rivelazione. I componenti della scheda di Power Board sono stati quindi disposti cercando di sfruttare maggiormente lo spazio lungo l'asse verticale. In fase di layout inoltre è stata aggiunta la resistenza serie R5 da 0Ω all'uscita del convertitore DC-DC ed una ulteriore morsettiera per l'alta tensione prima del filtraggio RC-RC in modo da riservarsi la possibilità di fornire l'alta tensione direttamente attraverso un generatore esterno scollegando il convertitore DC-DC. Per consentire il passaggio dell'eventuale cavo di alta tensione generata esternamente verso la morsettiera aggiunta, è stato modificato l'outline della PCB aggiungendo una piccola rientranza. Il layout della Power Board è stato realizzato su 4 strati, in figura 3.13 a sinistra è riportato il layout del lato TOP, a destra invece il layout dello strato interno IN-NER2. In corrispondenza del contatto di collettore dei transistori BJT di emitter follower BCX53 e BCX56 sono stati aperti due piani sul lato TOP per aumentare la potenza dissipabile dai due transistori. I connettori per i collegamenti della Power Board con la Detector Board sono stati disposti in alto sul lato BOTTOM in modo da ridurre le lunghezze del cavo piatto e del cavo per l'alta tensione. I connettori di interfaccia con l'esterno del modulo di rivelazione sono stati posizionati invece sul lato TOP in basso in modo da tenerli lontano dalla Detector Board posta in testa al modulo di rivelazione. La sezione di controllo digitale e di generazione dell'alta tensione attraverso il convertitore DC-DC è stata separata dalla sezione analogica di gestione delle tensioni di alimentazione e dall'uscita proveniente dal preamplificatore oltre che dal segnale di lettura della temperatura. Nel lato BOTTOM il piano di massa della sezione digitale e il piano di massa della sezione analogica sono stati disegnati in modo da avere un unico punto di connessione per evitare che le correnti di ritorno del circuito digitale scorrano nel piano di massa analogico. I punti del circuito che operano alla tensione di 700 V sono stati opportunamente distanziati dalle linee di bordo della scheda e da eventuali punti a bassa tensione per prevenire fenomeni di scarica elettrica. Il potenziometro per la regolazione dell'alta tensione in uscita è stato centrato sull'asse di simmetria verticale, mentre l'interruttore rotante 3P4T e il potenziometro per il controllo del tempo di ON dell'alta

tensione sono stati disposti in modo simmetrico rispetto ad esso. Ai quattro vertici della PCB sono presenti i quattro fori passanti dimensionati per viti M3, di cui due connessi alla massa, in modo da consentire il fissaggio della Power Board e allo stesso tempo la messa a massa dell'intera struttura meccanica. I layer interni sono stati infine utilizzati per condurre le tensioni di alimentazione di $\pm 12V$ al collettore dei rispettivi transistori degli emitter follower e per condurre poi le tensioni di alimentazione del preamplificato-re generate all'emettitore verso il connettore del cavo piatto a 16 poli. L'INNER2 è stato utilizzato inoltre anche per fornire la tensione di alimentazione di +5V. Le dimensioni finali della Power Board prodotta sono pari a 53 x 113.4 mm.



Figura 3.13: A sinistra è riportato il layout del lato TOP, a destra invece il layout dello strato interno IN-NER2 della Power Board disegnata con Orcad.

3.5 Progetto della scatola meccanica del modulo di rilevazione

Oltre alle due versione della *Detector Board* ed alla *Power Board*, è stata progettata anche una scatola meccanica per la protezione e la schermatura del modulo di rilevazione. La scatola meccanica progettata ha forma di parallelepipedo a base quadrata di lato 54 mm e altezza complessiva 198 mm. La struttura poggia su 4 barre di acciaio a base quadrata di lato 6 mm e altezza pari a 190 mm poste in corrispondenza degli spigoli delle facce laterali. Sulle superfici laterali delle barre d'acciaio sono presenti dei fori passanti filettati per viti M3 per permettere il fissaggio delle facce laterali del parallelepipedo e della scheda di *Power Board* posta all'interno della scatola meccanica. Le basi del parallelepipedo invece sono fissate con viti M3 sui fori ciechi filettati di profondità 5 mm presenti sulle basi delle barre d'acciaio. In figura 3.14 sono riportati i disegni tecnici delle barre di acciaio e delle facce laterali standard. Le facce esterne della scatola meccanica sono state realizzate in alluminio e hanno uno spessore pari a 4 mm.



Figura 3.14: Disegni tecnici con le proiezioni 2D della barra di acciaio e della faccia laterale standard .

I punti di foratura sono stati pensati in modo da utilizzare quattro barre di acciaio identiche. La superficie laterale di tipo A e la superficie laterale di tipo B della barra di acciaio presentano una sequenza di foratura differente. In questo modo sulla superficie laterale di tipo A della barra viene avvitata la faccia standard in configurazione A, mentre sulla superficie laterale di tipo B viene avvitata la faccia standard in configurazione B. Le configurazioni A e B delle facce standard sono ottenute semplicemente ruotando la faccia di 180°. E' stata inoltre eseguita la lamatura degli otto fori passanti delle facce laterali standard per la scomparsa delle viti M3 a testa svasata utilizzate. Le parti meccaniche restanti che chiudono la struttura sono riportate in figura 3.15. La quarta faccia laterale oltre alle tre facce standard è la faccia laterale di uscita. A differenza delle altre, la faccia di uscita presenta tre fori ulteriori per consentire l'uscita verso l'esterno delle aste dei potenziometri e dell'interruttore rotante. Inoltre nella parte inferiore della faccia di uscita l'alluminio è stato aperto per consentire i collegamenti con l'interfaccia della Power Board. Per quanto riguarda invece le basi quadrate che chiudono la scatola meccanica, la base superiore presenta qualche differenza rispetto a quella inferiore. Sulla base superiore infatti è presente un'apertura circolare di diametro pari a 15.2 mm per consentire l' uscita in superficie della testa del rivelatore. Inoltre la base superiore presenta quattro fori ciechi filettati profondi 3 mm sulla superfiche interna. Questi fori servono per fissare la Detector Board con viti M2.5.



Figura 3.15: Viste isomeriche della faccia laterale di uscita e delle due basi della scatola meccanica

All'interno della scatola meccanica si è pensato di aggiungere un piano parallelo alle basi della scatola in modo da separare la Detector Board dalla Power Board e migliorare la schermatura del modulo di rilevazione. Il piano separatore è fissato alle superfici laterali di due barrette d'acciaio di lunghezza pari a 53 mm, a loro volta fissate alle barre d'acciaio portanti della struttura. Il piano separatore è stato posizionato ad un'altezza adeguata in modo da garantire lo spazio necessario per il posizionamento delle schede elettroniche. Inoltre il piano è stato accorciato ai lati in modo da consentire il passaggio dei cavi di connessione tra la *Power Board* e la *Detector Board*. Oltre alle parti meccaniche sopra esposte sono state aggiunte due parti speciali aggiuntive. In particolare sono state pensate due diverse geometrie di fissaggio del modulo di rivelazione durante la spettroscopia K-XRF dei campioni di nanoparticelle. La prima fa uso di una faccia speciale laterale di spessore pari a 8 mm e di altezza pari a 220 mm. In figura 3.16 è riportata le visualizzazione 3D dell'intera scatola meccanica chiusa nella configurazione con faccia speciale laterale.



Figura 3.16: Visualizzazione 3D della scatola meccanica nelle configurazione con faccia laterale speciale.

La faccia laterale speciale è sostituita alla faccia laterale standard opposta alla faccia di uscita. I due fori aggiuntivi sono dimensionati per viti M6 e sono necessari a fissare il modulo di rilevazione ad una struttura esterna. La seconda configurazione consiste invece in una base speciale di spessore 8mm e lunghezza pari a 100 mm. La base speciale è messa in sostituzione alla base inferiore della scatola. In questo caso per conferire maggiore stabilità alla struttura sono stati aggiunti quattro fori passanti per le viti M6, due per lato. La *Detector Board* è disposta parallelamente alle due basi ed posizionata sotto la base superiore della scatola meccanica. Il lato PCB è fissata ad essa per mezzo di quattro viti M2.5. Tra la scheda e la superficie interna della base superiore sono interposti quattro distanziali in nylon di lunghezza 5 mm, in questo modo la finestra d'ingresso del case del rivelatore è allo stesso livello della superficie esterna della base superiore. La Power Board è invece disposta parallelamente alla faccia laterale di uscita ed è fissata per mezzo di 4 viti M3 alle due barre di acciaio su cui poggia la faccia laterale. In questo caso sono stati utilizzati dei distanziali in nylon di lunghezza 10 mm. L'utilizzo di distanziali di lunghezza minore in questo caso è impedita dall'ingombro dei trimmer e dei potenziometri presenti sul lato TOP della Power Board. La lunghezza dei distanziali scelta tuttavia è sufficiente ad avvicinare alla superficie di uscita i connettori di interfaccia della *Power Board* e a far sì che le aste dei potenziometri e dell'interruttore rotante fuoriescano dai rispettivi fori. La scatola meccanica è stata infine rivestita con isolante kapton nei punti critici vicini ai punti ad alta tensione delle schede. In figura 3.17 e 3.18 sono riportate due diverse visualizzazioni 3D dell'intero modulo di rilevazione.



Figura 3.17: Visualizzazione 3D dell'intero modulo di rilevazione, vista laterale con faccia aperta.



Figura 3.18: Visualizzazione 3D dell'intero modulo di rilevazione, vista lato faccia di uscita con scatola chiusa.

Capitolo 4

Misure Preliminari del Modulo di Rivelazione Progettato

4.1 Test del preamplificatore di carica standalone

I primi test preliminari sono stati fatti sulla scheda del preamplificatore di carica di tipo *standalone*. La configurazione a sei pin della preamplificatore di carica *standalone* è una configurazione standard per i preamplificatori realizzati all'interno del laboratorio del Politecnico di Milano. La scheda è stata quindi inserita all'interno di un'apposita scatola di alluminio chiusa per il test. La scatola di test presenta tre ingressi BNC, due per le a-limentazioni del preamplificatore di carica pari a $\pm 6V$ e uno per il segnale di ingresso, e un'uscita BNC per il segnale di uscita del preamplificatore. Il setup utilizzato per il test è schematizzato in figura 4.1. In ingresso è stato generato un impulso rettangolare di tensione a cui è stata posta in serie una capacità di valore nominale pari a 1pF in modo da simulare il segnale generato dal rivelatore. Per generare l'impulso rettangolare di tensione è stato utilizzato il generatore d'onda Agilent 33250A. La durata dell' impulso è stata scelta pari a 5ms in modo da risultare molto maggiore del tempo di scarica del segnale in uscita inferiore a 500 μ s. I valori nominali della capacità e della resistenza di retroazione sono pari rispettivamente a 0.47pF e $500M\Omega$, mentre il guadagno introdotto dall'AD8055 è pari 2.



Figura 4.1: Setup per il testing del preamplificatore di carica di tipo standalone.

Inizialmente è stato fatto un primo test DC collegando in ingresso le sole alimentazioni da $\pm 6V$. Le cadute di tensione DC misurate sulle resistenze R₁₃ ed R₁₄ sono pari rispettivamente a 131 mV e 236 mV. La corrente fornita dall'alimentazione positiva risulta pari a 23.6 mA mentre la corrente assorbita dall'alimentazione negativa è pari a 13.1 mA. Successivamente è stato quindi collegato in ingresso il generatore di segnale per effettuare un test della linearità del preamplificatore di carica. Nel caso reale di un fotone incidente nel rivelatore di energia E_f , l'ampiezza di picco nominale del segnale in uscita è pari a:

$$A_{out} \mid_{picco} = -q \frac{E_f}{E_i} \frac{1}{C_f} G$$

Nel caso in esame invece l'ampiezza di picco del segnale in uscita è calcolabile come:

$$A_{out} \big|_{picco} = -A_{in} \frac{C_T}{C_f} G$$

dove A_{in} è l'ampiezza dell'impulso rettangolare in ingresso. L'uscita della scatola di test è stata collegata con l'ingresso dell'oscilloscopio Tektronix TDS540D. Il test di linearità è stato eseguito misurando l'ampiezza di picco dell'uscita mediata su 64 acquisizioni al variare dell' ampiezza del segnale di ingresso da 0.01 a 1.4V. Il test è stato eseguito posizionando il trigger prima sul fronte di salita e poi sul fronte di discesa del segnale di ingresso in modo da valutare la linearità del preamplificatore di carica sia sulla dinamica di uscita negativa che su quella positiva. I valori misurati durante il test di linearità del preamplificatore sono stati rappresentati su un grafico cartesiano, riportato in fig. 4.2 insieme ai relativi scarti differenziali.



Figura 4.2: In alto sono rappresentate le misure dell'ampiezza del segnale di uscita al variare dell'ampiezza dell'impulso in ingresso al preamplificatore *standalone*. In basso sono riportati gli scarti differenziali corrispondenti ai valori fittati.

Nel grafico è rappresentata anche la regressione lineare delle misure raccolte sia per riguarda la dinamica d'uscita positiva che per la dinamica negativa. La regressione lineare è stata fatta sui primi sette punti per ampiezze di ingresso comprese tra 0.01 e 0.4 V in quanto nel caso reale di interesse le ampiezze di uscita stimate sono dell'ordine della decina di mV. Dalle misure effettuate il guadagno totale (G_{Tot}) del preamplificatore di carica *standalone* risulta essere in modulo pari a 3.6. Supponendo il guadagno introdotto dall'AD8055, la capacità di test e la resistenza di retroazione pari ai loro valori nominali, è possibile calcolare la capacità effettiva di retroazione:

$$C_f = \frac{C_T G}{\left| G_{tot} \right|}$$

Il valore effettivo di C_f risulta pari a 0.56*pF*, maggiore del valore nominale a causa delle capacità parassite. La dinamica di uscita del preamplificatore di carica è simmetrica in quanto compresa tra -4.2V e +4.1V. La dinamica di uscita è limitata dall'AD8055. Sul datasheet dell'AD8055 la dinamica di uscita indicata è pari a $\pm 3.1V$ quando è alimentato con tensioni di $\pm 5V$. Durante il test di linearità sono state inoltre misurati anche i tempi di salita (RT) e di discesa (FT) del segnale di uscita. Le misure dei RT sono riportati nel grafico in figura 4.3, mentre i FT sono riportati in figura 4.4.



Figura 4.3: Rise time del segnale di uscita al variare dell'ampiezza del segnale di ingresso



Figura 4.4: Fall time del segnale di uscita al variare dell'ampiezza del segnale di ingresso.

I rise time dei segnali di uscita misurati hanno un andamento simile e costante su entrambe le dinamiche di uscita per segnali di ingresso di ampiezza inferiore a 0.4V, per ampiezze di ingresso maggiori invece i tempi di rise time dell'uscita negativa tendono ad aumentare leggermente. Il tempo medio di rise time misurato è pari a 7.9*ns* superiore ai 5ns previsti. L'aumento del tempo di rise time misurato è attribuibile al generatore d'onda utilizzato per i test. La banda del generatore d'onda è infatti di 80MHz e coincide perciò con la banda del preamplificatore di carica. Per quanto riguarda il fall time invece, il tempo medio misurato risulta essere pari a $308\mu s$. Il fall time è il risultato dell'interazione tra il polo introdotto dal ramo di retroazione e il polo introdotto dal passa alto in ingresso all'AD8055. I due poli introdotti a basse frequenze sono coincidenti.

4.1.1 Test del preamplificatore di carica direttamente su scheda di Detector Board

Per effettuare il test del preamplificatore disegnato direttamente su scheda, la Detector Board e la Power Board sono state connesse per mezzo del cavo piatto a 16 poli. Per effettuare il test, in ingresso alla Power Board sono state collegate solo le tensioni di alimentazione da ±12V, fornite con l'alimentatore ISO-TECH IPS3202 . La sezione di controllo dell'alta tensione è stata invece mantenuta spenta. Le tensioni di emettitore degli emitter follower sono state regolate per mezzo degli appositi trimmer a $\pm 6V$. Le cadute di tensione DC misurate sulle resistenze R₁₃ ed R₁₄ sono pari rispettivamente a 0.13V e 0.23V. La corrente DC fornita dall'alimentazione positiva al preamplificatore risulta pari a 23 mA mentre la corrente assorbita dall'alimentazione negativa del preamplificatore è pari a 13 mA. Il guadagno nominale introdotto dall'AD8055 del preamplificatore (G) in questo caso è pari a 4.7, mentre il secondo AD8055 presente sulla scheda di Power Board è stato bypassato. Il segnale d'ingresso è stato collegato tramite i tulipani maschi previsti per la Detector Board con preamplificatore su scheda. La capacità di test, prima di essere inserita nei tulipani 1 e 4 del rivelatore, è stata misurata col capacimetro KEITHLEY 3321. La capacità è stata misurata per segnali di tensione in ingresso di 50 mV e di 1V con frequenze di 120Hz e 1 kHz. In tutti e 4 i casi la capacità è risultata essere pari al suo valore nominale di 1pF. L'oscilloscopio e il generatore d'onda utilizzati per i test sono gli stessi utilizzati nel test del preamplificatore standalone. Le schede di Power Board e Detector Board durante le misure non sono state chiuse all'interno della scatola meccanica. In questo caso le misure delle ampiezze del segnale di uscita sono state fatte per mezzo di una sonda di impedenza 10 MΩ collegata

all'ingresso dell'oscilloscopio. La sonda è stata inserita all'uscita LEMO della Power Board per misurare il segnale d'uscita del preamplificatore. Anche in questo caso sono state misurate entrambe le dinamiche di uscita. Successivamente la sonda è stata inserita nel test point presente all'uscita del secondo emitter follower del preamplificatore prima dell'AD8055, per poter valutare con maggior precisione la capacità effettiva di retroazione. All'uscita dell'emitter follower è stata misurata la sola dinamica d'uscita negativa. Le ampiezze misurate in uscita nei due punti di uscita al variare dell'ampiezza dell'impulso in ingresso sono riportate in alto in figura 4.5. Anche in questo caso si è applicato un fitting lineare sui punti trovati. In basso in figure 4.5 sono invece riportati gli scarti relativi all'uscita LEMO dei punti utilizzati per il fitting.



Figura 4.5: In alto sono rappresentate le ampiezze di uscita misurate all'uscita LEMO e all'uscita del secondo emitter follower (Q4) al variare dell'ampiezza dell'impulso in ingresso. In basso sono invece riportati gli scarti differenziali dei punti misurati all'uscita LEMO rispetto alla retta di fitting.

Il guadagno all'uscita dell'emitter follower è pari a 1.82, di conseguenza il valore della capacità effettiva di retroazione risulta essere pari a $0.55 \ pF$ valore molto vicino a quello calcolato nel caso del preamplificatore *standalone*. Per quanto riguarda il guadagno totale all'uscita LEMO della *Power Board*, il valore misurato è pari a 9.24. La dinamica di uscita in questo caso è maggiore rispetto alle misure effettuate sul preamplificatore *standalone* e risulta essere compresa tra -4.9V e +4.8V. Le misure dei tempi di fall time all'uscita LEMO sono simili a quelli misurati durante il test del preamplificatore *standalone*, mentre le misure dei rise time sono riportate in figura 4.6. In questo caso il tempo medio di rise time è pari a 8.7 *ns*.



Figura 4.6: Misure del rise time del segnale all'uscita LEMO della *Power Board* al variare dell'ampiezza del segnale di ingresso

L'aumento del tempo di rise time è dovuto al diverso guadagno dell'AD8055 rispetto al preamplificatore *standalone*. La banda del preamplificatore risulta ora limitata dall'operazionale. Il valore della banda riportato sul datasheet dell'AD8055 con guadagno pari a 5 è infatti pari a 45 *MHz*.

4.2 Test del convertitore DC-DC e dell'elettronica di controllo digitale

Per effettuare i test dell'uscita HV del convertitore DC-DC, la *Power Board* è stata alimentata con la tensione di ingresso di +5V. L'interruttore MRJE3404 è stato inizialmente impostato in posizione 3, corrispondente alla modalità sempre ON dell'uscita HV. La tensione al terminale di ingresso V_{SET} del convertitore è stata regolata attraverso l'apposito potenziometro da 100 $k\Omega$ connesso al terminale. L'uscita HV del convertitore è stata quindi valutata per diverse tensioni V_{SET} di ingresso. Le misure della tensione V_{SET} e della tensione di uscita HV sono state fatte per mezzo di un tester e sono riportate in alto nel grafico in figura 4.7. Sui valori misurati è stato inoltre applicato un fitting lineare. In figura 4.7 in basso sono riportati gli scarti differenziali dei valori misurati in uscita rispetto alla retta di fitting. Come atteso l'uscita HV varia linearmente con la tensione V_{SET} lungo tutta la dinamica di uscita.



Figura 4.7: Misure del test di linearità del convertitore DC-DC, in alto sono riportati i valori misurati in uscita in funzione della Vset di ingresso e la relativa retta di fitting. In basso sono riportati invece gli scarti differenziali corrispondenti delle tensioni misurate in uscita.

Dopo aver verificato la linearità del convertitore DC-DC in modalità sempre ON, l'interruttore MRJE3404 è stato quindi impostato in posizione 4, corrispondente alla modalità di controllo per mezzo di timer interno. L'uscita LEMO della *Power Board*, dedicata al monitoraggio del segnale di controllo, è stata collegata all'ingresso dell'oscilloscopio per verificare in un primo momento il funzionamento del circuito di temporizzazione interno del modulo di rivelazione. Sono state quindi effettuate più misure dei tempi T_{Low} e T_{High} dell'onda quadra generata in uscita dell'inverter variando i
valori delle resistenze R_A ed R_B . Ai valori misurati è stato poi applicato un fitting lineare ai minimi quadrati. I risultati delle misure sono rappresentati nei grafici in figura 4.8. Come atteso, l'andamento dei tempi T_{Low} e T_{High} varia linearmente con la resistenze di carica e di scarica. Nel caso ideale il rapporto (K) tra i tempi T_{Low} e T_{High} e le relative resistenze di carica e di scarica è identico e risulta:

(4.1)
$$K = \frac{T_{Low}}{R_A + R_B} = \frac{T_{High}}{R_B} = \ln (2)C_5$$

I coefficienti angolari delle due rette di fitting trovate, $K_H \ e \ K_L$, risultano invece diverse tra loro e valgono rispettivamente 148.5 μF e 136.2 μF . La relazione (4.1) è infatti valida solo nel caso in cui le tensioni di soglia dell'ingresso di *THRESHOLD* (V_{TH}) e dell'ingresso di $\overline{TRIGGER}$ (V_{TR}) del timer ICM7555 siano rispettivamente pari a 3.33V e 1.67V. Nel caso generale i coefficienti sono esprimibili come:

(4.2)
$$K_H = \ln\left(\frac{V_{TH}}{V_{TR}}\right) \cdot C_5$$

(4.3)
$$K_L = \ln \left(\frac{V_{cc} - V_{TR}}{V_{cc} - V_{TH}} \right)$$

La tensione effettiva V_{TH} misurata col tester si è rivelata pari a 3.2 V, mentre la tensione V_{TR} è stata ricavata iterativamente mediante le (4.2) e la (4.3). Il valore trovato è pari a 1.6 V. La capacità C_5 risulta infine pari a 215 μ F, inferiore del 35% rispetto al valore nominale pari a 330 μ F.



Figura 4.8: A sinistra sono riportate le misure dei tempi T_{High} al variare della resistenza di scarica R_B , mentre a destra le misure dei tempi T_{Low} al variare della resistenza di carica $(R_A + R_B)$.

Il valore della capacità è più basso del valore atteso, la tolleranza dichiarata della capacità è infatti pari a $\pm 20\%$. A causa del basso valore di C_5 , il tempo massimo ottenibile di uscita del convertitore in stato di ON all'interno di ogni periodo, pari cioè al massimo valore T_{Low} ottenibile, è pari a circa 15 *min*. In ogni caso è possibile aumentare la durata del tempo di ON dell'uscita semplicemente aggiungendo un'ulteriore capacità in parallelo a C_5 .

Una volta testato il funzionamento del circuito di timing interno, si è quindi passati alla valutazione del rise time e del fall time dell'uscita del convertitore DC-DC nella configurazione gestita con timer interno. Il setup utilizzato per le misure è riportato in figura 4.9. La resistenza R_3 della rete di filtraggio RC-RC da 4.7 $M\Omega$ all'uscita del convertitore è stata sostituita con una resistenza di valore più piccolo, pari a 1.49 $M\Omega$, ed è stata connessa a massa in modo da realizzare un partitore di tensione. I valori di R_1 , C_3 e C_4 , rispettivamente pari a 4.7 $M\Omega$, 47 nF e 1 nF non sono stati invece modificati. Prendendo l'uscita al nodo di partizione è possibile valutare l'intera dinamica di uscita del convertitore DC-DC senza superare la soglia di massima tensione tollerabile in ingresso dall'oscilloscopio, pari a 300V. L'attenuazione introdotta dal partitore risulta pari al 76%.



Figura 4.9: Setup utilizzato per effettuare le misure dell'uscita del convertitore DC-DC.

I tempi di rise e di fall del segnale al nodo di partizione sono stati valutati per le tensioni di uscita del convertitore di 160, 300, 500 e 730 V. In figura 4.10 sono riportate le forme d'onda durante la fase di salita e di discesa. Le ampiezze rappresentate sono state

normalizzate rispetto all'ampiezza massima misurata. Le misure ottenute sono invece riportate nel grafico in figura 4.11.



Figura 4.10: A sinistra sono raffigurate le forme d'onda normalizzate rispetto all'ampiezza massima durante la discesa del segnale, a destra invece raffigurate le forme d'onda normalizzate rispetto all'ampiezza massima durante la salita del segnale.



Figura 4.11: Misure effettuate dei tempi di discesa e dei tempi di salita per diverse tensioni di uscita del DC-DC.

I tempi di rise e di fall sono diversi tra loro e non dipendono dalla carica e dalla scarica della capacità di filtraggio (C_3+C_4) ma dall'elettronica interna al DC-DC. I tempi di salita del segnale di uscita si mantengono pressoché costanti al variare della tensione, mentre i tempi di discesa tendono a diminuire per tensioni di uscita maggiori. Il tempo di discesa risulta maggiore in quanto, quando il convertitore va in OFF, l'uscita del convertitore diventa un' alta impedenza.

Come ulteriore analisi del tempo di fall del DC-DC, sono state effettuate due misure aggiuntive modificando il setup di test. Nel primo caso l'uscita HV è stata prelevata nello stesso punto del circuito, staccando però le capacità di filtraggio e la resistenza $R_{3.}$ L'uscita è stata condotta all'ingresso dell'oscilloscopio sempre per mezzo della sonda di impedenza 10 MΩ. L'uscita del DC-DC è stata impostata a 160 V in modo da non danneggiare l'oscilloscopio. Il fall time misurato in questo caso è stato pari a 1s. Nel secondo setup invece è stata rimossa anche la resistenza R_1 e l'uscita del DC-DC è stata collegata direttamente per mezzo della sonda all'oscilloscopio. In questo caso il fall time misurato è stato pari a 0.8s. Il fatto che i tempi di fall misurati siano diversi variando il carico connesso all'uscita del convertitore conferma il fatto che l'uscita del convertitore vada ad alta impedenza in stato di OFF. Mettendo a sistema i due valori ottenuti si ottiene una resistenza equivalente di uscita del DC-DC pari a 19.5 MΩ durante la fase di OFF, mentre la capacità in uscita al DC-DC risulta pari a 54.7 nF.

4.3 Misura I-V del rivelatore Cdte ti tipo In-Schottky

Prima di inserire il rivelatore in CdTe negli appositi tulipani predisposti sulla *Detector Board*, sono state effettuate delle misure preliminari della caratteristica I-V del rivelatore. Il rivelatore è stato polarizzato inversamente applicando diverse tensioni. Il pin di ingresso dell'alta tensione del rivelatore è stato collegato all'uscita dell'alimentatore EU-TRON HPE 2377A. Il pin di segnale e il pin di guard ring sono stati invece connessi rispettivamente agli ingressi degli elettrometri KEITHLEY 617 e 6517A per la lettura delle correnti di leakage. Il setup utilizzato è schematizzato in figura 4.12.



Figura 4.12: Schema del setup utilizzato per la caratterizzazione I-V del rivelatore.

Le correnti di leakage provenienti dal pixel e dal guard ring sono state misurate per diversi valori di tensione alzando in maniera graduale la tensione di polarizzazione. Durante tutto il periodo della misura la tensione applicata è stata monitorata con un tester. In figura 4.13 sono riportati i valori misurati della corrente di leakage del pin di pixel e del pin di guard ring. L'andamento al variare della tensione delle correnti misurate è in linea con i dati forniti dal produttore , riportati in tabella 2.1 all'interno del capitolo 2. Alla tensione di interresse di 700V la corrente misurata risulta essere pari a 0.17 nA.



Figura 4.13: valori misurati e andamento delle correnti di leakage del pin di pixel e del pin di guard ring in funzione della tensione di polarizzazione inversa applicata.

Capitolo 5

Misure Spettroscopiche

5.1 Acquisizione degli spettri energetici dell'Am-241 per diverse τ di shaping

Dopo aver posizionato le schede di Power Board e di Detector Board all'interno della scatola meccanica, si è passati ad una prima caratterizzazione del modulo realizzato mediante alcune misure spettroscopiche. Per poter monitorare la tensione effettiva di polarizzazione del rivelatore, è stata aperta una faccia laterale della scatola meccanica. La tensione di polarizzazione è stata quindi prelevata da un punto comodo e condotta per mezzo di un cavo di alta tensione alla sonda Testec TT-HVP40 collegata all'ingresso di un tester esterno. Il modulo di rilevazione è stato impostato in modalità sempre ON e la tensione di polarizzazione è stata quindi collegata all'ingresso dello shaper seguito dall'analizzatore multicanale Amptek MCA 8000A a 13 bit. Lo shaper impiegato per la formatura dei segnali in uscita al preamplificatore è il SILENA 7614 (filtro pseudosemigaussiano a 5 poli). Il rivelatore in CdTe è stato quindi irraggiato da una sorgente radioattiva di Am²⁴¹.

Una prima caratterizzazione è stata fatta acquisendo gli spettri per diversi valori della τ di shaping. Al termine di ogni acquisizione la tensione di polarizzazione del rivelatore è stata abbassata a 0V e riportata nuovamente a 700V in modo da evitare eventuali effetti

di polarizzazione. Tutte le acquisizioni inoltre sono state eseguite 150 secondi dopo la fase di regolazione della tensione HV a 700V.

In figura 5.1 è riportato lo spettro ottenuto con guadagno dello shaper pari a 200 e tempo di formatura pari a 1 μ s. Nello spettro oltre ai cinque picchi di emissione caratteristici dell'americio sono presenti anche due picchi aggiuntivi dovuti alla fuga delle emissioni di fluorescenza K_{α} del Tellurio e del Cadmio pari rispettivamente a 32.15*keV* e 36.45*keV*.



Figura 5.1: Spettro acquisito della sorgente di Am²⁴¹ alla tensione di polarizzazione di 700V e con una τ di shaping pari a 1 μs .

La calibrazione dello spettro è stata effettuata applicando un fit parabolico ai minimi quadrati sui picchi di emissione dell'Am²⁴¹.

In tabella 5.1 sono riportate le energie caratteristiche emesse dell'Am²⁴¹ e i relativi centroidi espressi in numero di canale trovati applicando il fitting. I dati presenti in tabella sono rappresentati in figura 5.2 in alto con la relativa retta di calibrazione, in basso invece sono rappresentati gli scarti differenziali.

	Lα Np	$L_{\beta} Np$	L _Y Np	Υ_1 Am-241	Υ ₃ Am-241
E [keV]	13.9	17.8	20.8	26.35	59.45
E [Ch]	1257.6	1577.6	1875.1	2369.8	5349.9

Tabella 5.1: Energie caratteristiche dell'Am²⁴¹ con i rispettivi centroidi ottenuti col fitting parabolico dello spettro.



Figura 5.2: In alto sono rappresentati i canali dei centroidi corrispondenti alle energie di picco dello spettro ottenuti con il fitting parabolico e la relativa retta di calibrazione $y = 9.01 \cdot 10^{-2}x - 5.84$. In basso sono invece rappresentati gli scarti differenziali.

In tabella 5.2 sono invece riportate le misure delle FWHM ottenute sul picco di emissione a 59.45*keV* dell' Am^{241} alle diverse τ di shaping. In tabella sono riportati inoltre i valori ricavati della ENC corrispondente.

	τ_{Sh} = 0.25 µs	τ_{Sh} = 0.5 μ s	τ_{sh} = 1 μs	$\tau_{Sh} = 2\mu s$	τ_{Sh} = 3µs	τ_{Sh} = 6µs
FWHM [keV]	3.51	3.17	2.29	2.35	2.54	3.23
ENC elettroni	334.6	301.2	216.4	222.2	240.5	307.4

Tabella 5.2: Valori misurati di FWHM ed ENC per diverse τ di shaping.

La FWHM minima pari a 2.29 *keV* è stata ottenuta con una τ di shaping pari a 1 μ s. Tale valore risulta superiore alla FWHM attesa pari a 1.1 *keV*, calcolata attraverso il modello descritto nel capitolo 2, tenendo conto dei contributi di rumore aggiuntivi dovuti alla corrente di gate del transistore di ingresso BF862 pari a 0.367*nA* ed alle capacità parassite introdotte al nodo di ingresso del preamplificatore pari a circa 2*pF*. Eseguendo il fitting ai minimi quadrati dei valori di ENC con una funzione del tipo $y = A \cdot \frac{1}{\tau} + B + C \cdot \tau$, è possibile stimare i tre contributi di rumore. I valori di ENC e la relativa curva di fitting sono rappresentati in figura 5.3. I valori stimati della corrente totale di leakage I_L , della capacità totale al nodo di ingresso del preamplificatore C_T e del coefficiente di rumore flicker A_f risultano rispettivamente pari a 1nA, 63pF e a $18831 nV^2$. Il valore di I_L stimato è confrontabile con il valore atteso pari a 0.77nA. Per quanto riguarda invece C_T e A_f i valori stimati si discostano maggiormente dai valori attesi pari a 14.6pF e $34750 nV^2$. Dal grafico in figura 5.3 si osserva un andamento diverso dal tipo $1/\tau$ previsto dal modello. I valori di ENC misurati per tempi di shaping inferiori a $1\mu s$ si discostano dalla curva di fitting e non sono attribuibili al solo contributo di rumore serie. Di conseguenza i valori di C_T e A_f così stimati non sono affidabili. In futuro si rende necessaria un' indagine ulteriore dei contributi di rumore in gioco e una revisione del modello che tenga conto dell'andamento osservato sperimentalmente.



Figura 5.3: Andamento dei valori di ENC misurati in funzione della tempo di shaping e la relativa curva di fitting ai minimi quadrati.

5.1.2 Analisi della stabilità temporale e acquisizioni spettrali per diverse tensioni di polarizzazione del rivelatore

Ulteriori misure spettroscopiche sono state eseguite per valutare la stabilità nel tempo del rivelatore CdTe e per confrontare le prestazioni ottenibili per diverse tensioni di polarizzazione. Inizialmente sono state effettuate più acquisizioni spettrali consecutive dell' Am^{241} in modo da valutare l'evoluzione temporale degli spettri. Il setup utilizzato per le misure è lo stesso descritto nel paragrafo precedente. Il primo spettro è stato acquisito a distanza di 5 minuti dall'accensione del modulo di rivelazione ed ogni acquisizione successiva è stata eseguita a distanza di 10 minuti dal termine dell'acquisizione precedente. Sono state quindi eseguite in totale 8 acquisizioni in modo da coprire un intervallo temporale complessivo di 91 minuti. In figura 5.4 sono mostrati i picchi a 59.45*keV* degli spettri ottenuti dopo un tempo pari rispettivamente a 5, 53 e 89 minuti. Da uno prima osservazione qualitativa degli spettri ottenuti si è notato un lieve allargamento della coda con il passare del tempo.



Figura 5.4: Acquisizioni spettrali del picco a 59.45keV in tre diversi istanti temporali dall'accensione del modulo di rivelazione.

Per avere una stima quantitativa dell'effetto di allargamento della coda in funzione del tempo è stato applicato un fitting ai minimi quadrati con la curva di equazione:

$$y = \frac{A}{2\tau} e^{\left(\frac{x-x_0}{\tau} + \frac{\sigma^2}{2\tau^2}\right)} \cdot erfc\left(\frac{1}{\sqrt{2}}\left(\frac{x-x_0}{\sigma} + \frac{\sigma}{\tau}\right)\right)$$

dove A è l'area del picco, $(x - x_0)$ è la distanza dall'energia corrispondente al picco, σ è la deviazione standard della Gaussiana e τ è il parametro che tiene conto dell'effetto di coda. La curva utilizzata per il fitting è ottenuta dalla convoluzione di una coda esponenziale a bassa energia con una distribuzione Gaussiana [15] ed è stata applicata a tutti i picchi a 59.45*keV* degli 8 spettri acquisiti nel tempo. In figura 5.5 sono rappresentati i valori della τ e della deviazione standard corrispondenti alle diverse acquisizione nel tempo.



Figura 5.5: A sinistra è mostrato l'andamento della τ in funzione del tempo mentre a destra l'andamento della deviazione standart.

Per quanto riguarda l'andamento del parametro τ nel tempo, i valori misurati confermano l'effettivo allargamento della coda del picco con il passare del tempo. Effettuando una regressione lineare dei punti misurati si ottiene una variazione della τ in funzione del tempo relativamente piccola pari a 0.09 canali/minuto. Per quanto riguarda i valori misurati della deviazione standard, l' andamento riportato in figura è pressoché costante nell'arco temporale considerato. Il rivelatore CdTe mostra quindi un comportamento stabile nell'intervallo temporale considerato.

Delle misure ulteriori sono infine state fatte applicando le tre diverse tensioni di polarizzazione di 500,600 e 700V al rivelatore. I tre spettri ottenuti sono riportati in figura 5.6. Anche in questo caso è stato applicato il fitting ai picchi di emissione γ_3 dell'Am²⁴¹ per valutare l'allargamento delle code. I valori ottenuti sono riportati in figura 5.7. In questo caso si osserva dai dati misurati sperimentalmente una diminuzione del parametro τ all'aumentare della tensione di polarizzazione. Aumentando la tensione di polarizzazione si ottiene un miglioramento dell' effetto di hole tailing. Per quanto riguarda invece i valori delle deviazioni standard, al contrario si osserva un aumento del valore al crescere della tensione. All'aumento della deviazione standard contribuisce l'aumento della corrente di leakage del rivelatore al crescere della tensione di polarizzazione.



Figura 5.6: Acquisizioni spettrali del picco a 59.45keV per tre diverse tensioni di polarizzazione.



Figura 5.7: A sinistra è mostrato l'andamento della τ in funzione della tensione di polarizzazione mentre a destra l'andamento della deviazione standart.

5.2 Acquisizioni spettrali di Fe⁵⁵, Ba¹³³ e delle emissioni di fluorescenza K dell'oro

Dopo aver acquisito gli spettri di emissione dell'Am²⁴¹, sono state effettuate delle acquisizioni aggiuntive in modo da esaminare la possibilità di rilevare radiazioni incidenti su un intervallo energetico più ampio delle energie richieste dall'applicazione delle nanoparticelle d'oro. Gli spettri sono stati acquisiti polarizzando il rivelatore con una tensione di 700V e selezionando un tempo di shaping di $1\mu s$.

Inizialmente è stato acquisito uno spettro generato dalla contemporanea presenza di una sorgente di Fe⁵⁵ e di Am²⁴¹. Lo spettro ottenuto è riportato in figura 5.8. Le emissioni K_{α} e K_{β} del Fe⁵⁵ di energia rispettivamente pari a 5.9*keV* e 6.5*keV* sono visibili e appaiono come un unico picco nello spettro in figura per via della loro vicinanza energetica.



Figura 5.8: Spettro acquisito con le sorgenti di Am-241 e Fe-55.

Dopo aver verificato la possibilità di rilevare radiazioni X ad energie intorno ai 6keV, è stato acquisito uno spettro generato da una singola sorgente radioattiva di Ba¹³³. In figura 5.9 è riportato lo spettro acquisito mentre in tabella 5.3 sono riportate le energie corrispondenti dei picchi indicati in figura. Nello spettro sono visibili tutte le emissioni γ del Ba¹³³. Le energie di radiazione incidente rilevabili dal modulo di rivelazione realizzato si estendono quindi ad un intervallo di energie compreso tra 6*keV* e 383*keV*, ben più ampio di quello richiesto per la rilevazione delle emissioni K dell'oro.



Figura 5.9: Spettro acquisito della sorgente di Ba-133.

	Ka Cs	$K_{\beta} Cs$	Fuga Kα Te	Fuga Kα Cd	Υ ₁ Ba-133	Υ ₂ Ba-133	Υ ₃ Ba-133	Υ ₄ Ba-133	Υ ₅ Ba-133
E [keV]	30.97	34.99	53.7	58	81	276	302	356	383

Tabella 5.3: Energie di picchi di emissione presenti nello spettro in figura 5.9.

La sorgente di Ba¹³³ è stata infine utilizzata per effettuare una prima acquisizione K-XRF dell'oro. L'energia di emissione γ_1 del Bario è infatti appena superiore all'energia necessaria ad eccitare la fluorescenza K dell'oro pari a 80.72*keV*. Come si può vedere in figura 5.10, tra la sorgente radioattiva di Ba¹³³ e la finestra di ingresso del rivelatore in CdTe è stato interposto uno spessore d'oro pari a 20 μ m. Lo spettro acquisito è riportato in figura 5.11. In figura è indicato il picco di emissione di fluorescenza K_{α} dell'oro. L'allargamento del picco visibile è dovuto alla vicinanza tra le emissioni di fluorescenza $K_{\alpha 2}$ e $K_{\alpha 1}$ dell'oro, pari a 77.98*keV* non è invece visibile nello spettro per via della coda dell'emissione γ del Ba¹³³. Utilizzando un'energia di radiazione maggiore per l' eccitazione della fluorescenza K dell'oro è possibile rilevare anche la presenza del picco $K_{\beta 1}$.



Figura 5.10: Sistema utilizzato per rilevare lo emissioni di fluorescenza K dell'oro.



Figura 5.11: Spettro acquisito del sistema K-XRF rappresentato in figura 5.9.

Capitolo 6

Conclusioni e Prospettive

Nel periodo di attività di Tesi sostenuto è stato sviluppato un modulo di rivelazione basato su di un rivelatore in CdTe per la rivelazione di nanoparticelle d'oro in analisi K-XRF. Il lavoro sperimentale è stato incentrato sulla realizzazione di un modulo di dimensioni compatte, rivolgendo particolare cura alla progettazione del preamplificatore di carica ed al sistema di filtraggio e di controllo delle alimentazioni dell'intero modulo. Le schede elettroniche disegnate sono state poi chiuse all'interno di un'apposita scatola meccanica esterna progettata ad hoc.

Durante il progetto del preamplificatore è stato inoltre fatto un lavoro aggiuntivo in quanto parte dei preamplificatori realizzati nella versione *standalone* (12 dei 20 esemplari prodotti) è stata distribuita a vari gruppi di ricerca che lavorano su rivelatori HV-CMOS per fisica delle alte energie. Questi preamplificatori sono stati progettati con delle piccole differenze nel dimensionamento di alcuni componenti rispetto a quelli utilizzati per il modulo di rivelazione in CdTe e sono stati realizzati ad hoc per l'applicazione della lettura dei rivelatori a pixel ad alta resistività costruiti con tecnologia CMOS.

La realizzazione del prototipo sperimentale progettato ha portato infine ad una caratterizzazione preliminare del modulo di rivelazione.

I risultati sperimentali hanno confermato l'effettivo potenziale del cristallo di CdTe nella rilevazione di raggi X e nella quantificazione di nanoparticelle d'oro all'interno dei tumoroidi. Il modulo di rilevazione realizzato opera a temperatura ambiente, presenta dimensioni compatte ed è in grado di ricoprire un ampio intervallo energetico compreso tra 6keV e 383keV, ben maggiore di quello richiesto dall'applicazione specifica delle nanoparticelle. Il sistema realizzato è completo in ogni sua parte ed è perfettamente utilizzabile da subito per misure di spettroscopia X e gamma.

Va tuttavia aggiunto che, per quanto riguarda le prestazioni in termini di FWHM, il valore ottenuto sperimentalmente, pari a 2.29*keV*, risulta maggiore del valore atteso pari a 1.1*kev*.

In futuro si rende quindi necessaria una revisione del modello applicato nel calcolo del rumore e uno studio più approfondito dei possibili contributi di rumore aggiuntivi, finalizzata ad un miglioramento delle prestazioni ottenibili in termini di FWHM in modo da avvicinarsi al valore atteso.

In conclusione è stato realizzato un primo prototipo sperimentale con rivelatore CdTe adatto per la rivelazione in un ampio range energetico di energie X e gamma. Il modulo realizzato rappresenta un importante punto di partenza per degli studi successivi e più approfonditi sul semiconduttore composto CdTe volti ad un miglioramento ulteriore delle prestazioni ottenute.

Bibliografia

[1] K. Ricketts, U. Cheema, A. Nyga, A. Castoldi, C. Guazzoni, T. Magdeldin, et al., *A* 3D In Vitro Cancer Model as a Platform for Nanoparticle Uptake and Imaging Investigations. Small 2014;10(19):3954-3961.

[2] K. Ricketts, C. Guazzoni, A. Castoldi, A.P. Gibson, G. Royle. *An x- ray fluorescence imaging system for gold nanoparticle detection*. IOPSCIENCE 2013;58(21):7841-7855.

[3] Glenn F. Knoll, *Radiation Detection And Measurement*, John Wiley & Sons, Inc.,3rd Edition 1999, pag. 49-52.

[4] K. Ricketts, A. Castoldi, C. Guazzoni, C. Ozkan, C. Christodoulou, A.P. Gibson, et al., *A quantitative x- ray detection system for gold nanoparticle tumour biomarkers*. IOPSCIENCE 2012;57(17):5543-5555.

[5] K. Ricketts, C. Guazzoni, A. Castoldi, G. Royle, A bench- top K X- ray fluorescence system for quantitative measurement of gold nanoparticles for biological sample diagnostics. Nuclear Inst.and Methods in Physics Research, A 2016;816:25-32.

[6] M. Funaki, Y. Ando, R. Jinnai, A. Tachibana e R. Ohno, *Development of CdTe de*tectors in Acrorad. Acrorad Co., 2007

[7] A. Lindström, M. Klintenberg, B. Sanyal, S. Mirbt, *Cl- doping of Te- rich CdTe: Complex formation, self- compensation and self- purification from first principles.* AIP Advances 2015;5(8):087101-087101-11.

[8] E. Gatti, P.F. Manfredi, *Processing the signals from solid-state detectors in elementary-particle physics*. La Rivista del Nuovo Cimento, vol. 9, issue 1, 1986, pag. 20-25.

[9] Glenn F. Knoll, *Radiation Detection And Measurement*, John Wiley & Sons, Inc.,3rd Edition 1999, pag. 480-481.

[10] R.H. Redus, J. Pantazis, T. Pantazis, A. Huber, B. Cross, *Characterization of CdTe Detectors for Quantitative X- ray Spectroscopy*. Nuclear Science, IEEE Transactions on 2008.

[11] A. Cola, I. Farella, *The polarization mechanism in CdTe Schottky detectors*. Appl Phys Lett 2009;94(10).

[12] E. Gatti, P.F. Manfredi, *Processing the signals from solid-state detectors in elementary-particle physics*. La Rivista del Nuovo Cimento, vol. 9, issue 1, 1986, pag. 49-53.

[13] Glenn F. Knoll, *Radiation Detection And Measurement*, John Wiley & Sons, Inc.,3rd Edition 1999, pag. 113-116.

[14] A. Galimberti, X-ray detection system based on Controlled Drift Detectors for energy resolved imaging with microsecond time resolution. Dottorando A. Galimberti, relatore A. Castoldi, 2003, pag. 36-39.

[15] G. Bortels, P. Collaers, *Analytical function for fitting peaks in alpha-particle spectra from Si detectors*. Appl. Radiat. Isot., 38 (1987), pp. 831-837