



UNIVERSITÀ DEGLI STUDI DI TRIESTE

**XXIX CICLO DEL DOTTORATO DI RICERCA IN
INGEGNERIA E ARCHITETTURA**

**SOLUZIONI INNOVATIVE DI RIVELATORI A
DERIVA DI SILICIO PER SORGENTI DI LUCE DI
TERZA E QUARTA GENERAZIONE**

Settore scientifico-disciplinare: **ING-INF/01 ELETTRONICA**

**DOTTORANDO
JERNEJ BUFON**

**COORDINATORE
PROF. DIEGO MICHELI**

**SUPERVISORE DI TESI
PROF. SERGIO CARRATO**

**CO-SUPERVISORE
DOTT. GIUSEPPE CAUTERO**

ANNO ACCADEMICO 2015/2016

Soluzioni innovative di rivelatori a deriva di silicio per sorgenti di luce di terza e quarta generazione

L'attività di ricerca qui presentata ha avuto come oggetto lo studio di soluzioni innovative per espandere le potenzialità dei rivelatori basati sulla camera a deriva di silicio (SDD) destinati in particolare all'uso sulle linee di luce presenti nelle macchine acceleratrici di terza e quarta generazione.

Le camere a deriva sono strumenti oramai consolidati e comunemente usati negli esperimenti di fluorescenza a raggi X con ottime prestazioni per quanto riguarda la risoluzione energetica ma con alcune limitazioni che incidono in particolare sul tasso massimo dei conteggi rilevabili e gestibili dagli strumenti.

In questo lavoro, dopo una breve introduzione al contesto e alle tecnologie attualmente disponibili per quanto riguarda i SDD, sono riportati e discussi alcuni nuovi approcci introdotti sia per aumentare l'angolo solido coperto dai rivelatori sia per gestire alti tassi di conteggio, il tutto corredato dai risultati più significativi ottenuti dalle numerose prove sperimentali con prototipi appositamente sviluppati.

Indice

Introduzione	I
Bibliografia	VII
1 I rivelatori a deriva di silicio: principi di funzionamento e stato dell'arte	1
1.1 Interazioni delle radiazioni con la materia	2
Interazioni dei fotoni con la materia	2
La generazione dei portatori nel silicio	5
1.2 Il principio di funzionamento dei rivelatori a deriva di silicio	7
La struttura a pixel dei rivelatori a deriva di silicio	11
La precisione e le fonti di rumore nelle misure risolte in energia con i SDD	13
1.3 I sistemi di lettura della carica per i SDD	17
1.4 Lo stato dell'arte riguardante i SDD utilizzati per misure risolte in energia...	20
Bibliografia	25
2 Misure di fluorescenza a raggi X: le esigenze delle moderne linee di luce	27
2.1 La fluorescenza a raggi X	28
2.2 Esigenze e stato attuale delle linee di luce che si occupano di spettroscopia di fluorescenza	33
La linea di luce TwinMic	34
La linea di luce XAFS	39
Bibliografia	42

3	Il progetto ReDSoX: nuove soluzioni per rivelatori a deriva di silicio allo stato dell'arte	44
3.1	Il progetto ReDSoX: dallo spazio ai sincrotroni.....	45
3.2	Idee innovative per i nuovi SDD	49
	Il sistema per TwinMic.....	50
	La matrice SDD per XAFS	55
	Bibliografia.....	57
4	La sezione analogica	58
4.1	Le nuove camere a deriva.....	59
	Il rivelatore trapezoidale.....	64
	La matrice da 64 pixel.....	70
4.2	SIRIO – l'amplificatore di carica.....	73
4.3	Lo stadio formatore	76
	Bibliografia.....	79
5	La sezione digitale	80
5.1	Il campionamento e la digitalizzazione dei segnali.....	82
5.2	L'FPGA e il firmware	86
	Specifiche hardware	86
	La logica digitale	87
5.3	La comunicazione tramite ethernet	97
5.4	L'interfaccia utente	98
	Bibliografia.....	99

6	Risultati sperimentali	101
6.1	I test sul sistema di misura per TwinMic.....	103
6.2	Prove sperimentali sul sistema per XAFS.....	119
	Bibliografia.....	126
7	Conclusioni	127
7.1	Considerazioni finali	128
7.2	Sviluppi futuri	130
	Bibliografia.....	131

Introduzione

Le sorgenti di luce di terza e quarta generazione hanno rivoluzionato il mondo della ricerca in molte discipline scientifiche e tecnologiche, portando alla crescita di nuovi sincrotroni sparsi su tutto il globo. Oggi contiamo 13 *FEL* (Free electron laser, laser ad elettroni liberi) e ben 48 sincrotroni, alcuni ancora in fase di progettazione o costruzione [1]. Nuove richieste sperimentali sempre più spinte avanzate dai ricercatori hanno portato alla costruzione di macchine con prestazioni all'avanguardia, anticipando spesso l'evoluzione dei rivelatori che non erano in grado di sfruttare tutta la potenza delle nuove sorgenti di luce. Ciò è particolarmente vero per le linee sperimentali che si occupano di spettroscopia di fluorescenza ed è proprio qui che i rivelatori a deriva di silicio (Silicon Drift Detectors, SDD) trovano il loro principale impiego.

La spettroscopia di fluorescenza è diventata negli anni una delle tecniche analitiche essenziali nella scienza della vita e dell'ambiente, nelle applicazioni mediche, archeologiche e culturali, nella chimica forense e nelle applicazioni industriali [2]. Come verrà spiegato in dettaglio nei prossimi capitoli, questa tecnica sfrutta la luce di sincrotrone per eccitare la fluorescenza nel campione analizzato. Studiando lo spettro di fluorescenza raccolto è possibile stabilire con precisione (sia spaziale che energetica) la composizione chimica del campione. Siccome il campione illuminato emette fluorescenza in modo isotropico in tutte le direzioni, un rivelatore ideale dovrebbe coprire l'intera semisfera che circonda il punto illuminato per poter raccogliere tutti i fotoni di fluorescenza da esso emessi. A causa dei limiti tecnologici di costruzione dei rivelatori e per le particolari necessità meccaniche, diverse per ogni linea sperimentale, i rivelatori commerciali standardizzati coprono spesso solo una minima parte dell'angolo solido di emissione dei fotoni di fluorescenza, perdendo così gran parte dell'informazione. Questo porta ad un dilatamento dei tempi di misura che riduce gli

esperimenti possibili e rende quelli possibili lunghi e costosi, rovinando inoltre il fragile campione che viene esposto per periodi di tempo prolungati ai raggi X ad alta intensità. Proprio queste motivazioni hanno spinto la ricerca di nuove soluzioni legate ai rivelatori a deriva di silicio, rivelatori per antonomasia nel mondo della fluorescenza a raggi X. L'idea di base è semplice: realizzare un nuovo sistema di rivelazione basato sui SDD in grado di coprire un angolo solido vicino all'ottimo, che sia facilmente adattabile alle esigenze (sia tecnologiche che meccaniche) di ogni linea di luce che si occupa di esperimenti di fluorescenza e che sia in grado di far fronte ad alti flussi di fotoni per poter sfruttare tutta la potenza che le sorgenti di luce moderne offrono. Come spesso succede, idee molto semplici e chiare nascondono notevoli sforzi scientifici e tecnologici e il lavoro portato avanti nell'ambito di questo dottorato ne è testimonianza. Tecniche real-time basate su FPGA operanti in alto vuoto, progettazione di filtri digitali, tecnologie normalmente impiegate nell'ambito spaziale, ASIC (Application specific integrated circuit) dedicati e rivelatori multi-pixel dalle forme più svariate sono solo alcune delle soluzioni innovative che sono state studiate e realizzate per questo progetto. Per le innumerevoli competenze necessarie è impensabile che un'unica realtà possa far fronte da sola a tutti gli aspetti di una sfida così complessa. E' nato per questo motivo il progetto ReDSOX (Research drift for soft X-rays), un consorzio interamente italiano di enti di ricerca, che include al suo interno istituti come l'INFN (Istituto nazionale di fisica nucleare), Elettra (il sincrotrone di Trieste), FBK (Fondazione Bruno Kessler, fonderia di silicio di Trento), il Politecnico di Milano, l'ICTP (centro internazionale di fisica teorica di Miramare), l'università di Bologna, l'università di Pavia, l'istituto nazionale di astrofisica e altri [3]. Per la prima volta è stata creata a livello internazionale una realtà che comprende tutta la filiera necessaria per lo sviluppo di rivelatori a deriva di silicio: dalla progettazione dei sensori e degli ASIC, alla fonderia di silicio disposta a creare rapidamente SDD prototipali, fino alla disponibilità della luce di sincrotrone per eseguire le prove necessarie negli ambienti sperimentali dove realmente avviene l'acquisizione finale. Com'è intuibile dagli affiliati, all'interno della collaborazione non si studiano soltanto rivelatori per sorgenti di luce avanzate, bensì anche rivelatori destinati allo spazio [4]. Proprio questa duplicità ha permesso di avere da subito dei prototipi per valutare la bontà delle idee innovative

sui rivelatori per sorgenti di luce di terza e quarta generazione sfruttando i mezzi già esistenti all'interno di ReDSOX, messi in piedi per concorrere a una missione di medio taglio lanciata dall'ESA (agenzia spaziale Europea) riguardante il lancio di un satellite dotato di sensori SDD di grande area [5].

I primi passi della sopracitata collaborazione nello studio dei rivelatori a deriva per sorgenti di luce avanzate di terza e quarta generazione sono stati fatti nel 2012, anno in cui volgeva a termine il mio percorso di studi magistrale presso l'Università degli studi di Trieste. Ho avuto così la fortuna di trovarmi al posto giusto nel momento giusto e poter assistere fin dall'inizio a questo ambizioso progetto, contribuendo alla sua crescita con il mio lavoro di tesi [6]. I primi prototipi sono stati realizzati sfruttando, come già accennato, alcune soluzioni adottate per lo spazio. Questo ha portato ad avere in tempi molto brevi dei rivelatori funzionanti [7], sebbene con dei limiti noti e accettati, che hanno spianato la strada alle versioni successive che sfruttano tecnologie dedicate in grado di garantire le ambiziose specifiche che ci siamo prefissati.

Agli inizi del progetto sono state prese in esame due linee di luce di Elettra che rappresentano casi emblematici sia per quanto riguarda le grandi potenzialità della spettroscopia di fluorescenza sia per i limiti che al momento mostrano i rivelatori impiegati su di esse: TwinMic [8] e XAFS [9]. Nel primo caso, quello di TwinMic, si lavora in alto vuoto con energie sotto i 2 keV, nel caso di XAFS si lavora invece in un range di energie molto ampio che va dai 2.4 keV ai 27 keV, dove non si ha l'esigenza del vuoto (tranne nei rari casi nei quali si vuole operare sotto i 4 keV). Il fatto che le due linee lavorino a energie quasi complementari fa sì che le problematiche e i limiti attuali siano assai diversi. Su TwinMic c'è l'esigenza di "avvolgere" la zona di emissione dei raggi x (il campione, per l'appunto) con un rivelatore che idealmente dovrebbe essere semisferico, in quanto uno dei grandi problemi è che i fotoni emessi a basse energie sono relativamente pochi ed è necessario non perdere segnale. Nel secondo caso, XAFS, i fotoni emessi sono in genere moltissimi, ma non esistono attualmente rivelatori in grado di acquisirli tutti senza incorrere molto precocemente in fenomeni di saturazione. Il lavoro è stato dunque portato avanti su due fronti anche se spesso sono state trovate soluzioni comuni per entrambe le problematiche in quanto, in buona sostanza, il limite della rivelazione ha la stessa radice in entrambi i casi, sebbene con

condizioni al contorno e vincoli diversi: non esistono ad oggi rivelatori in grado di sfruttare pienamente l'emissione dei fotoni da parte del campione, sia per fattori geometrici sia a causa dei problemi di saturazione.

E' stato evidente fin dalle prime prove che il progetto richiedeva una rivisitazione di tutti gli elementi che compongono il rivelatore, poiché le esigenze erano decisamente ai limiti di quanto oggi possibile con la tecnologia allo stato dell'arte. Per questo motivo, dopo i test "esplorativi" con i primi prototipi, sono stati riprogettati i rivelatori a deriva di silicio su wafer dedicati, adattandoli alle particolari esigenze delle due linee di luce. Inoltre sono stati adottati nuovi ASIC di read-out a bassissimo rumore, oltre ad un'elettronica di back-end con firmware e software appositamente sviluppati e un sistema di raffreddamento dell'elettronica posta in vuoto. Tutte le soluzioni adottate nei nuovi sistemi di misura verranno ampiamente discusse nel prosieguo della tesi, che descriverà come si è infine giunti a delle soluzioni che oltre a meritare la pubblicazione su diverse riviste specializzate hanno suscitato l'interesse dell'intera comunità scientifica e fatto sì che ben 9 beamtime di Elettra venissero assegnati dal *SAC* (*Scientific Advisory Committee*) allo studio delle caratteristiche di questi nuovi rivelatori.

Una delle caratteristiche più importanti per il successo dei nuovi rivelatori è la loro struttura a pixel. Di fatto non si tratta di un unico rivelatore ma di tante strutture indipendenti, ognuna con il suo anodo di raccolta, tutte sullo stesso *die* di silicio. La tecnica del dividere la superficie attiva del rivelatore in pixel ha numerosi benefici, tra i quali:

- Un'area minore garantisce proporzionalmente una minore corrente di leakage (fonte di rumore nelle misure dovuta a imperfezioni nel reticolo cristallino del silicio; cresce con la temperatura), il che vuol dire che un rivelatore multi-pixel può operare con le stesse caratteristiche di rumore ad una temperatura più elevata rispetto ad un rivelatore dalla stessa area attiva ma composto da un solo pixel.
- Una struttura multi-anodo permette di far fronte a flussi di fotoni più alti riducendo il rischio di pile-up in quanto è meno probabile che più eventi si verifichino contemporaneamente su un'area piccola coperta da uno dei pixel rispetto ad un'area grande con un unico anodo di raccolta.

- La possibilità di avere più pixel fa sì che siano facilmente configurabili geometrie adatte alla particolare linea sperimentale, assemblando le varie celle in modo che assumano la “forma” che meglio copre lo spazio a disposizione.

Ovviamente ci sono anche degli aspetti negativi legati a una tale struttura; tra questi il rischio di charge-sharing tra i pixel confinanti (evitabile con tecniche di collimazione discusse in seguito) e la necessità di complessi sistemi di read-out. E' il caso di dire che i benefici in questo caso superano ampiamente gli aspetti negativi.

Un altro punto di forza dei nuovi sistemi di rivelazione dei raggi X è il sistema di campionamento e trattamento dei segnali acquisiti in real-time basato su ADC (convertitori analogico-digitali) veloci e FPGA (Field programmable gate array) posti vicino al front-end direttamente in vuoto. Questo approccio diminuisce la lunghezza delle connessioni che trasportano il delicato segnale analogico prima della sua conversione in un robusto segnale digitale e permette inoltre di mantenere un numero fisso e limitato delle connessioni dal vuoto in aria a prescindere dal numero di pixel del rivelatore (qualora si effettuasse la digitalizzazione fuori dalla camera sperimentale bisognerebbe portare fuori dal vuoto almeno una linea analogica per ogni pixel del rivelatore). Anche questo aspetto porta con sé qualche complicazione non banale, riguardante principalmente il raffreddamento dell'elettronica operante in vuoto (dissipazione di parecchi Watt di potenza), però è di fatto l'unica soluzione praticabile nel momento in cui si voglia avere più di una decina di pixel indipendenti.

Grazie a queste tecniche sono stati raggiunti risultati sorprendenti su entrambe le beamline. Sulla linea sperimentale XAFS sono stati ad esempio acquisiti oltre 200.000 conteggi al secondo con una risoluzione vicina ai 150 eV sulla linea del manganese (Mn) su una singola cella, il che significa, proiettando il risultato sul rivelatore finale, un totale di oltre 12.800.000 conteggi al secondo su tutto il rivelatore multi-cella composto da 64 pixel (8 array da 8 pixel ciascuno). Questo risultato va confrontato con l'attuale count-rate massima della beamline, che già attorno a 50.000 counts/s inizia ad avere problemi di saturazione. Con queste caratteristiche il rivelatore dovrebbe essere, una volta ultimato, il miglior rivelatore esistente per spettroscopia a raggi X in termini di rapporto tra la count-rate massima sostenibile e la risoluzione energetica. Un gemello del rivelatore che si sta progettando per XAFS è stato già venduto al sincrotrone

giordano SESAME e sarà presumibilmente operativo a partire da maggio 2017. Recentemente anche altri sincrotroni si sono mostrati interessati allo strumento a testimonianza del grande valore scientifico e anche delle potenzialità commerciali di un simile prodotto.

La trattazione completa del lavoro descritto nella presente tesi segue il filo logico di questa introduzione e riassume tutti i passi che hanno portato la ricerca dei rivelatori a deriva di silicio al punto attuale, iniziando nel primo capitolo con dei brevi cenni alla fisica dei semiconduttori in particolare legata al funzionamento dei rivelatori a deriva di silicio per passare poi alla presentazione dello stato dell'arte riguardante i SDD commerciali (e non) attualmente operativi sulle linee di luce di terza e quarta generazione. Nel secondo capitolo saranno descritti i principi della fluorescenza a raggi X presentando poi le due linee di luce tipo che effettuano esperimenti di spettroscopia ad Elettra: TwinMic e XAFS. In questo capitolo verranno anche analizzati i rivelatori presenti sulle due beamline, mettendo a nudo i loro punti deboli e le motivazioni che hanno portato a intraprendere la ricerca di nuove soluzioni nell'ambito dei rivelatori a deriva di silicio. Nel terzo capitolo saranno descritte le idee innovative e i diversi approcci che stanno alla base dei nuovi sistemi di rivelazione e verrà presentata la collaborazione ReDSOX, grazie alla quale è stato possibile coprire tutte le competenze necessarie a progettare un nuovo rivelatore a deriva di silicio. Nel quarto capitolo verrà descritta la sezione analogica del nuovo sistema di misura: i SDD, gli ASIC di read-out e l'elettronica di formatura dei segnali. Nel quinto capitolo sarà trattata la parte digitale dei nuovi strumenti, dal campionamento del segnale all'interfaccia utente, passando per l'elaborazione digitale dei dati raccolti, il loro filtraggio e la trasmissione. Nel sesto capitolo verranno presentate le prove sperimentali effettuate sulle rispettive beamline, analizzando ed interpretando in modo critico i risultati ottenuti. Nel settimo capitolo saranno infine valutati gli sviluppi futuri e verranno tratte le conclusioni. Tutti i capitoli saranno muniti di una bibliografia propria per facilitarne la consultazione.

Bibliografia

- [1] Lightsources.org web site: <http://www.lightsources.org/regions>, 2016.
- [2] A. Iida, “Synchrotron Radiation X-Ray Fluorescence Spectrometry”, *Encyclopedia of Analytical Chemistry*, pp. 1–23, 2013.
- [3] ReDSOX collaboration web site: <http://zoidberg.iaps.inaf.it/redsox>, 2016.
- [4] A. Rachevski et al., “Large-area linear Silicon Drift Detector design for X-ray experiments”, *Journal of Instrumentation*, vol. 9, P07014, 2014.
- [5] M. Feroci et al., “The Large Observatory for X-ray Timing (LOFT)”, *Exp. Astron.* 34, 415, 2012.
- [6] J. Bufon, “Sviluppo dell’elettronica di controllo e acquisizione per un rivelatore a deriva di silicio per spettroscopia nel campo dei raggi X”, *Master’s Thesis, Università degli studi di Trieste*, 2013.
- [7] J. Bufon et al., “A novel multi-cell silicon drift detector for Low Energy X-Ray Fluorescence (LEXRF) spectroscopy”, *Journal of Instrumentation*, vol. 9, C12017, 2014.
- [8] A. Gianoncelli et al., “Recent developments at the TwinMic beamline at ELETTRA: an 8 SDD detector setup for low energy X-ray Fluorescence”, *Journal of Physics: conference series*, vol. 425, 2013.
- [9] A. Di Ciccio et al., “Novel XAFS capabilities at Elettra synchrotron light source”, *Journal of Physics: Conference Series*, vol. 190, 2009.

Capitolo 1

I rivelatori a deriva di silicio: principi di funzionamento e stato dell'arte

I rivelatori a deriva di silicio fanno parte della grande famiglia dei rivelatori allo stato solido, che essenzialmente basano il loro funzionamento sulla conversione dei fotoni in coppie elettrone - lacuna, producendo dei segnali elettrici misurabili e proporzionali al flusso della radiazione che le ha prodotte. Questi dispositivi stanno sostituendo sempre più spesso strumenti simili, come ad esempio i rivelatori a gas, che in modo analogo convertono i fotoni in coppie di ioni ed elettroni. Le dimensioni assai più compatte dei rivelatori a stato solido, unitamente alla maggiore densità del materiale e velocità dei portatori, garantiscono ottime prestazioni e un'efficienza di gran lunga superiore rispetto agli approcci basati su gas.

Tra i dispositivi allo stato solido soprattutto i rivelatori a semiconduttore hanno avuto, grazie alla bassa gap tra la banda di valenza e la banda di conduzione, un impiego diffuso nelle sorgenti di luce di terza e quarta generazione sia negli strumenti di analisi a raggi X sia nei sistemi di controllo della traiettoria del fascio dei fotoni sulle linee di luce. Per l'acquisizione dei raggi X duri ($E > 50$ keV) si predilige l'uso di semiconduttori quali il diamante (molto resistente alle radiazioni), l'arseniuro di gallio (GaAs), il germanio (Ge) o il tellururo di cadmio (CdTe); alle basse energie è invece il silicio (Si) il materiale maggiormente impiegato. Lo scopo di questo capitolo è spiegare il perché di questa scelta, descrivendo il principio di funzionamento della camera a deriva di silicio: dal fotone che colpisce il semiconduttore alla carica raccolta dal sistema di read-out. Per chiarire le

problematiche attuali e i possibili margini di miglioramento verrà infine presentato lo stato dell'arte per quanto riguarda i sistemi di rivelazione basati sugli SDD.

1.1 Interazioni delle radiazioni con la materia

Le interazioni delle radiazioni con la materia includono una grande varietà di fenomeni fisici che stanno alla base del funzionamento dei rivelatori di radiazione. Questi fenomeni dipendono fortemente dall'energia dei fotoni oltre che dal materiale investito. Una discussione rigorosa sull'argomento richiederebbe competenze in meccanica quantistica e relativistica ed esula dagli scopi di questa tesi. Nel nostro caso esistono infatti degli aspetti fortemente "semplificativi" che permettono una discussione ristretta al caso delle basse energie.

Negli esperimenti con sorgenti di luce di terza e quarta generazione le energie dei fotoni utilizzati per le indagini sulla materia variano da frazioni di eV ad alcune decine di keV. Pertanto in seguito all'interazione dei fotoni con la materia, le particelle potranno essere essenzialmente elettroni, fotoni o ioni di energie sempre inferiori ad alcune decine di keV. E' possibile perciò escludere la presenza di altri tipi di particelle più energetiche (come ad esempio i raggi α) tipiche di reazioni nucleari o grandi macchine acceleratrici.

In questa tesi verranno pertanto descritte solo le interazioni con la materia da parte dei fotoni, limitando la discussione sui fenomeni più probabili per le energie d'interesse sopracitate.

Interazioni dei fotoni con la materia

L'interazione della radiazione elettromagnetica con la materia è un processo fondamentale nel contesto di questo lavoro in quanto non riguarda solo il rivelatore (che per l'appunto misura l'energia dei fotoni che lo raggiungono), bensì pure il processo fisico che si vuole studiare. I nuovi rivelatori, descritti in questa tesi, nascono infatti come strumenti per la spettroscopia di fluorescenza, dove l'informazione chimica relativa al campione analizzato risiede nell'emissione di fotoni (detti di fluorescenza) in seguito

all'interazione della radiazione di sincrotrone con la materia, come verrà spiegato in dettaglio nel capitolo successivo.

Quando un fascio di fotoni monocromatici attraversa un mezzo, l'intensità del fascio (definita come numero di fotoni per unità di tempo e superficie) viene ridotta esponenzialmente in funzione dello spessore del mezzo. L'intensità uscente dal mezzo I risulta:

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

dove I_0 rappresenta l'intensità iniziale, x lo spessore del materiale e μ il coefficiente di attenuazione lineare, che dipende dalla sezione d'urto totale per i fotoni (sia diffusi sia assorbiti) e dalla densità di atomi per unità di volume nel mezzo.

La riduzione dell'intensità del fascio incidente è dovuta all'interazione dei fotoni con la materia e i fenomeni che essa può generare hanno sezioni d'urto che sono più o meno significative a seconda dell'energia dei fotoni incidenti. Nel caso particolare di fotoni di bassa energia il fenomeno di gran lunga più probabile risulta essenzialmente l'**assorbimento fotoelettrico**. Nel processo fotoelettrico il fotone viene completamente assorbito da un atomo il quale, a sua volta, emette un elettrone da uno degli orbitali. Questo processo può avvenire solo se l'energia del fotone incidente $E = hv$ (dove h indica la costante di Planck e v la frequenza) è maggiore dell'energia di legame dell'elettrone B_e (*binding energy*). L'energia cinetica dell'elettrone liberato risulta:

$$K_e = hv - B_e$$

L'energia di legame dipende dal numero atomico Z e dall'orbitale dal quale viene emesso l'elettrone (K, L, M...) [1-2].

La vacanza che si crea dopo l'emissione fotoelettrica viene riempita da un elettrone proveniente da uno degli orbitali più esterni. L'energia liberata è pari alla differenza delle energie di legame dei due orbitali, ad esempio per un elettrone dell'orbitale L che va a riempire una vacanza nell'orbitale K si ha $E = B_e(K) - B_e(L)$. Questa può sprigionarsi tramite un'emissione radioattiva di un fotone con l'energia tipica dell'atomo colpito (il

fenomeno di *fluorescenza*, descritto in dettaglio nel prossimo capitolo) oppure venire assorbita da uno degli elettroni degli orbitali superiori causando la sua emissione (*effetto Auger*). I due effetti sono in contrapposizione tra loro e si trova che la probabilità di una transazione non radioattiva con l'emissione di un elettrone di Auger è più alta nei materiali con basso numero atomico.

La sezione d'urto per l'effetto fotoelettrico dipende dunque principalmente dal numero atomico Z del materiale e dall'energia del fotone ed è tanto più grande quanto maggiore è Z e quanto minore è l'energia del fotone; in particolare per le energie in gioco nei sincrotroni questo è l'effetto predominante per vari ordini di grandezza, com'è visibile nella figura sotto.

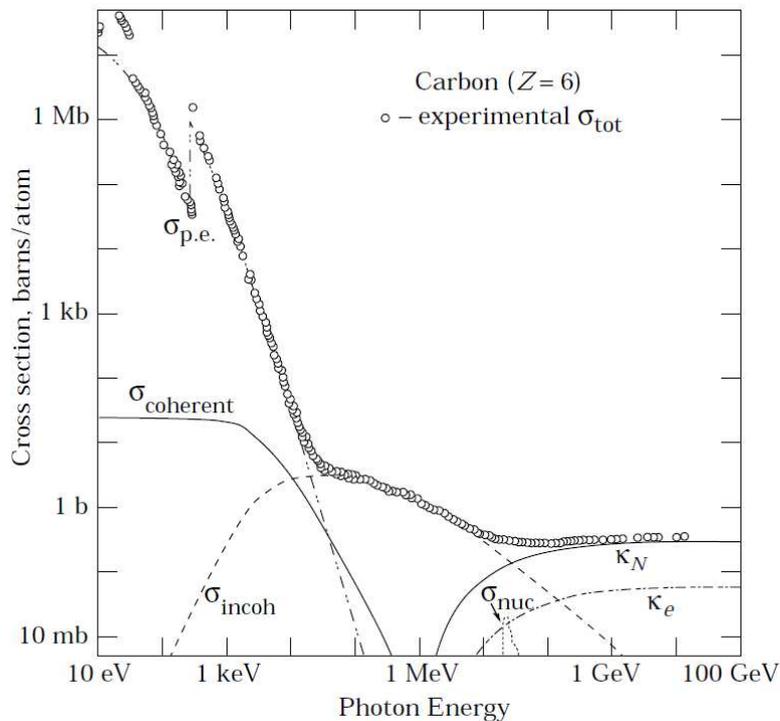


Figura 1.1: Confronto delle sezioni d'urto per i principali fenomeni di interazione dei fotoni con la materia (in questo caso con il carbone C) [3]. $\sigma_{p.e.}$ rappresenta la sezione d'urto per l'effetto fotoelettrico, $\sigma_{coherent}$ la diffusione coerente (effetto Rayleigh), σ_{incoh} la diffusione incoerente (effetto Compton), κ_N e κ_e la produzione di coppie elettrone – positrone nel campo nucleare ed elettrico, σ_{nuc} l'assorbimento fotonucleare. Come si può osservare, molti dei fenomeni elencati diventano significativi solo ad energie molto più alte di quelle considerate in questo lavoro.

Se il mezzo è un semiconduttore al fenomeno della fotoemissione fa seguito quello della creazione di coppie elettrone – lacuna. Visto che in questi materiali esiste un salto energetico tra la banda di valenza e la banda di conduzione, il quale rappresenta il “quanto minimo di energia” per portare un elettrone nello stato di conduzione, si può visualizzare il processo di perdita di energia da parte del fotone come la sua trasformazione in un numero di coppie elettrone – lacuna. Tale fenomeno, che sta alla base dei rivelatori a stato solido, viene discusso ulteriormente nella prossima sezione.

La generazione dei portatori nel silicio

Come anticipato nella sezione precedente, gli elettroni nei semiconduttori possono essere eccitati e portati dalla banda di valenza a quella di conduzione. Gli elettroni che si trovano in banda di conduzione e sono soggetti ad un eventuale campo elettrico danno origine a una corrente elettrica; anche le vacanze create in banda di valenza si comportano in modo tale da potersi configurare come “cariche positive”, indicate spesso come *lacune* o *buche*, anch'esse libere di muoversi se soggette ad un campo elettrico. Gli elettroni in banda di conduzione e le buche vengono per quanto scritto indicate col termine *portatori*. Oltre al processo già descritto esistono anche altri meccanismi in grado di creare dei portatori in un semiconduttore, tra i quali i principali sono l'agitazione termica e l'eccitazione ottica, oltre alla ionizzazione dovuta alla penetrazione di particelle cariche, quest'ultima però non verrà discussa in quanto non è probabile per le energie in gioco.

La generazione dei portatori dovuta all'agitazione termica è una fonte di rumore importante nelle misure con i rivelatori basati su semiconduttori con una banda proibita (E_g , *band gap*) di ampiezza ridotta, nei quali già a temperatura ambiente possono crearsi spontaneamente dei portatori. I rivelatori basati sul Ge ($E_g = 0.66$ eV) devono ad esempio lavorare a temperature criogeniche per evitare il suddetto fenomeno, nel Si ($E_g = 1.12$ eV) come nel GaAs ($E_g = 1.43$ eV) invece la probabilità della creazione dei portatori a temperatura ambiente è molto bassa, ma può verificarsi in caso di imperfezioni cristalline o di impurità che creano stadi intermedi nella band gap e alimentano la cosiddetta *corrente di leakage* o *corrente di buio* che viene vista come rumore di fondo nei rivelatori.

Anche i fotoni di luce visibile o ultravioletta possono essere assorbiti e produrre una coppia elettrone – lacuna, sebbene la loro energia non sia superiore a quella della gap: in questo caso si verificano i fenomeni detti *processi multi-fotone*; la grande quantità di fotoni presenti nella luce visibile fa sì che sia assai probabile un processo per cui più fotoni contribuiscano all'eccitazione di un elettrone. Per questo motivo, vista l'enorme quantità dei fotoni prodotti dalle sorgenti di luce diffuse, le misure con i rivelatori basati sul silicio e altri semiconduttori devono essere fatte in condizioni di buio.

Tralasciando gli effetti indesiderati sopracitati, la generazione di coppie elettrone – lacuna di interesse principale nei rivelatori di radiazione è quella prodotta dai raggi X. Questi interagiscono con il semiconduttore generando una nuvola di portatori la cui quantità è proporzionale all'energia del fotone incidente. L'energia media impiegata per la generazione di una coppia elettrone – lacuna ε è una proprietà intrinseca del semiconduttore usato ed equivale approssimativamente a tre volte la band gap. L'energia di ionizzazione media eccede la band gap in quanto la creazione di una coppia di portatori richiede sia la conservazione dell'energia sia la conservazione del momento. Per garantire quest'ultima condizione parte dell'energia viene persa nell'eccitazione del reticolo (produzione di fononi) [4]. Nel silicio la band gap misura 1.12 eV, l'energia media necessaria a creare una coppia di portatori risulta invece pari a circa 3.6 eV.

Un concetto molto importante nella generazione dei portatori è la *lunghezza di attenuazione* (o viceversa il *coefficiente di assorbimento*) dei fotoni nel mezzo. Un alto coefficiente di assorbimento indica un'alta probabilità d'interazione del fotone vicino alla superficie del rivelatore causando una raccolta parziale delle cariche (dovuta a trattamenti superficiali come strati di materiale inattivo o a distorsioni nel reticolo che spesso si verificano vicino alla superficie) che deteriora le misure, viceversa un coefficiente di assorbimento troppo basso porta ad una bassa efficienza in quanto una buona parte dei fotoni attraversa il rivelatore senza interagire.

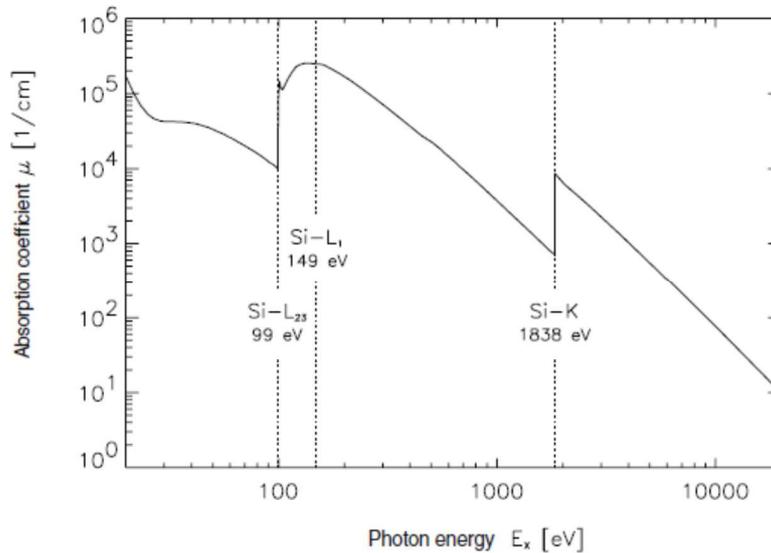


Figura 1.2: Coefficiente di assorbimento per il silicio in funzione dell'energia dei fotoni incidenti. L'andamento a dente di sega è dovuto alle specifiche energie di legame degli orbitali.

1.2 Il principio di funzionamento dei rivelatori a deriva di silicio

I rivelatori a stato solido sfruttano per la rilevazione delle radiazioni la produzione di coppie elettrone-lacuna da parte dei fotoni incidenti, generate all'interno dello strato svuotato del detector come descritto nella sezione precedente. Lo stesso principio è sfruttato anche dai rivelatori a gas (in questo caso si ha la generazione di coppie elettrone - ione), ma data la scarsa densità essi devono avere volumi molto grandi per garantire un'efficienza sufficiente (data dal coefficiente d'assorbimento di cui sopra). Il grande vantaggio dei rivelatori a stato solido è quindi la loro compattezza, che garantisce un'elevata adattabilità e portabilità, oltre a permettere misure meno invasive, e la grande velocità di risposta rispetto alle camere a ionizzazione. Un fattore fortemente limitante

della velocità di acquisizione in queste ultime è infatti dovuto alla bassa velocità degli ioni rispetto agli elettroni.

I rivelatori a semiconduttore sono costituiti da una giunzione pn polarizzata inversamente, in modo da creare una zona di svuotamento tale da allontanare i portatori di carica opposta creati nel rivelatore impedendo così la loro ricombinazione e facilitarne la migrazione verso i rispettivi elettrodi collettori. Uno strato svuotato abbastanza sottile (si parla in genere di frazioni di millimetro) con potenziali diversi ai due capi crea inevitabilmente effetti capacitivi che peggiorano la qualità delle misure, come vedremo nella sezione 1.3 dedicata alla lettura dei segnali di carica in uscita dal rivelatore. Uno dei vantaggi dei rivelatori a deriva di silicio è proprio la loro ingegnosa geometria che permette di ridurre la capacità parassita del rivelatore a valori spesso trascurabili (sul centinaio di fF).

Il rivelatore a deriva di silicio (in inglese Silicon Drift Detector, SDD) fu proposto per la prima volta nel 1984 da Pavel Rehak (Brookhaven National Laboratory) ed Emilio Gatti (Politecnico di Milano) [5]. A causa delle sue ottime proprietà e della sua versatilità, in particolare per la capacità di prestarsi a misure di energia come anche di posizione, si è cominciato ad usare la camera a deriva in molteplici campi scientifici, tra i quali fisica astro-particellare, fisica nucleare, scienze dei materiali, campi medicali eccetera.

Il principio di funzionamento è simile a quello di un fotodiodo ma con alcune migliorie fondamentali. La differenza principale, come vedremo, sta nell'anodo; questo infatti non copre tutta la superficie di un lato del rivelatore ma viene posto nelle sue dimensioni contenute in un punto qualunque della regione svuotata. Adottando questa strategia viene ridotta la capacità parassita dell'anodo a valori inferiori al pF, migliorando la risoluzione energetica nelle misure risolte in energia. Con anodi piccoli vengono inoltre rese possibili misure risolte in posizione sfruttando il tempo di raccolta noto del rivelatore in base al punto nel quale il fotone interagisce con esso.

La camera a deriva è generalmente costruita su un substrato di silicio drogato n . Su entrambi i lati vengono impiantati in superficie degli elettrodi p^+ , detti comunemente catodi, che servono a svuotare il rivelatore e imporre un campo elettrico al suo interno. Su un lato del dispositivo (comunemente chiamato *lato n*) vengono impiantati uno o più elettrodi n^+ che fungono da anodi di raccolta della carica che si genera all'interno della

regione svuotata. Ai catodi viene applicata una tensione negativa abbastanza alta (fino a qualche migliaio di Volt, a seconda del tipo di rivelatore a deriva) in modo da svuotare completamente il substrato n e creare un campo elettrico che convoglia gli elettroni verso gli anodi e cattura sui catodi le lacune create all'arrivo di un fotone X. Nei rivelatori a deriva di silicio sono dunque gli elettroni a comporre il segnale d'interesse. Il numero degli elettroni raccolti dall'anodo è proporzionale all'energia del fotone incidente.

Esistono diversi tipi di camere a deriva di silicio; ogni struttura è stata sviluppata ed ottimizzata per un determinato tipo di misura in funzione della posizione dei catodi e degli anodi:

- **Dispositivi a deriva lineare**

Realizzati per la prima volta nel 1985 [6] hanno una struttura piuttosto semplice: sulle due estremità del *lato n* sono impiantati gli anodi di raccolta, in mezzo invece si trovano elettrodi p^+ (figura 1.3). Sull'elettrodo centrale viene applicata la tensione più negativa, che va man mano a diminuire verso gli anodi, mentre sul *lato p* del rivelatore i catodi p^+ vengono tenuti ad un potenziale negativo costante. I portatori creati a sinistra del catodo centrale deriveranno sull'anodo sinistro, quelli creati a destra invece su quello destro. Questi dispositivi sono in grado dunque di eseguire oltre alle misure di energia anche misure di posizione monodimensionali, dove la coordinata x è data dal tempo di deriva degli elettroni dal punto nel quale il fotone colpisce il rivelatore a uno dei due anodi di raccolta.

- **Dispositivi a matrice**

Le camere a deriva a matrice rappresentano un'evoluzione dei SDD a deriva lineare. Dividendo i lunghi anodi del dispositivo sopracitato in più *pads* si ottiene un rivelatore in grado di fornire misure di posizione bidimensionali dove oltre alla x , data sempre dal tempo di deriva, si ha anche un'informazione sulla y in funzione dell'anodo che ha collezionato la carica (utilizzando tecniche di interpolazione quando la carica è divisa tra due anodi adiacenti).

- **Dispositivi a deriva radiale**

Entrambi i dispositivi precedentemente menzionati sono strumenti utili per le misure di posizione ma presentano alcune problematiche non trascurabili se utilizzati come strumenti di misura delle energie dei fotoni incidenti. Le zone di

raccolta che confluiscono gli elettroni agli anodi sono infatti relativamente grandi ed è facile imbattersi in problemi di *pile-up* (il sommarsi delle cariche di due o più fotoni con tempo di arrivo ravvicinato), oltre a ciò anche la corrente di leakage aumenta con l'aumentare dell'area attiva del rivelatore. Anche gli anodi hanno dimensioni piuttosto grandi il che consegue in capacità parassite non trascurabili. I problemi sopra descritti sono stati elegantemente risolti con la camera a deriva radiale. Si tratta di un dispositivo a pixel, dove un anodo molto piccolo viene impiantato nel centro del dispositivo, circondato da catodi che formano un campo elettrico tale da far confluire gli elettroni raccolti all'interno del perimetro del pixel verso il centro. Per le sue proprietà la struttura a pixel risulta la soluzione migliore per le applicazioni di spettroscopia alle quali ambisce la qui descritta ricerca di nuovi rivelatori a deriva di silicio per sorgenti di luce avanzate è sarà perciò descritta in dettaglio nella prossima sezione.

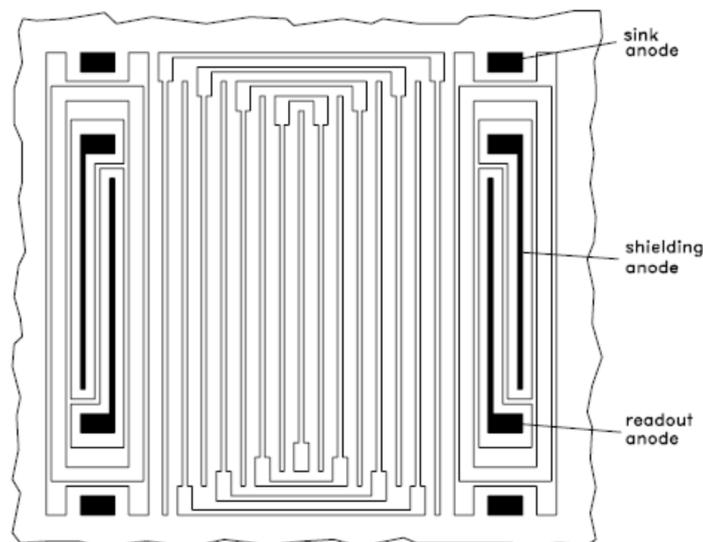


Figura 1.3: Struttura schematica di un SDD a deriva lineare vista dal lato n [7].

La struttura a pixel dei rivelatori a deriva di silicio

Per le applicazioni nelle quali la risoluzione spaziale non è di primaria importanza ed è invece richiesta un'alta risoluzione energetica dei fotoni incidenti, la struttura a pixel è senza dubbio la geometria più adatta per quanto riguarda i dispositivi a deriva di silicio. Oltre alle caratteristiche di basso rumore alle quali si accennava in precedenza il dispositivo a pixel è anche ben adattabile alle diverse geometrie richieste per i vari esperimenti di misura. Con le singole celle, che sono di fatto strutture autonome, si può infatti disegnare geometrie dalle forme più svariate e ingegnose per meglio riempire lo spazio a disposizione nelle varie camere sperimentali. Di seguito sarà analizzato un singolo elemento funzionale di un rivelatore a pixel. Per semplicità verrà trattata una cella circolare, ma i pixel possono assumere anche forme quadrate, esagonali, triangolari, a lacrima eccetera.

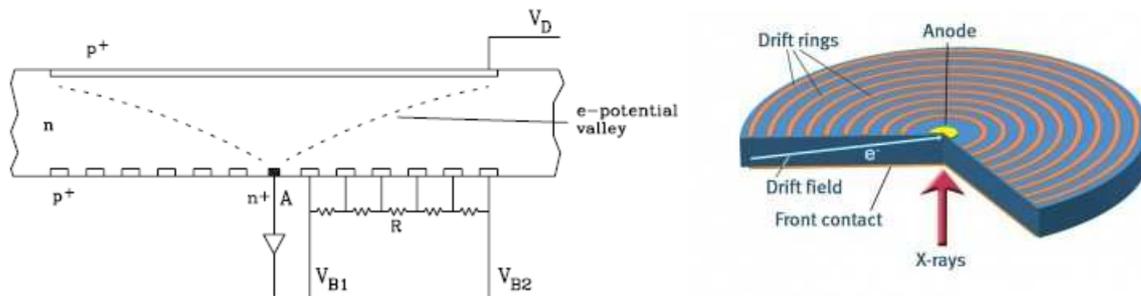


Figura 1.4: Struttura di un SDD a pixel: nella figura sinistra è rappresentata una sezione della camera a deriva radiale, nella figura destra invece una rappresentazione tridimensionale della stessa camera ma capovolta in modo da poter apprezzare i catodi a deriva circolari che curvano il campo elettrico verso l'anodo di raccolta.

Come descritto in precedenza per la struttura generica di un SDD, anche le camere a deriva di silicio a pixel si basano su un substrato drogato n . Sulla finestra ottica, dalla quale entrano i fotoni, chiamata *lato p* del rivelatore, viene impiantato un unico catodo p^+ lungo tutta la superficie attiva del rivelatore al quale viene fornita una tensione di bias negativa. Sul *lato n* viene invece impiantato un piccolo anodo n^+ circondato da catodi a striscia circolari p^+ che si estendono ad intervalli regolari dall'anodo fino al bordo

della superficie attiva della cella. I catodi del lato n sono collegati tra loro da resistori in polisilicio o silicio p debolmente drogato che fungono da partitore di tensione: quando una tensione negativa (solitamente il doppio della tensione applicata al catodo della finestra d'ingresso, tra i -100 V e i -200 V) viene applicata al catodo più esterno, essa diminuisce gradualmente in direzione del catodo più interno, detto anche catodo di *return*, sul quale viene solitamente imposta una tensione negativa di qualche volt (solitamente tra i -10 V e i -20 V).

Si ottiene così un completo svuotamento del substrato n con un campo elettrico di deriva che convoglia i portatori di carica verso l'anodo. Quando un fotone penetra nel silicio genera secondo i fenomeni descritti in precedenza diverse coppie di elettroni e lacune. Le lacune vengono quasi istantaneamente assorbite dal catodo più vicino, mentre gli elettroni vengono focalizzati all'interno del substrato e convogliati verso l'anodo di raccolta attraverso il moto di deriva con una velocità approssimativamente costante nel dispositivo.

In questa configurazione sarebbe sufficiente in linea di principio stabilire con il rivelatore 4 connessioni: una per l'anodo, una per il bias del lato p, una per il catodo più esterno sul lato n e una per il return sempre sul lato n. In realtà è necessario stabilire un ulteriore collegamento con i *catodi di guardia*, solitamente connessi a massa, che lungo tutto il perimetro del rivelatore garantiscono una transizione controllata dalle zone di alta tensione verso le regioni non svuotate del silicio.

Una semplificazione nel funzionamento di un pixel detector è il suo svuotamento tramite *punch-through* applicando la tensione di bias solo ai catodi del lato n. Questa soluzione può essere particolarmente utile quando per problemi meccanici non si ha accesso diretto alla finestra d'ingresso.

La precisione e le fonti di rumore nelle misure risolte in energia con i SDD

La risoluzione energetica nei rivelatori a deriva di silicio può essere degradata da molti fattori che incidono sulla proporzionalità della carica raccolta rispetto all'energia del fotone incidente.

Uno dei fattori di incertezza intrinseci legati alle proprietà del semiconduttore, in questo caso del silicio, riguarda la varianza del numero dei portatori generati per un fotone incidente di una data energia ed è legato al fatto che per i fotoni ci sono due tipi di interazioni possibili all'interno del semiconduttore svuotato:

- Eccitazione del reticolo: produzione di fononi.
- Ionizzazione: produzione di coppie elettrone-lacuna.

L'energia totale del fotone incidente deve essere dissipata dalla somma di un certo numero di eventi di eccitazione e ionizzazione:

$$E_0 = N_e E_e + N_i E_i$$

Nell'espressione di sopra E_0 rappresenta l'energia del fotone incidente, N_e il numero di eventi di eccitazione del reticolo senza la produzione dei portatori, N_i il numero di eventi di ionizzazione ed E_e e E_i le energie necessarie a produrre un singolo evento di eccitazione o ionizzazione. Da qui nasce la varianza del numero di elettroni generati che limita la risoluzione intrinseca dei rivelatori a semiconduttore. Per la statistica della generazione dei portatori si applica il modello Poissoniano con un fattore di correzione, **il fattore Fano** al quale si accennava in precedenza. Questo fattore di correzione fu introdotto nel 1947 da Ugo Fano [8].

Un calcolo accurato del fattore Fano risulta piuttosto complicato e implica la conoscenza dettagliata della sezione d'urto in funzione dell'energia per i fononi. Per il silicio si può considerare il fattore Fano F con buona approssimazione uguale a 0.115 (considerando $F=1$ per un processo Poissoniano puro). Si ottiene così la ΔE dovuta all'incertezza statistica espressa come *carica equivalente di rumore* ENC (numero di elettroni equivalenti):

$$\sigma^2 = \frac{E_{ph}}{\varepsilon} \cdot F \quad (\text{probabilità di Poisson con la correzione } F)$$

$$\Delta E_{ENC} = \sigma = \sqrt{\frac{E_{ph}}{\varepsilon} \cdot F}$$

Nell'espressione sopra E_{ph} rappresenta l'energia del fotone incidente ed ε l'energia media necessaria per generare una coppia elettrone-lacuna (3.6 eV per il silicio). Invece di usare la ENC, il rumore viene spesso espresso anche come FWHM (Full width at half maximum, larghezza a metà altezza della Gaussiana) in eV che rappresenta l'allargamento della riga energetica relativa alla radiazione incidente e si ottiene moltiplicando la ENC con $2.35 \cdot \varepsilon$.

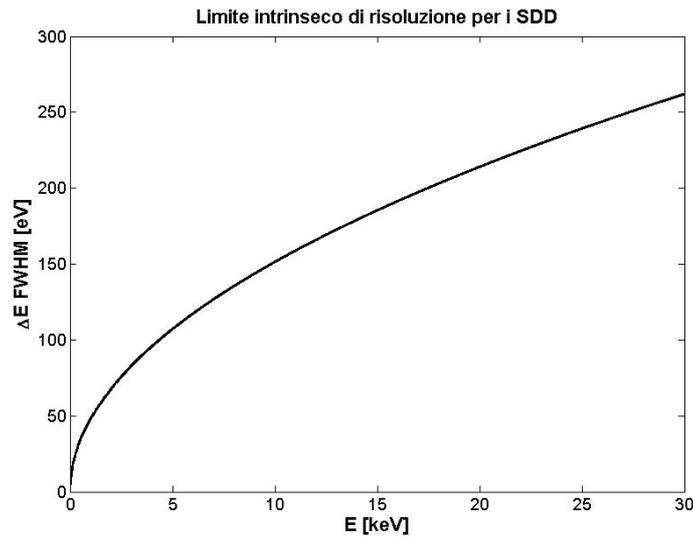


Figura 1.5: L'incertezza dovuta al rumore di Fano in funzione dell'energia del fotone incidente.

Com'è intuibile, l'incertezza statistica nella misura, chiamata *rumore di Fano*, cresce con l'energia incidente del fotone. Per dare un'idea basta calcolare che per fotoni di 30 keV la massima risoluzione teorica per un SDD risulta essere circa 266 eV FWHM, mentre per la fluorescenza dell'ossigeno a 525 eV la ΔE risulta appena 35 eV FWHM. Questo indica come il rumore di Fano sia limitante soprattutto alle alte energie, mentre per fotoni a bassa energia la risoluzione energetica è limitata maggiormente da altri fattori.

La risoluzione energetica teorica dei SDD, limitata soltanto dal rumore di Fano, non è raggiungibile nella realtà. Infatti al rumore statistico si aggiunge il rumore legato alla non idealità del sistema e quello legato al setup di misura; tra questi, la fonte principale di rumore che limita la risoluzione, legata al solo rivelatore, è la **corrente di leakage**. La corrente di leakage o corrente di buio è alimentata dalle imperfezioni nel rivelatore che permettono agli elettroni di passare in banda di conduzione anche con energie minori di quella del gap tra la banda di conduzione e la banda di valenza e rendono così più probabile la generazione termica di coppie elettrone-lacuna nella regione svuotata. Oltre alla corrente di leakage nel bulk generata dalle impurità o difetti nel reticolo cristallino, può essere presente anche una corrente di leakage superficiale dovuta a graffi o sporcizia sulla superficie esterna del rivelatore [2].

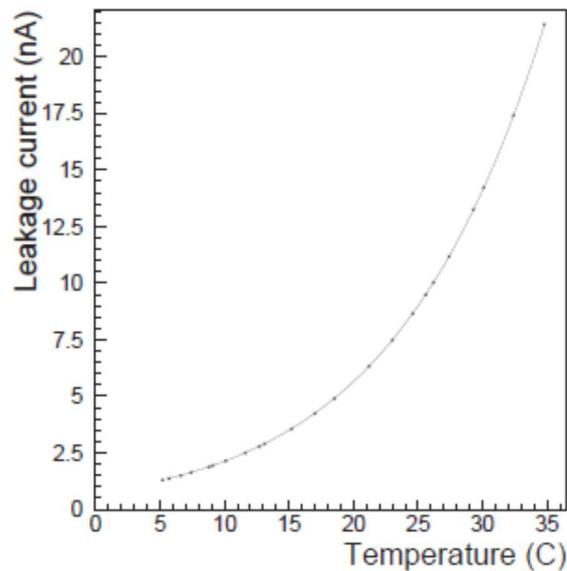


Figura 1.6: La corrente di leakage in funzione della temperatura.

La corrente di leakage ha dunque una forte dipendenza con la temperatura del rivelatore in accordo con l'espressione sottostante:

$$\frac{I(T_2)}{I(T_1)} = \left(\frac{T_2}{T_1}\right)^2 e^{-\frac{E_g}{2k_B} \left(\frac{T_1 - T_2}{T_1 T_2}\right)}$$

dove E_g rappresenta la band gap del silicio (anch'essa dipendente a sua volta dalla temperatura con 1.17 eV a 0 K e 1.11 eV a 300 K) e k_B la costante di Boltzmann ($8.62 \cdot 10^{-5}$ eV/K).

Applicando la formula precedente si può verificare come la corrente di leakage si riduce di circa 1/6 passando dalla temperatura ambiente di 20°C a 0°C.

Un altro fenomeno deteriorante per la risoluzione energetica è la **raccolta incompleta** degli elettroni generati dai fotoni incidenti. Una delle possibili cause può essere dovuta alla ricombinazione degli elettroni con le lacune, ciò presuppone la presenza di entrambi i tipi di portatori il che non è probabile nella regione svuotata, ma può accadere ai suoi margini o nel caso di un rivelatore non completamente svuotato. Un'altra causa può essere l'**intrappolamento temporaneo** (*trapping*) delle cariche da parte di un difetto locale nel bulk. Il difetto intrappola parte degli elettroni generati e gli rilascia con un certo ritardo il che provoca fluttuazioni nell'altezza del segnale in uscita dal rivelatore.

Anche la **capacità dell'anodo** è un fattore di rumore nelle misure in quanto un sistema di read-out la vede come una capacità parassita al suo ingresso insieme alla capacità del filo di bonding con il quale è collegato. La questione sarà trattata con maggiore dettaglio nella prossima sezione riguardante i sistemi di read-out. Per quanto riguarda i rivelatori a deriva di silicio a pixel, questi hanno il grande vantaggio di potersi affidare ad un anodo piccolo a piacere (entro i limiti tecnologici di processo e garantendo una piazzola ragionevolmente grande da poter saldare tramite la tecnica del wire bonding un filo per il segnale in uscita) indipendentemente dalla grandezza del pixel per minimizzare così la sua capacità.

Un'ultima nota riguarda le strutture multi-pixel con pixel confinanti. Se un fotone colpisce la zona di confine tra due pixel la carica può venir divisa (**charge sharing**) tra le due celle è risultare nella rivelazione uguale alla carica prodotta da un fotone di energia minore. Ciò può produrre artefatti significativi nello spettro delle energie raccolte, ma può essere facilmente evitato coprendo le zone di confine tra i pixel con un materiale in grado di oscurare i fotoni incidenti senza emettere lui stesso la fluorescenza. Tali strutture vengono chiamate *collimatori*.

1.3 I sistemi di lettura della carica per i SDD

Gli elettroni raccolti dall'anodo devono essere acquisiti, amplificati e trasformati in un segnale di tensione da un'elettronica dedicata. Data la delicatezza dei segnali trattati (si parla di poche centinaia di elettroni) lo stadio di read-out, cioè il primo stadio di amplificazione e trattamento del segnale, deve essere progettato in maniera ottimale in funzione del rivelatore in uso per essere in grado di mantenere le caratteristiche di risoluzione energetica e temporale garantite della camera a deriva di silicio. In questa sezione verrà trattata brevemente solo la parte del front-end che si occupa della prima amplificazione di carica e della sua conversione in un segnale di tensione. Il discorso verrà poi ripreso nei capitoli centrali di questa tesi descrivendo il particolare circuito usato negli esperimenti fatti e analizzando i circuiti di formatura, trattamento e digitalizzazione del segnale.

Il circuito al quale ci si affida solitamente per il read-out dei SDD è l'amplificatore di carica, *charge sensitive amplifier* (CSA). Prendendo in considerazione un operazionale ideale il circuito in esame è schematizzato in figura 1.7.

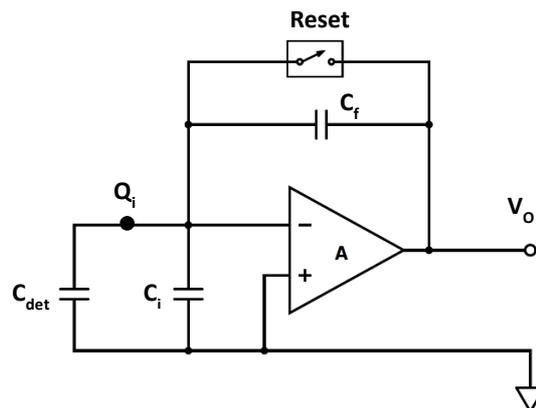


Figura 1.7: Schema semplificato di un charge sensitive amplifier (CSA), dove C_{det} rappresenta la capacità dell'anodo e C_i la capacità in ingresso del CSA.

L'operazionale in configurazione invertente ha una capacità in retroazione C_f sulla quale viene integrata la corrente entrante nel dispositivo. Data la Z_i infinita dell'operazionale ideale la carica che si deposita sulla C_f è uguale a Q_i e la tensione ai suoi capi $v_f = (A+1)v_i$. Il guadagno riferito alla carica risulta:

$$A_Q = \frac{dV_o}{dQ_i} = \frac{Av_i}{C_f v_f} = \frac{Av_i}{C_f (A+1)v_i} = \frac{A}{A+1} \frac{1}{C_f} \approx \frac{1}{C_f} \quad (A \gg 1)$$

Il guadagno del CSA dipende dunque con buona approssimazione (considerando il guadagno ad anello aperto A ragionevolmente grande) solamente dalla capacità di feedback del sistema. La tensione in uscita al CSA risulta perciò:

$$V_{out} = -\frac{Q_i}{C_f}$$

A causa della capacità dell'anodo e delle altre capacità parassite, come ad esempio le capacità del filo di bonding che collega il CSA al SDD e della pad del dispositivo di read-out (che causano la carica rimanente nel detector Q_{det}), solo parte della carica totale Q_t generata nel rivelatore entra nel CSA.

$$\frac{Q_i}{Q_t} = \frac{Q_i}{Q_{det} + Q_i} = \frac{C_i v_i}{C_{det} v_i + C_i v_i} = \frac{1}{1 + \frac{C_{det}}{C_i}} \approx 1 \quad (C_i \gg C_{det})$$

Siccome la capacità in ingresso del CSA, dominata dalla capacità di gate del primo transistor, solitamente non ha valori altissimi, parte della carica viene persa a causa della C_{det} che rappresenta la somma della capacità dell'anodo e di tutte le capacità parassite in ingresso al CSA. Per minimizzare tale perdita bisogna progettare accuratamente il primo stadio di read-out in funzione del rivelatore al quale questo verrà interfacciato.

La parte più delicata del CSA è il primo stadio di amplificazione. Il primo elemento nella catena di amplificazione è solitamente un transistor JFET o CMOS collegato con il gate direttamente all'anodo del rivelatore. Per migliorare le caratteristiche di rumore viene

talvolta impiantato un JFET direttamente sul rivelatore, diminuendo in questo modo le capacità parassite di connessione. In questo caso si ha il primo stadio di amplificazione fuori dal feedback del CSA che si trova a valle. Più comune è invece l'utilizzo di un ASIC (Application Specific Integrated Circuit) posto molto vicino all'anodo di raccolta contenente tutti gli stadi di amplificazione all'interno del loop di retroazione.

Il condensatore in retroazione C_f non deve mai raggiungere la sua carica completa per evitare la saturazione del CSA. Esistono due possibili modalità di scarica del condensatore:

- Reset continuo: un resistore R_f viene inserito in parallelo al condensatore C_f in modo da scaricarlo in modo continuo con una certa costante di tempo pensata in funzione della count-rate dei fotoni e della corrente di leakage.
- Reset impulsato: in parallelo a C_f viene posto un MOS con il gate controllato esternamente che periodicamente mette in corto i capi del condensatore scaricandolo completamente.

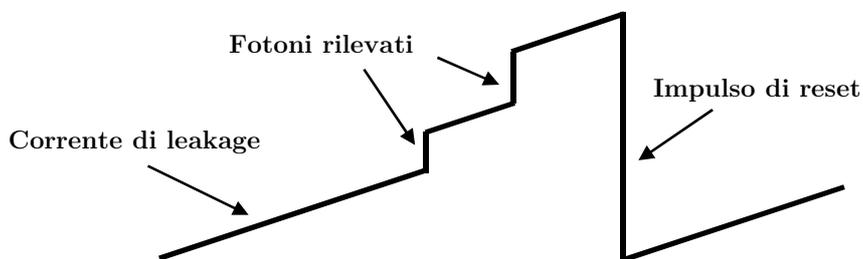


Figura 1.8: Segnale in uscita dal CSA a reset impulsato in presenza della corrente di buio (variazione della tensione nel tempo). Idealmente, se non vi fosse la corrente di leakage, in uscita dall'amplificatore si dovrebbe osservare una scala dove ogni gradino sarebbe determinato dall'arrivo di un fotone (l'altezza del gradino è proporzionale alla quantità di carica generata dal fotone rilevato).

1.4 Lo stato dell'arte riguardante i SDD utilizzati per misure risolte in energia

Con l'enorme sviluppo della spettroscopia a raggi X sia nell'ambito spaziale che in ambiti che riguardano la scienza della vita e dell'ambiente, applicazioni mediche, archeologiche, culturali e altri ancora, anche la richiesta di rivelatori con caratteristiche tecniche sempre più spinte è aumentata proporzionalmente. Dato che la spettroscopia di fluorescenza è una delle tecniche più diffuse, il settore dei SDD è stato al centro di numerosi progetti di sviluppo e miglioramento sin dalla loro nascita nel 1984.

Come già accennato nell'introduzione, una buona risoluzione energetica non è l'unico requisito richiesto ai nuovi rivelatori; questi devono anche coprire in maniera ottimale tutto lo spazio a disposizione per la cattura dei raggi X ed essere in grado di reggere alti tassi di conteggio senza saturare il rivelatore e l'elettronica di read-out. Spesso bisogna però scendere a compromessi e cercare di dare risalto alle caratteristiche di maggiore interesse nelle misure. Ad esempio un'elettronica di read-out sviluppata per lavorare ad alti tassi di conteggio ha solitamente una risoluzione energetica limitata, lo stesso vale per un rivelatore di grande area che si prefigge lo scopo di catturare la maggior parte dei fotoni d'interesse a scapito della loro risoluzione energetica. Risulta quindi difficile stabilire uno stato dell'arte univoco; si cercherà perciò in questa sezione di illustrare l'eccellenza raggiunta nei vari campi distinti che riguardano la risoluzione energetica, la count-rate massima e l'area coperta dal rivelatore, concludendo con gli aspetti ancora fortemente deficitari nell'ambito, soprattutto per quanto riguarda la ricerca con luce di sincrotrone.

Per quanto riguarda la risoluzione energetica, i nuovi rivelatori si avvicinano sempre di più al limite teorico dettato dall'incertezza statistica di Fano precedentemente descritta. Come metro di giudizio universalmente accettato si usa caratterizzare i rivelatori e il loro read-out con la sorgente di ^{55}Fe , un isotopo radioattivo del ferro che emette radiazione X a due lunghezze d'onda: K a circa 5.9 keV e K a circa 6.5 keV. Nel silicio il limite di Fano per le due energie del ^{55}Fe vale circa 118 eV FWHM. Nello spettro delle energie i

due picchi risultano quindi solitamente ben distinti come si può osservare nella figura 1.9.

Il limite statistico non è raggiungibile a causa della corrente di leakage che con le sue fluttuazioni aggiunge incertezza alle misure. I suoi effetti si possono mitigare lavorando a temperature basse, diminuendo l'area attiva del SDD o impostando particolari tempi di formatura per il segnale come verrà spiegato in dettaglio nei capitoli successivi. Quando si vuole avere un'ottima risoluzione energetica bisogna dunque scendere a compromessi: un rivelatore piccolo (con bassa corrente di leakage) è limitato per quanto riguarda la copertura dell'angolo solido, inoltre tempi di formatura lunghi impediscono alti tassi di conteggio.

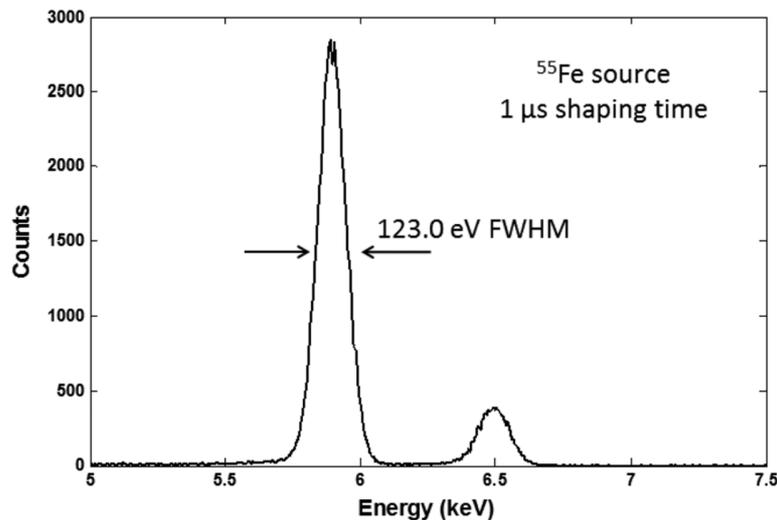


Figura 1.9: Spettro del ^{55}Fe raccolto a 233 K da un SDD da 10 mm^2 , con una corrente di leakage di 2 nA/cm^2 a temperatura ambiente, collegato al preamplificatore CUBE [9]. I picchi $\text{K}\alpha$ (5.9 keV) e $\text{K}\beta$ (6.5 keV) sono ben visibili.

I migliori risultati finora ottenuti per quanto riguarda la risoluzione energetica sono stati raggiunti con un SDD circolare dall'area attiva di 10 mm^2 prodotto da FBK con una corrente di leakage di 2 nA/cm^2 a temperatura ambiente accoppiato con il preamplificatore CUBE [10]. A -40°C sono stati raggiunti 123 eV FWHM sul K del ^{55}Fe con un tempo di formatura pari a $1\text{ }\mu\text{s}$ [9]. Risultati simili sono stati ottenuti con un

SDD esagonale con un'area attiva di 13 mm^2 e una corrente di leakage di 25 pA/cm^2 a temperatura ambiente, prodotto sempre da FBK e disegnato da INFN TS, accoppiato con il preamplificatore SIRIO. La risoluzione ottenuta a -28°C è 124 eV FWHM con però 136 eV a $+20^\circ\text{C}$ con un tempo di formatura di $1.4 \text{ }\mu\text{s}$, il che è il miglior risultato finora ottenuto a temperatura ambiente [11], grazie anche alla bassissima corrente di leakage del rivelatore usato.

Anno	Superficie SDD (mm^2)	Temperatura ($^\circ\text{C}$)	FWHM (eV) @ 5.9 keV	Peaking time (μs)
2015	13	20	136	1.4
2014	13	21	141	0.8
2012	25	25	260	0.1
2001	10	25	300	--
1996	3.5	27	220	0.5
1994	2	24	374	--
1994	1.5	20	327	7
1994	0.5	20	267	7
1986	78.5	Temp. amb.	940	0.25

Tabella 1.1: Migliorie nella risoluzione energetica a temperatura ambiente nel corso degli anni [11].

Il massimo tasso dei conteggi ottenibile con un dato sistema di rivelazione è strettamente legato al tempo morto nelle misure dovuto ad eventi scartati affetti da pile-up. Quando i conteggi superano una certa frequenza la percentuale del tempo morto nella misura diventa insostenibile superando il 50% del tempo di misura totale, ciò vuol dire che per più della metà del tempo di misura il rivelatore non rileva fotoni utili, accecato da fotoni che arrivano a distanze temporali troppo brevi per essere distinti l'uno dall'altro e vengono quindi scartati. Per ridurre il pile-up e quindi aumentare il tasso massimo dei conteggi sostenibile si può agire su due fronti:

- Frazionare la superficie attiva del rivelatore in più celle per suddividere i conteggi su più sistemi di read-out operanti in parallelo.
- Diminuire il tempo di formatura per poter discriminare conteggi temporalmente anche molto vicini tra loro.

Con alcune strutture multi-cella molto grandi sono stati raggiunti tassi di conteggio estremamente elevati, come ad esempio i 12 Mcps raggiunti dal rivelatore Maia con tempi morti inferiori al 5% sfruttando una suddivisione spinta del rivelatore in 384 celle e tempi di formatura corti (1 μs di *rise time* – tempo di salita del filtro) [12].

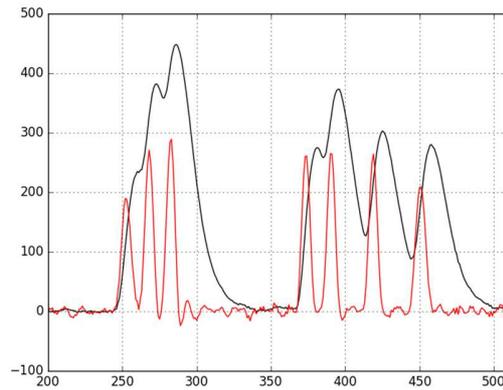


Figura 1.10: Effetto pile-up dovuto a shaping time troppo lungo; in rosso l'impulso in uscita dal pre-formatore analogico, in nero l'uscita del filtro FIR digitale. Il grafico rappresenta l'ampiezza dei segnali in funzione del tempo.

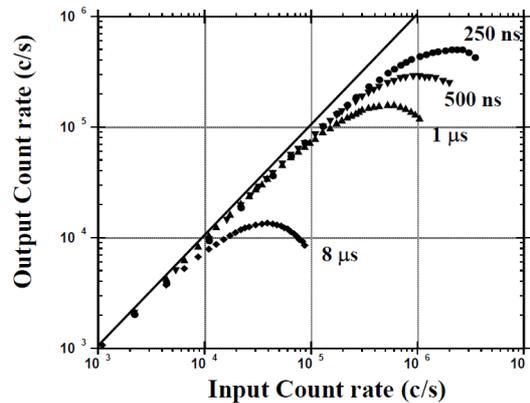


Figura 1.11: Tasso di conteggi in uscita confrontato con i conteggi in ingresso di un SDD “Vortex”: tipica curvatura di saturazione dei conteggi in uscita per pile-up eccessivo all’aumentare della radiazione incidente. La risoluzione energetica per il dato SDD varia in funzione del peaking time (tempo di salita del filtro formatore): 8 μs (134 eV), 1 μs (163 eV), 500 ns (188 eV) e 250 ns (217 eV) [13]. Bisogna in questo caso scendere a compromessi tra la count-rate massima sostenibile e la risoluzione energetica desiderata.

La risoluzione e i tassi di conteggio sono strettamente legati tra loro e lo stesso vale anche per la geometria dei sensori. Le ambizioni di coprire un'area grande, ovvero tutta l'area disponibile per le misure, massimizzando l'angolo solido coperto dal sensore, si scontrano spesso con le necessità di risoluzione energetica o alti tassi di conteggio. Per entrambi i motivi i rivelatori di grande area vengono spesso divisi in celle autonome in modo da ridurre la corrente di leakage (che è proporzionale al volume svuotato del rivelatore) e aumentare la massima count-rate del dispositivo (suddividendo i conteggi su più celle ed evitando un deficit balistico troppo grande – esso aumenta con l'aumentare della distanza del punto di creazione dei portatori nel rivelatore dall'anodo).

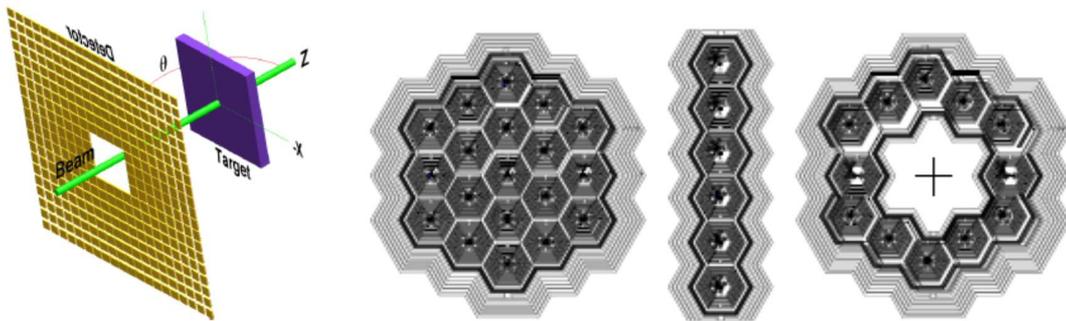


Figura 1.12: Nella figura a sinistra una rappresentazione schematica del rivelatore Maia [14], a destra invece alcune geometrie proposte in [15].

Soluzioni davvero ingegnose sono state intraprese per garantire una buona copertura dell'angolo solido. Per misure di fluorescenza sono stati ad esempio studiati SDD con un'apertura in mezzo per il passaggio del fascio incidente sul campione. Sono stati anche realizzati rivelatori di grande area suddivisi in centinaia di celle [14]. Le soluzioni finora proposte presentano però tuttora dei limiti: in alcuni casi ad esempio la risoluzione energetica non è sufficiente a distinguere fotoni di energie molto vicine tra loro, in altri i sistemi di acquisizione non lavorano in vuoto e sono quindi limitati all'acquisizione di raggi X duri, altri ancora non garantiscono una count-rate abbastanza elevata. Per quanto detto ci sono dunque ancora ampi spazi per la ricerca di nuove soluzioni in grado di coprire le lacune sopracitate e nel corso di questa tesi ne verranno presentate alcune. In particolare va messo in risalto il limite principale dei sistemi attualmente proposti: i rivelatori divisi in molte celle, al fine di aumentare la frequenza di conteggio e permettere

configurazioni che ottimizzano l'angolo solido, solitamente non sono compatibili con le misure più interessanti di spettroscopia di fluorescenza, ovvero quelle che indagano elementi presenti nel materiale organico. Questi elementi di basso numero atomico presentano infatti delle linee di fluorescenza di energia molto bassa che possono essere rivelate solo in vuoto, il che implica, al fine di non avere un numero di passanti vuoto-aria irrealizzabile, che oltre al sensore anche l'elettronica di acquisizione ed elaborazione debba essere posta in vuoto. I segnali provenienti dai vari pixel vengono in questo caso digitalizzati ed elaborati direttamente nella camera sperimentale per essere poi trasferiti attraverso pochi passanti mediante un segnale serializzato. Questo aspetto, assieme ad altri che verranno discussi, è uno dei principali elementi di novità del rivelatore progettato nell'ambito di questa tesi e lo rende unico al mondo.

Bibliografia

- [1] C. Leroy and P. Ranciota, “Principles of Radiation Interaction in Matter and Detection”, Second Edition, *World Scientific Publishing Co. Pte. Ltd.*, Singapore, 2009.
- [2] C. Leroy and P. Ranciota, “Silicon Solid State Devices and Radiation Detection”, *World Scientific Publishing Co. Pte. Ltd.*, Singapore, 2012.
- [3] J. H. Hubbell et al., “Pair, Triplet, and Total Atomic Cross Sections (and Mass Attenuation Coefficients) for 1 MeV – 100 GeV Photons in Elements Z=1 to 100”, *J. Phys. Chem. Ref. Data*, vol. 9, No. 4, pp.1023- 1147, 1980.
- [4] C. A. Klein, “Bandgap Dependence and Related Features of Radiation Ionization Energies in Semiconductors”, *J. Appl. Phys.*, vol. 39, 1968.
- [5] E. Gatti and P. Rehak, “Semiconductor drift chamber - an application of a novel charge transport scheme”, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research*, vol. 225, no. 3, pp. 608-614, 1984.
- [6] P. Rehak et al., “Semiconductor drift chambers for position and energy measurements”, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A*, vol. 235, pp. 224-234, 1985.

-
- [7] G. Lutz, “Semiconductor Radiation Detectors”, Second Edition, *Springer*, Berlin, 2007.
- [8] U. Fano, “Ionization Yield of Radiations. II. The Fluctuations of the Number of Ions”, *Physical Review*, Vol. 72, No. 1, pp. 26-29, 1947.
- [9] R. Quaglia et al., “Silicon Drift Detectors and CUBE Preamplifiers for High-Resolution X-ray Spectroscopy”, *IEEE Transactions on Nuclear Science*, vol. 62, no. 1, pp. 221-227, 2015.
- [10] L. Bombelli et al., “CUBE: a Low-noise CMOS Preamplifier as Alternative to JFET Front-end for High-count Rate Spectroscopy”, *IEEE Nuclear Science Symposium NSS Conference Record*, pp. 1972-1975, 2011.
- [11] G. Bertuccio et al., “X-Ray Silicon Drift Detector-CMOS Front-End System with High Energy Resolution at Room Temperature”, *IEEE Transactions on Nuclear Science*, vol. 63, issue 1, pp. 400-406, 2016.
- [12] C. G. Ryan et al., “Elemental X-ray imaging using the Maia detector array: The benefits and challenges of large solid-angle”, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A*, vol. 619, pp. 37-43, 2010.
- [13] D. E. Newbury, “X-ray Mapping in the Spectrum Image Mode at Output Count Rates above 100kHz with the Silicon Drift Detector (SDD)”, *Microscopy Microanalysis*, vol. 12, issue S02, 2006.
- [14] C. G. Ryan et al., “Maia X-ray fluorescence imaging: Capturing detail in complex natural samples”, *Journal of Physics: Conference Series*, vol. 499, 2014.
- [15] P. Lechner et al., “Silicon drift detectors for high resolution, high count rate X-ray spectroscopy at room temperature”, *Advances in X-ray Analysis*, vol. 47, pp. 53-58, 2004.

Capitolo 2

Misure di fluorescenza a raggi X: le esigenze delle moderne linee di luce

Le prime ricerche sulla spettroscopia a raggi X furono condotte dal fisico britannico Barkla [1] già all'inizio del 1900, quando la struttura atomica era ancora in fase di studio. Barkla scoprì che sottoponendo diversi elementi al fascio uscente da un tubo a raggi X, essi emettevano delle radiazioni caratteristiche, tipiche per ogni elemento. Le radiazioni allora osservate erano di due tipi, che Barkla chiamò *radiazioni di fluorescenza* di tipo K e L . Gli studi sui raggi X valsero a Barkla il premio Nobel per la fisica nel 1917 e incoraggiarono ulteriori ricerche in materia. Anche de Broglie e Bragg notarono indipendentemente il fenomeno della fluorescenza nel 1913, durante i loro studi sulla diffrazione e sull'assorbimento dei raggi X. Entrambi osservarono delle discontinuità nello spettro di trasmissione; queste erano indipendenti dalla tensione applicata al tubo a raggi X e diverse a seconda del materiale assorbente utilizzato.

Il primo a descrivere in modo sistematico il suddetto fenomeno, ormai più volte osservato, fu Moseley, che sempre nel 1913 scoprì che la radice della frequenza di un'emissione K segue linearmente il numero atomico Z dell'elemento eccitato [2] e successivamente trovò una regola simile anche per le diverse emissioni L , formulando così la legge di Moseley. Fin dalle prime osservazioni risultò dunque chiaro che sottoponendo un dato elemento ai raggi X, esso risponde con un'emissione X caratteristica. Proprio questo semplice concetto sta alla base della moderna spettroscopia di fluorescenza, dove un campione di materiale

ignoto viene sottoposto ad un fascio di fotoni di energia nota per scoprire la sua composizione.

In questo capitolo verrà spiegato il fenomeno della *fluorescenza a raggi X* (*X-ray fluorescence, XRF*), che sta alla base delle tecniche attualmente più usate per l'analisi elementare, per poi passare alle problematiche delle linee di luce che si occupano della spettroscopia di fluorescenza nei sincrotroni delle ultime generazioni attraverso la descrizione di due linee di luce di Elettra, il sincrotrone di Trieste: TwinMic e XAFS. Sarà analizzato lo stato attuale delle due linee per quanto riguarda i rivelatori in uso e verranno presentate le principali limitazioni ad essi legate che hanno spinto alla ricerca dei nuovi SDD descritti in questa tesi.

2.1 La fluorescenza a raggi X

Benché esistano diversi modi per indurre un'emissione di raggi X da parte di un atomo, come ad esempio la tecnica PIXE (*Particle Induced X-ray Emission*), nella quale il campione viene bombardato con particelle cariche ad alta energia, la tecnica attualmente più usata per l'analisi elementare nei laboratori di ricerca è la fluorescenza a raggi X, nella quale l'emissione viene ottenuta irradiando il campione con una sorgente nota di raggi X.

Nel primo capitolo sono stati presentati i diversi modi nei quali i fotoni interagiscono con la materia; come già accennato nella sezione 1.1, la fluorescenza X può verificarsi a seguito di un assorbimento fotoelettrico. L'effetto fotoelettrico è di gran lunga il processo più probabile per fotoni incidenti di energia sotto alcune decine di keV, energie facilmente raggiungibili dalle sorgenti di luce di terza e quarta generazione e dai cannoni a raggi X usualmente impiegati nei laboratori di ricerca. In realtà, come già specificato nel capitolo precedente, non tutte le transazioni fotoelettriche generano fluorescenza; per elementi a basso numero atomico è anzi più probabile la generazione degli *elettroni di Auger*. In questa sezione verrà descritta solamente la generazione dei fotoni di fluorescenza

trascurando la creazione degli elettroni di Auger, non rilevabili dai SDD, oggetto di studio di questa tesi.

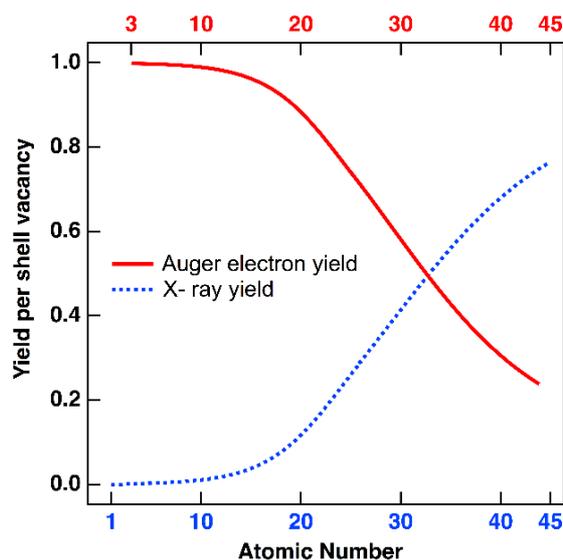


Figura 2.1: Confronto delle probabilità di generazione dei fotoni di fluorescenza (grafico blu) rispetto agli elettroni di Auger (grafico rosso) in funzione del numero atomico dell'elemento colpito dalla radiazione incidente.

Per descrivere il fenomeno della fluorescenza è utile fornire un brevissimo ripasso sulla struttura atomica degli elementi con particolare interesse alle *shell elettroniche* (gusci) nelle quali gli Z elettroni orbitano attorno al nucleo di un determinato elemento. La meccanica quantistica prevede:

- l'ordinamento delle shell in una sequenza definita
- un determinato numero massimo di elettroni per ciascuna shell
- un'energia caratteristica di legame per ciascuna shell.

Le shell elettroniche sono caratterizzate dal numero quantico principale n (che assume valori interi positivi crescenti; per gli atomi ad oggi conosciuti si arriva fino al valore 7) che determina sia la distanza media della shell dal nucleo sia il numero massimo degli elettroni in essa contenuti (pari a $2n^2$). A Barkla dobbiamo infine la loro nomenclatura: K (per la shell caratterizzata da $n=1$, la più vicina al nucleo), L ($n=2$), M ($n=3$) e così

via fino alla Q . Essendo gli elettroni attratti dal nucleo positivo, le shell più esterne vengono solitamente occupate solo se tutte le shell interne sono completamente popolate da elettroni.

Ogni shell è generalmente composta da più *subshells* (*sottogusci*) che hanno tra loro energie di legame leggermente diverse. Nella spettroscopia a raggi X vengono comunemente divise con la seguente nomenclatura: la shell K non ha nessuna subshell, la shell L ha 3 subshell (L_I , L_{II} e L_{III}), la shell M ne ha 5 (M_I , M_{II} , M_{III} , M_{VI} , M_V) e così via. Tutti gli elettroni contenuti in una determinata subshell hanno la stessa energia caratteristica.

Tenendo a mente la struttura degli orbitali in un dato atomo possiamo ora procedere con la descrizione del fenomeno della fluorescenza a raggi X:

- Quando un fotone del fascio primario (generato da un cannone elettronico o da una sorgente di luce avanzata) interagisce con un atomo del campione analizzato e l'energia del fotone incidente risulta maggiore dell'energia di legame degli elettroni del dato atomo (l'energia di legame è più grande nelle shell interne e diminuisce verso quelle esterne), uno degli elettroni può venire scalzato dall'atomo.
- Il posto vacante creato dall'elettrone scalzato deve essere "riempito" da un elettrone proveniente da una shell superiore. Gli elettroni degli orbitali superiori hanno un'energia di legame maggiore rispetto all'elettrone scalzato proveniente da un orbitale con n più basso; per compensare la differenza dell'energia può essere emesso un fotone (flusso secondario) con un'energia pari alla differenza delle energie dei due elettroni in gioco. Questa energia è tipica per ogni atomo e permette di distinguere in modo univoco la composizione elementare di un dato campione sottoposto al fascio primario.

Ogni elemento ha più energie caratteristiche, a seconda della subshell dalla quale è stato scalzato l'elettrone e dalla subshell dalla quale proviene l'elettrone che va a riempire la lacuna creata. Secondo la *notazione di Siegbahn*, la più usata in letteratura, le energie caratteristiche vengono indicate con il nome dell'elemento seguito dalla shell dalla quale è stato scalzato l'elettrone e da una lettera greca che indica la transizione effettuata dall'elettrone che va a coprire la lacuna creata. Ad esempio $Al K\alpha$ indica l'energia del fotone che si crea quando un elettrone viene scalzato dalla shell K di un atomo di

alluminio e la lacuna viene riempita da un elettrone della shell direttamente superiore – in questo caso la shell L . Secondo la meccanica quantistica non tutte le transizioni sono possibili (ad esempio dalla subshell L_I alla K); nella figura 2.3 sono raffigurate le transizioni consentite tra le prime tre shell K , L e M , nella tabella 2.1 sono invece segnate le energie di emissione caratteristiche di alcuni elementi.

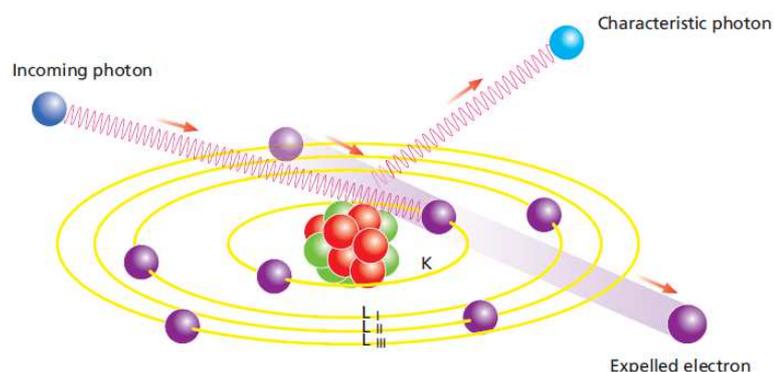


Figura 2.2: Rappresentazione schematica del fenomeno della fluorescenza a raggi X: il fotone incidente scalza un elettrone dalla shell K ; la lacuna viene riempita da un'elettrone dall'orbitale L_{III} (transizione $K\alpha_1$) e conseguentemente viene generato un fotone con l'energia caratteristica per il dato elemento. Figura tratta da [3].

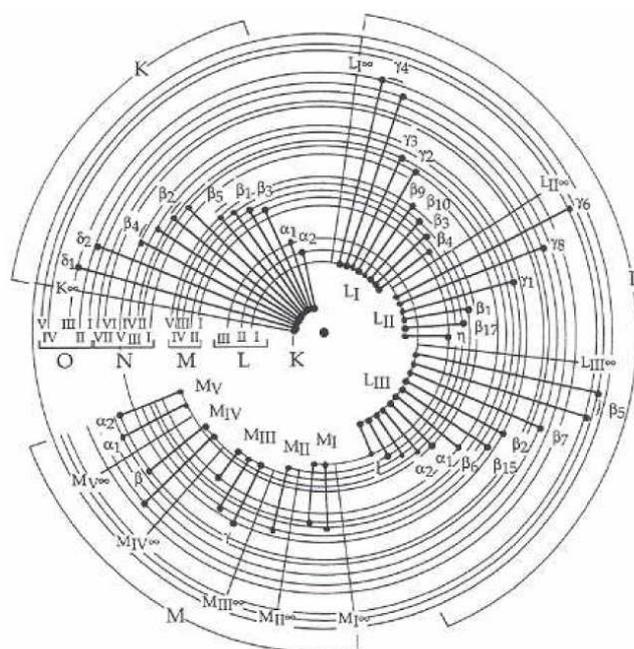


Figura 2.3: Le transizioni K , L , M consentite, segnate secondo la notazione di Siegbahn.

Com'è visibile dalla tabella 2.1, nei materiali a basso numero atomico le linee $K\alpha_1$ e $K\alpha_2$ (come anche $L\alpha_1$ e $L\alpha_2$) sono molto vicine tra loro e vengono considerate solitamente come un'unica linea di fluorescenza $K\alpha$.

Le transizioni più probabili sono le transizioni K (quando l'energia dei fotoni incidenti è superiore all'energia di legame degli elettroni nella shell K esse rappresentano circa l'80% delle emissioni [5]); le transizioni L vengono in genere rilevate quando i fotoni incidenti non hanno energia sufficiente a scalzare gli elettroni dalla shell K .

Elemento (Z)	$K\alpha_1$	$K\alpha_2$	$K\beta_1$	$L\alpha_1$	$L\alpha_2$	$L\beta_1$
Li (3)	54,3					
B (5)	183,3					
F (9)	676,8					
Mg (12)	1253,6	1253,6	1302,2			
Al (13)	1486,7	1486,27	1557,45			
Si (14)	1739,98	1739,38	1835,94			
Mn (25)	5898,75	5887,65	6490,45	637,4	637,4	648,8
Fe (26)	6403,84	6390,84	7057,98	705,0	705,0	718,5
Cu (29)	8047,78	8027,83	8905,29	929,7	929,7	949,8

Tabella 2.1: Linee di emissione di alcuni elementi a basso numero atomico espresse in eV [4].

La fluorescenza X, rilevata dai SDD o da altri strumenti, viene classificata per energia e riprodotta in uno spettro (figura 2.4), in base al quale si stabilisce la presenza e la quantità relativa di un dato elemento nella sezione del campione sottoposta al fascio dei fotoni primari. Nello spettro sono solitamente visibili, oltre ai picchi di fluorescenza dei vari elementi, anche il *picco elastico* (i fotoni primari riflessi sul rivelatore), i picchi dovuti al pile-up (la somma di due o più fotoni giunti in tempi troppo ravvicinati per essere distinti tra loro) e gli *escape peaks* (i picchi relativi ad ogni elemento ma con un'energia inferiore, dovuta all'eccitazione del materiale nel rivelatore stesso; gli escape peaks nei SDD si trovano all'energia di fluorescenza dei materiali contenuti nel campione analizzato meno 1.74 keV – la fluorescenza del silicio).

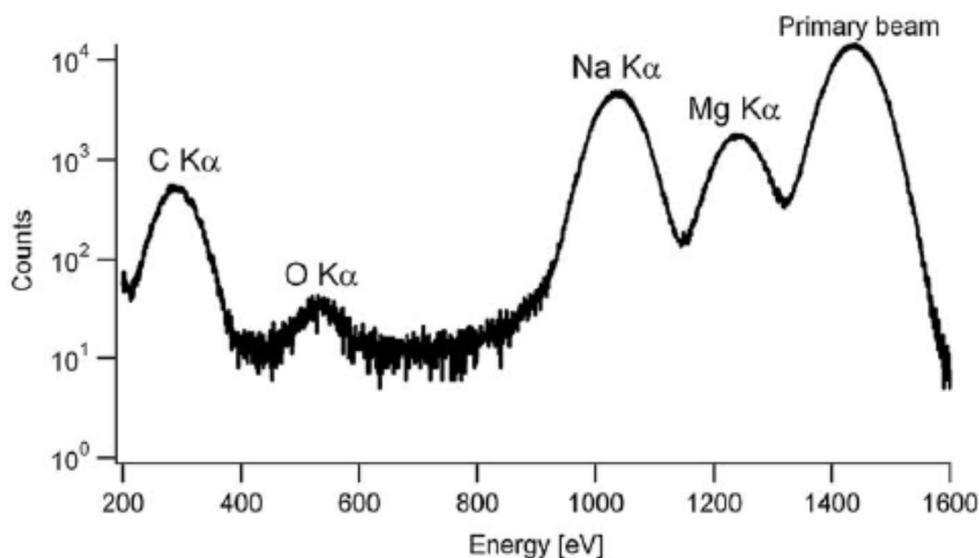


Figura 2.4: Spettro di un campione di tessuto umano acquisito sulla beamline TwinMic; tempo di esposizione 100 s, energia del fascio primario (picco elastico) 1450 eV [6].

2.2 Esigenze e stato attuale delle linee di luce che si occupano di spettroscopia di fluorescenza

Le sorgenti di luce avanzate forniscono tramite campi di accelerazione sia circolari sia lineari fotoni con un'elevata brillantezza che consentono una vastissima varietà di esperimenti. Ogni sincrotrone o acceleratore lineare rifornisce più linee di luce (*beamlines*). Su di esse si conducono esperimenti nei campi della spettroscopia, spettro-microscopia, diffrazione, scattering, litografia, spettroscopia e microscopia nell'infrarosso, scattering inelastico nell'ultravioletto e tanti altri. Ognuno di questi campi sperimentali ha bisogno di rivelatori fatti ad hoc, dalle prestazioni sempre più spinte in termini di risoluzione energetica, spaziale e temporale, per poter eseguire esperimenti in condizioni di stato dell'arte ed essere competitivi in ambito scientifico mondiale, tant'è vero che i detector spesso incidono fino al 30% sul costo di progetto di un acceleratore di particelle [7]. Solo alcune di queste linee utilizzano la fluorescenza a raggi X come strumento di analisi

elementale; ad Elettra ci sono 26 beamline delle quali 3 si occupano di spettroscopia a raggi X e sfruttano quindi i SDD come strumento di rivelazione. In questa sezione verranno descritte le problematiche delle beamline *TwinMic* e *XAFS*, le due linee di Elettra nell'ambito della spettroscopia di fluorescenza che più risentono dell'inadeguatezza dei rivelatori attualmente in uso.

La linea di luce TwinMic

La linea di luce TwinMic è nata da un progetto Europeo iniziato nel 2001, al quale hanno collaborato oltre ad Elettra anche i sincrotroni ESRF (European Synchrotron Radiation Facility), SLS (Swiss Light Source) e altre cinque istituzioni scientifiche europee [8]. Il nuovo sistema è stato ospitato per i primi test sulla linea BACH di Elettra e grazie agli ottimi risultati conseguiti è iniziata nel 2005 la costruzione di una linea di luce dedicata, l'attuale beamline TwinMic.

La caratteristica principale della beamline è l'integrazione di due tecniche di microscopia a raggi X in un unico strumento. Su TwinMic è infatti possibile passare velocemente dalla modalità di scansione (SXM) alla visualizzazione di un'immagine a tutto campo (full-field imaging TXM). Lo strumento di misura, unico al mondo nel suo genere, vanta prestazioni eccellenti, con una risoluzione energetica $E/\Delta E > 4000$ e una risoluzione spaziale di circa $0.05 \mu\text{m}$ su tutto il campo di energie disponibili le quali vanno da 280 a 2200 eV [6,9]. A causa delle basse energie in gioco è necessario condurre le misure in alto vuoto (10^{-6} mbar circa) per evitare l'assorbimento dei raggi X da parte del gas residuo.

Le ricerche sulla beamline spaziano in moltissimi campi scientifici, tra i quali le biotecnologie, le nanotecnologie, le scienze ambientali, la geochimica, le applicazioni mediche, i biomateriali ecc. Usando differenti tecniche di imaging e microscopia, quali la fluorescenza a raggi X (XRF) e la *X-ray Absorption Near Edge micro-spectroscopy* (XANES), che permettono di ricavare immagini di assorbimento e contrasto di fase, si sono svolti numerosi esperimenti di notevole rilevanza, che hanno fruttato pubblicazioni di grande impatto scientifico.

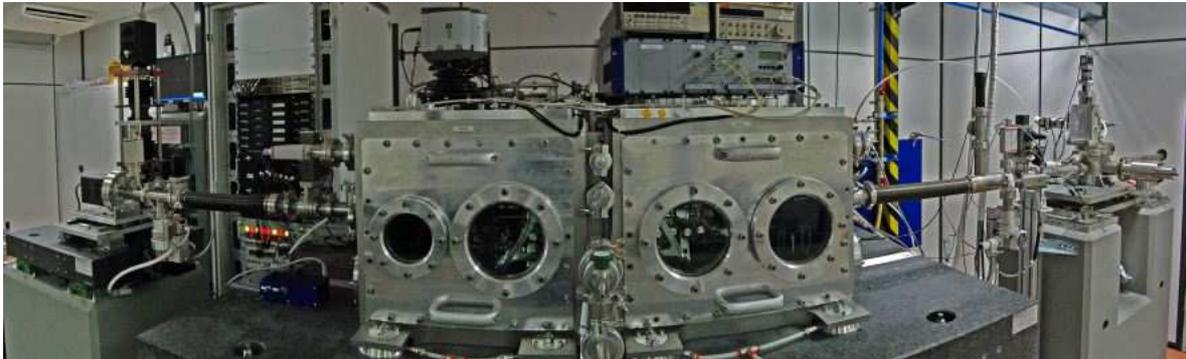


Figura 2.5: Panoramica della camera sperimentale sulla beamline TwinMic [10].

Verrà di seguito fornita una descrizione dell'intero apparato di misura presente sulla linea di luce e in particolare della sezione dedicata alle misure di fluorescenza. Oltre ai rivelatori, che rappresentano l'anima della beamline, c'è un complesso sistema di lenti ottiche con le quali si è in grado di passare velocemente da una modalità di acquisizione all'altra, alternando immagini a tutto campo con scansioni di precisione sul campione. Proprio le ottiche sono anche le principali responsabili della massima risoluzione spaziale ottenibile nelle scansioni.

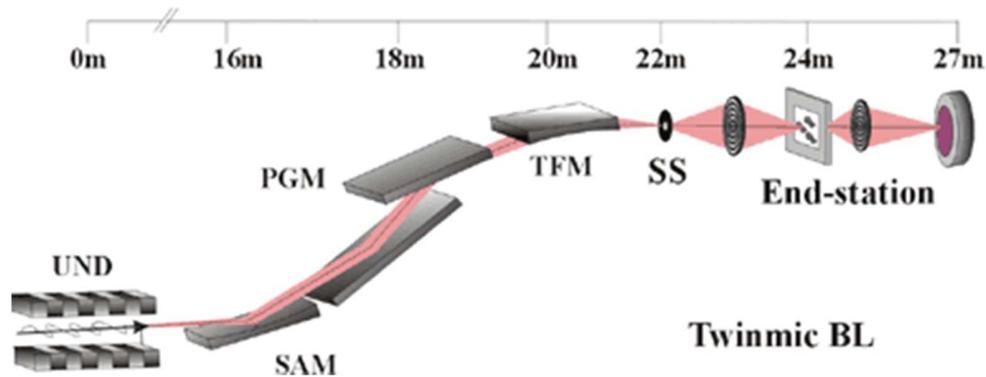


Figura 2.6: Sistema di ottiche della linea di luce TwinMic: UND (undulator source), SAM (sagittally focusing mirror), PGM (plane grating monochromator), TFM (torroidal focusing mirror), SS (secondary source – array of pinholes) [10].

La sorgente dei raggi X è un onduttore posto in uno dei tratti rettilinei dell'anello circolare subito prima dell'uscita dei fotoni sulla linea di luce. Questi vengono riflessi da varie ottiche per essere poi filtrati dal monocromatore a reticolo planare PGM (plane grating monochromator) e proiettati sul campione da analizzare.

Ci troviamo a questo punto nel cuore della linea di luce, ovvero al suo strumento di misura. Come già accennato in precedenza si tratta di uno strumento multiplo dotato sia di una camera CCD per immagini a tutto campo che di una camera CCD per scansioni, oltre ai sensori SDD da utilizzare per misure di fluorescenza. La camera CCD per immagini a tutto campo, posta dietro al campione, è una Pixis della Princeton con 1340 x 1300 pixel e un range dinamico di 15 bit. Il tempo di esposizione varia da 0.5 secondi fino a 60 secondi. La CCD per le scansioni è invece una camera della Andor Technology più veloce, che richiede un tempo di integrazione tra i 10 e i 50 ms, con risoluzione di 14 bit. Questa è posta ad un angolo di 90° rispetto al fascio di fotoni, che vengono quindi riflessi su di essa sfruttando uno specchio (figura 2.7).

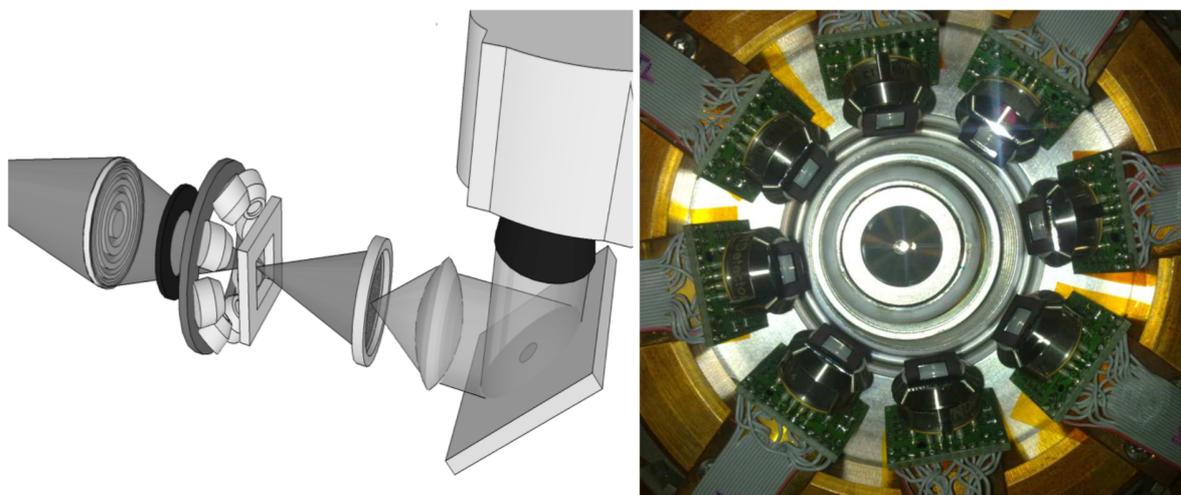


Figura 2.7: Gli 8 detector SDD attualmente in uso sulla TwinMic montati intorno all'anello di raffreddamento (nella figura sinistra insieme alla CCD per scansioni).

Le camere a deriva di silicio SDD, usate nella modalità di scansione insieme alla CCD Andor, si trovano davanti al campione per poter raccogliere la fluorescenza emessa

quando esso viene colpito dal fascio di fotoni. Si tratta di 8 SDD, 7 dei quali hanno una superficie attiva di 30 mm², uno invece è più piccolo e misura 20 mm². I rivelatori sono sensibili a tutte le energie nel range 280 - 2200 eV con una risoluzione di 80 eV sulla riga del sodio (1041 eV) e un'efficienza quantica sulla riga del boro (183 eV) del 60% circa. I SDD vengono raffreddati a circa -20°C tramite delle celle peltier, il lato caldo delle quali viene contattato da un anello di raffreddamento in rame posto intorno agli SDD nel quale circola acqua ad una temperatura di circa 10°C.

Le 8 camere a deriva di silicio sono pixel detector a singolo anodo e funzionano come unità autonome; ognuna è collegata ad una propria scheda che funge da preamplificatore e fornisce le alimentazioni necessarie al funzionamento del detector. Dalla camera a vuoto escono quindi 8 segnali analogici che vengono formati, campionati e digitalizzati da 8 sistemi di conversione (shaping e ADC) forniti da XGlab e posti in aria fuori dalla camera sperimentale. Gli ADC sono poi collegati a dei MCA (*multichannel analyzer*) che elaborano i dati ottenuti creando un istogramma delle misure. Per quanto riguarda l'interfaccia utente tutti i programmi di controllo dello strumento sono stati sviluppati nel linguaggio LabVIEW per poter cambiare ed aggiornare i software in modo veloce, senza dover ricorrere alla programmazione di basso livello.

I SDD sono posti a una distanza di 28 mm dal campione analizzato e inclinati di 20° in modo da essere perpendicolari al raggio della sfera con centro nel campione [9]. Davanti ai rivelatori sono stati montati dei collimatori con una finestra d'apertura di 25 mm² per schermare dalla radiazione incidente i bordi dei SDD, in modo da evitare che i fotoni contattino il rivelatore vicino al bordo dove si rischia la raccolta incompleta che degrada la risoluzione energetica. Davanti ad ogni SDD è stata inoltre montata una membrana di nitruro di silicio (Si₃N₄) da 75 nm per proteggere il detector da impurità rilasciate dal campione, diminuendo però l'efficienza dei rivelatori alle basse energie.

In base a questi dati si può calcolare l'angolo solido coperto dall'intero sistema composto da 8 detector. Siccome i detector stanno su un'ipotetica sfera con al centro il campione si può usare direttamente la definizione dell'angolo solido:

$$\Omega = A / r^2$$

dove Ω rappresenta l'angolo solido in steradiani e A l'area proiettata dall'oggetto su una sfera di raggio r centrata nel punto sul quale si vuole calcolare l'angolo solido. Con ragionevole approssimazione si può considerare A l'area di apertura del collimatore e r la distanza di questi dal campione. Così facendo si ottiene un'angolo solido totale per 8 detector $\Omega = 0,255$ sr (steradiani) che equivale all'incirca al 4% dell'emisfero nel quale il campione irradia fluorescenza. Il dato è stato confermato anche dalle simulazioni basate sul metodo Monte Carlo nelle quali i rivelatori sono stati irradiati da 10^7 fotoni a 1.5 keV emessi in modo isotropico da un punto sul campione. Il totale dei fotoni raccolti sugli 8 SDD ammontava al 3.7% delle radiazioni emesse dal campione.

Con la copertura dell'angolo solido limitata al 4% circa dell'emisfero nel quale il campione emette fluorescenza, si riesce ad acquisire dai 20.000 ai 30.000 fotoni al secondo. Per raccogliere le informazioni necessarie con questa frequenza di incidenza, i tempi di integrazione sono dell'ordine dei 5 secondi per punto. Nella modalità di scansione il campione viene spostato tramite un sistema di movimentazione a passi anche sub-micrometrici in modo da illuminare con la luce di sincrotrone solo una piccola parte del campione, la quale risulterà un pixel nella mappa finale. Acquisendo mappe di 80x80 pixel è facile realizzare che per ogni campione una scansione dura dalle 6 alle 12 ore circa. Tempi di acquisizione lunghi limitano la dimensione massima delle mappe e diminuiscono l'efficienza della beamline, che vede limitarsi il proprio programma scientifico in funzione delle lunghe attese di acquisizione. Oltre a ciò il campione sotto analisi rischia di essere danneggiato a causa di una lunga esposizione ad un fascio concentrato di raggi X.

Sulla linea viene attualmente perso più del 96% dei fotoni di fluorescenza. Si capisce subito che aumentando la copertura di angolo solido dei rivelatori aumenterebbe la frequenza dei conteggi, diminuendo notevolmente il tempo necessario a completare un ciclo di misure. Calcolando che il costo di una linea di luce come la TwinMic si aggira intorno ai 3000 €/ora, questo comporterebbe anche conseguenze economiche non trascurabili e una maggiore competitività con le linee di luce simili in ambito europeo e mondiale.

Il problema riscontrato sulla beamline TwinMic è un problema tipico per le linee che si occupano di fluorescenza a basse energie, dove il numero di conteggi è di per sé limitato sia dalla bassa probabilità di un'emissione fotonica (vedi sezione 2.1) sia da una bassa

efficienza quantica dei rivelatori nei quali i fotoni poco energetici rischiano di essere assorbiti dalla finestra d'ingresso del rivelatore prima di contattare la zona svuotata. Diventa perciò indispensabile coprire il più possibile la zona di emissione della fluorescenza per evitare di sprecare i pochi fotoni disponibili. Ciò può essere fatto solo con rivelatori fatti su misura, appositamente studiati per le esigenze della particolare linea di luce sulla quale verranno installati. Solo così si può infatti sfruttare appieno le potenzialità e lo spazio a disposizione nelle complicate camere sperimentali che si differenziano da linea a linea.

La linea di luce XAFS

La beamline XAFS si trova sulla tangente di uno dei magneti curvanti di Elettra, il che le permette di lavorare in un range di energie molto ampio. Il monocromatore della linea fornisce in uscita fotoni di energie dai 2.4 keV fino ai 27 keV, garantendo flessibilità alla linea, che può adeguarsi a un gran numero di esperimenti possibili su diversi materiali.

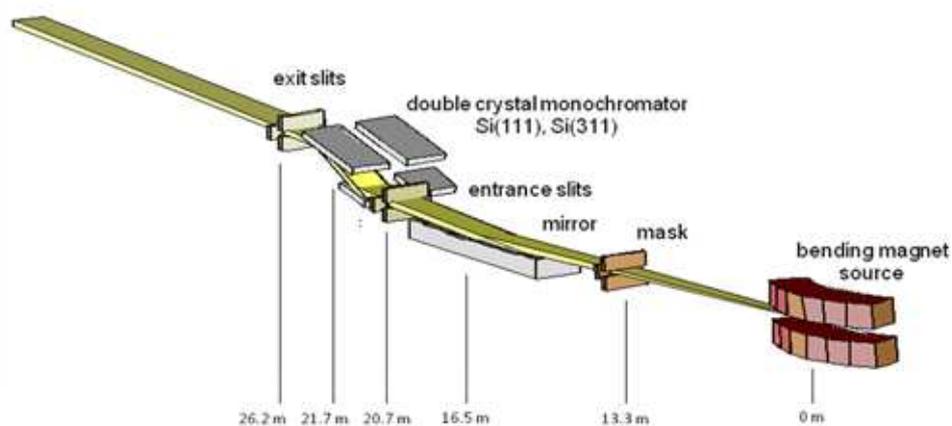


Figura 2.8: Sistema di ottiche della linea di luce XAFS: i fotoni prodotti dal magnete curvante vengono filtrati da un monocromatore selettivo e proiettati sul campione sotto analisi controllando la zona illuminata tramite delle slit in tungsteno [11].

I campi di ricerca tipici della linea XAFS spaziano dalla fisica fondamentale alla catalisi e dalla scienza dei materiali fino alle nanotecnologie. La beamline è stata aperta agli utenti nel 2004 con l'intento di combinare la *spettroscopia di assorbimento* (X-ray absorption spectroscopy, XAS) con la *diffrazione a raggi X* (X-ray diffraction, XRD).

La spettroscopia XAS studia l'andamento del coefficiente d'assorbimento del campione analizzato in funzione dell'energia dei fotoni incidenti. Dallo spettro ricavato tramite una scansione in energia è possibile studiare la struttura locale dell'elemento eccitato tramite l'analisi delle sue soglie (K , L , $M\dots$) facilmente riconoscibili. Lo spettro XAS viene comunemente diviso in due regioni, XANES (X-ray Absorption Near Edge Structure) e EXAFS (Extended X-ray Absorption Fine Structure), in funzione dell'energia di partenza e di fine scansione. Com'è visibile nella figura 2.9 la regione XANES rappresenta la scansione nell'intorno di qualche decina di eV della soglia d'interesse, la regione EXAFS si estende invece fino alla fine dello spettro (solitamente qualche keV dopo la soglia d'interesse).

La diffrazione a raggi X è il complemento ideale della tecnica XAS e sfrutta lo scattering elastico coerente dei fotoni che colpiscono la materia per fornire informazioni sulla struttura cristallina delle polveri.

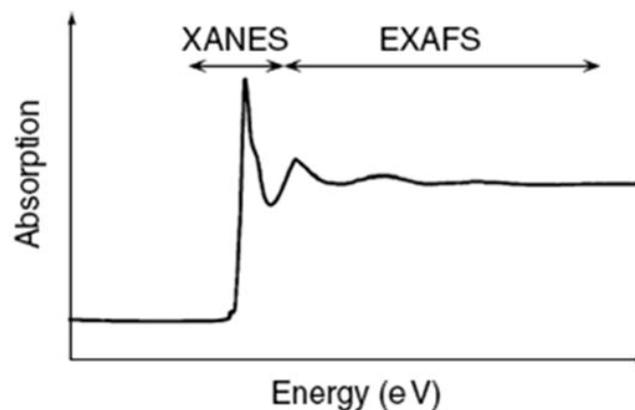


Figura 2.9: Rappresentazione schematica dello spettro d'assorbimento dei raggi X con le due regioni d'interesse XANES e EXAFS.

Gli spettri XAS possono essere registrati sia in trasmissione, misurando l'intensità della radiazione incidente e trasmessa, sia in fluorescenza, misurando l'intensità della radiazione di fluorescenza. Le misure in trasmissione vengono effettuate tramite delle camere di ionizzazione della Oxford Instruments, che fanno parte della famiglia dei rivelatori a gas menzionati nel primo capitolo. Le misure di fluorescenza vengono preferite a quelle in trasmissione nel caso di un campione molto diluito o totalmente assorbente, sul quale non sarebbe possibile misurare la radiazione trasmessa. In questo caso ci si affida solitamente ai rivelatori a semiconduttore, principalmente ai SDD.

Le misure di fluorescenza sulla linea XAFS vengono attualmente effettuate con il sistema AXAS-M. Si tratta di uno strumento commerciale prodotto dalla KETEK GmbH che si basa su un SDD VITUS con una superficie attiva di 100 mm^2 collimata a circa 80 mm^2 . La risoluzione energetica dello strumento raffreddato a -70°C è di 170 eV a 5.9 keV con il tempo di formatura di $1 \mu\text{s}$ [12].

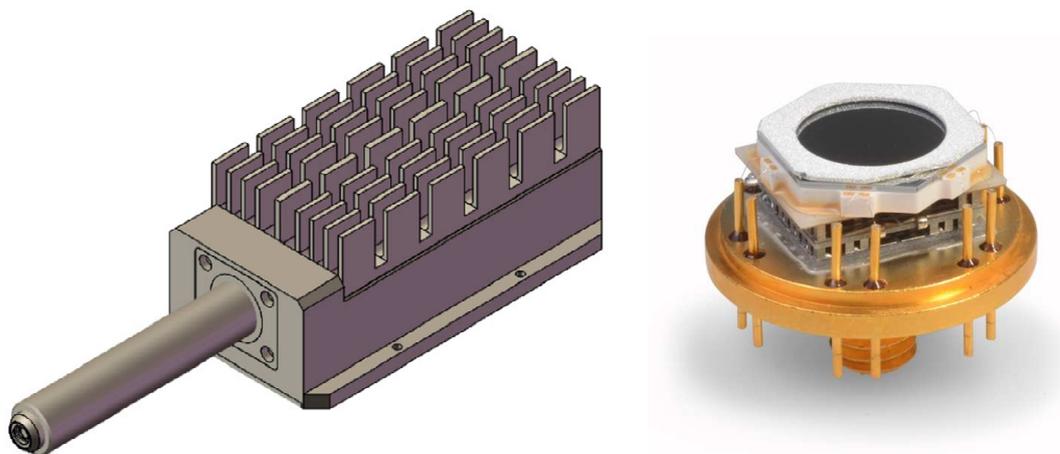


Figura 2.10: La struttura del KETEK AXAS-M (immagine sinistra) con il SDD VITUS da 80 mm^2 (immagine destra) che viene montato sulla punta del lungo tubo che collega il SDD al suo front-end [13].

La luce di sincrotrone proiettata sul campione genera tantissimi fotoni di fluorescenza, essendo il fascio esteso su una superficie di parecchi mm^2 (a differenza di quello su TwinMic dove i punti vengono scansionati su superfici di area inferiore ad un micrometro

quadro). Oltre a ciò i conteggi utili alle misure sono solitamente molto diluiti nella fluorescenza della matrice sulla quale è posto il campione. Si ha quindi una count-rate molto alta dalla quale bisogna però filtrare l'informazione utile. Il setup di misura attuale è fortemente limitato dal tempo morto introdotto da fenomeni di pile-up causati dalla geometria composta da un solo grande pixel. Il rivelatore deve essere spostato a diversi centimetri di distanza dal campione per evitare la sua saturazione, perdendo in questo modo tantissimi conteggi e allungando i tempi di acquisizione, vista anche la scarsa concentrazione dei fotoni d'interesse per un dato esperimento.

Per le misure EXAFS si effettua scansioni in energia su un range di circa 2 keV, prendendo solitamente 1000 punti di scansione per ogni keV. Con il setup attuale ogni punto di scansione viene integrato per 5-10 secondi a seconda della densità del campione sulla matrice. Una scansione completa dura quindi fino a quasi 6 ore, il che, similmente a quanto visto per la beamline TwinMic, limita il numero degli esperimenti possibili e rallenta il lavoro di ricerca. La soluzione più intuitiva al dato problema è rappresentata da un sistema frazionato in molte celle di dimensioni contenute in grado di sostenere alti tassi di conteggio con una buona risoluzione energetica. E' nata così l'idea di un nuovo rivelatore a deriva di silicio, introdotto nel prossimo capitolo, composto da ben 64 celle, facilmente installabile sulle linee che si occupano di spettroscopia XAS e in grado di sostenere alti tassi di conteggio.

Bibliografia

- [1] H. S. Allen, "Charles Glover Barkla. 1877 – 1944", *Obituary Notices of Fellows of the Royal Society*, 5 (12): 341, 1947.
- [2] H. G. J. Moseley, "The High Frequency Spectra of the Elements", *Philosophical Magazine*, vol. 27, pp. 703-713, 1914.
- [3] P. Brouwer, "Theory of XRF, getting acquainted with the principles", *third edition*, PANalytical B.V., Almelo, 2010.

-
- [4] A. C. Thompson et al., “X-ray data booklet”, *Lawrence Berkley National Laboratory, University of California, Berkley*, 2001.
- [5] W. Heitler, “The Quantum Theory of Radiation”, *3rd Edition, Clarendon Press, London*, 1954.
- [6] A. Gianoncelli et al., “Simultaneous Soft X-Ray Transmission and Emission Microscopy”, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A*, vol. 608, pp. 195–198, 2009.
- [7] R. H. Menk, “Detector Study”, *Elettra internal document*, 2008.
- [8] B. Kaulich et al., “TwinMic - A European Twin X-ray Microscopy Station Commissioned at ELETTRA”, *Proc. 8th Int. Conf. X-ray Microscopy IPAP Conf. Series 7*, pp. 22-25, 2006.
- [9] B. Kaulich et al., “Low-energy X-ray fluorescence microscopy opening new opportunities for bio-related research”, *J. R. Soc. Interface*, no. 6, 2009.
- [10] Elettra - Sincrotrone Trieste, “TwinMic”, <http://www.elettra.trieste.it/elettra-beamlines/twinmic.html>, 2015.
- [11] A. Di Ciccio et al., “Novel XAFS capabilities at Elettra synchrotron light source”, *Journal of Physics: Conference Series*, vol. 190, 2009.
- [12] S. Fabiani et al., “Development and tests of a new prototype detector for the XAFS beamline at Elettra Synchrotron in Trieste”, *Journal of Physics: Conference Series, Volume 689, Issue 1*, 2016.
- [13] KETEK GmbH, “AXAS-M Analytical X-Ray Acquisition System – Modular”, *User’s Manual version 2.0*, 2009.

Capitolo 3

Il progetto ReDSOX: nuove soluzioni per rivelatori a deriva di silicio allo stato dell'arte

Analizzando la situazione delle due linee di luce tipo di Elettra per quanto riguarda la spettroscopia di fluorescenza: TwinMic e XAFS, descritte nel capitolo precedente, si evince, che le beamline che si occupano di fluorescenza a raggi X vengono spesso penalizzate dall'inadeguatezza dei rivelatori in uso. L'approccio vincente per migliorare la situazione sotto questo profilo risiede nei rivelatori multi-cella che, come verrà spiegato in seguito, portano notevoli vantaggi sia quantitativi che qualitativi nelle misure di fluorescenza. La progettazione e la realizzazione di un nuovo sistema di misura basato sui rivelatori a deriva richiede però esperienze in molteplici campi che vanno dalla realizzazione del rivelatore nella fonderia di silicio fino all'interfaccia utente per la lettura dei dati con esso raccolti. E' quindi impensabile che un unico ente possa far fronte da solo a una sfida così complessa. E' nata perciò una collaborazione tutta italiana sotto forma di un progetto chiamato ReDSOX (*Research Drift for Soft X-rays*), il quale unisce tutti gli elementi necessari per comporre l'intera filiera di produzione, test e ingegnerizzazione di nuovi sistemi basati sui SDD.

In questo capitolo verrà descritta la collaborazione all'interno del progetto ReDSOX, grazie alla quale è stato possibile seguire tutti i passi di progettazione e produzione dei nuovi rivelatori. Verranno introdotti tutti gli enti implicati, ognuno responsabile di una delle parti dalle quali è composto il sistema di misura, dove però il confine di competenza è molto labile e il risultato finale testimonia una stretta collaborazione tra tutti i membri

su tutti gli aspetti relativi al sistema finale. Infine saranno descritte le idee innovative applicate ai nuovi sistemi di misura dedicati alle due linee tipo descritte nel precedente capitolo, ma facilmente adattabili alle esigenze di qualunque linea di luce con problematiche simili. Verrà dunque presentata la struttura dei nuovi strumenti di misura senza però entrare nei dettagli realizzativi, che verranno trattati in modo esaustivo nei capitoli successivi.

3.1 Il progetto ReDSOX: dallo spazio ai sincrotroni

Il progetto ReDSOX nasce ufficialmente nel 2013 come continuazione del progetto XDXL, X-Detector eXtra-Large, che dal 2009 al 2012 ha portato allo sviluppo di camere a deriva di silicio di grande area per la misura di raggi X di bassa energia, approfondendo gli aspetti tecnologici di produzione che riguardano la corrente di leakage, l'efficienza dei rivelatori e la loro geometria per diverse applicazioni. La collaborazione iniziale tra l'INFN di Trieste, Roma, Padova, Bologna e Pavia è stata ulteriormente allargata per il progetto ReDSOX includendo altri poli scientifici, tra i quali il Sincrotrone Trieste, in modo da orientare la ricerca scientifica anche sui detector per sorgenti di luce avanzata come appunto la luce di sincrotrone. Il progetto ReDSOX, terminato ufficialmente nel 2015, sta continuando sotto il nome di ReDSOX 2 e si concluderà entro la fine del 2017. Il gruppo ReDSOX include attualmente tra i partner Elettra (il sincrotrone di Trieste), varie sezioni dell'INFN (Istituto Nazionale di Fisica Nucleare), l'Università di Bologna, il Politecnico di Milano, l'Università di Pavia, IASF-INAF di Bologna (Istituto di Astrofisica Spaziale e Fisica Cosmica) e IAPS-INAF di Roma (Istituto di Astrofisica e Planetologia Spaziali), l'ICTP (centro internazionale di fisica teorica di Miramare - Trieste), oltre alla fonderia di silicio FBK (Fondazione Bruno Kessler) di Trento. Una collaborazione su così ampia scala, oltre ad essere in grado di coprire svariate aree di competenza e garantire lo sviluppo di tutte le fasi del progetto, garantisce di poter

concorrere nel campo dei rivelatori a raggi X ai più grandi ed ambiziosi progetti europei, che tendono sempre più a premiare le grandi sinergie nazionali ed internazionali.

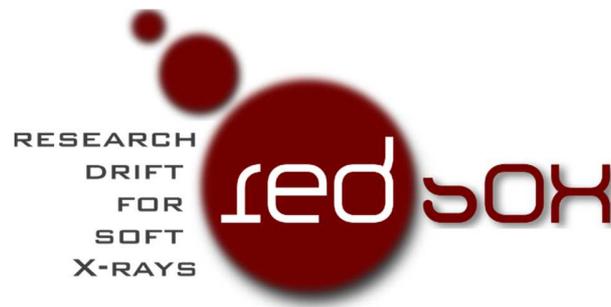


Figura 3.1: Logo del progetto ReDSOX raffigurante l'allargamento spaziale della carica durante il suo percorso verso l'anodo nei rivelatori a deriva di silicio.

Com'è intuibile dai partner di ReDSOX la piattaforma tecnologica è molto varia e spazia dall'astrofisica alla fisica delle particelle. Nell'ambito del progetto vengono studiati rivelatori per tantissime applicazioni, che riguardano lo studio dei raggi X cosmici e quelli prodotti dalle sorgenti di luce controllate, come ad esempio i sincrotroni. Il comune denominatore per tutti gli esperimenti condotti all'interno di ReDSOX è la camera a deriva di silicio che, seppure realizzata in maniera molto diversa da caso a caso, accomuna tutta una serie di problematiche che possono essere risolte insieme nell'ambito della collaborazione. Malgrado i rivelatori per le varie applicazioni abbiano specifiche molto diverse, sono in realtà profondamente legati fra loro. Oltre ad accomunare parte del personale coinvolto, che lavora su più rami del progetto ReDSOX, anche la tecnologia impiegata ha punti in comune.

Inizialmente la ricerca all'interno del gruppo è stata fortemente spinta dall'esperimento LOFT (*Large Observatory for X-ray Timing*), che verte sull'osservazione dei raggi X nello spazio per rispondere a domande di astrofisica fondamentali, quali il moto della materia in prossimità dei buchi neri e lo stato della materia nelle stelle di neutroni, dove ci si aspetta di osservare gli effetti previsti dalla relatività generale di Einstein. Nell'ambito dell'esperimento si prevede il lancio di un satellite sul quale verranno montati

dei SDD di grandi dimensioni soprannominati *Large Area Detector* (LAD) che insieme copriranno un'area di circa 10 m^2 . L'intento è di analizzare la banda di energie dai 2 keV ai 30 keV (fino a 80 keV nella modalità di funzionamento estesa) con una risoluzione energetica di circa 260 eV a 6 keV [1]. LOFT è stato approvato dall'ESA (European Space Agency) ed era tra le quattro finaliste per la terza missione di classe media M3 nell'ambito del piano a lungo termine Cosmic Vision 2015-2025, per la quale però infine non è stato scelto. Ora concorre per la missione M5, oltre ad avere altre opportunità di lancio con la NASA e con le agenzie spaziali russa e cinese. Grazie al cospicuo budget necessario per una missione di classe media (intorno ai 500 milioni di euro) LOFT ha fatto da "traino" allo sviluppo di SDD per altre applicazioni, per le quali è stato inizialmente sfruttato lo spazio marginale a disposizione nei run di produzione dedicati ai LAD e gli ASIC di read-out realizzati appositamente per il sistema LOFT.



Figura 3.2: Rendering del satellite ospitante l'esperimento LOFT, sul quale l'area coperta dai SDD LAD, disposti sui 5 pannelli in testa, misura quasi 10 m^2 [2].

La parte del progetto ReDSOX nella quale è coinvolto anche il Sincrotrone di Trieste è altrettanto ambiziosa ma molto diversa dall'esperimento LOFT. Il progetto è orientato allo sviluppo di rivelatori di radiazione che si prestano alla microspettroscopia dei campioni mediante i raggi X emessi da una sorgente di luce avanzata. Anche qui si utilizza i Silicon Drift Detector come strumento di rivelazione dei raggi X, le energie in gioco sono però molto più basse e la risoluzione energetica deve essere sensibilmente più alta; si vuole infatti distinguere i singoli elementi che compongono il campione analizzato, il che prevede una risoluzione intorno agli 80 eV FWHM sulle righe di fluorescenza degli elementi a bassa energia (< 2 KeV). Anche la geometria dei rivelatori è in un certo senso opposta a quella dei LAD; per le applicazioni descritte in questa tesi si vuole infatti realizzare rivelatori di aree non troppo grandi e segmentati in più pixel. Come già detto sono stati sfruttati alcuni run della fonderia FBK dedicati alla produzione dei LAD di LOFT per realizzare i primi prototipi del detector dalla forma trapezoidale per TwinMic sullo stesso wafer di silicio, approfittando dello spazio in avanzo intorno ai detector di grande area. Oltre alla condivisione dello spazio sul wafer di silicio, è stato sviluppato per LOFT anche il primo sistema di front-end usato per interfacciarsi al detector trapezoidale, con tutte le limitazioni che ne derivano [3].

Per quanto riguarda i due sistemi SDD descritti in questa tesi, gli enti coinvolti sono principalmente l'INFN di Trieste, che si occupa del disegno dei rivelatori e delle misure di caratterizzazione su di essi insieme alla FBK che si prende cura anche della loro produzione, il Politecnico di Milano che progetta i preamplificatori sotto forma di ASIC ed Elettra, incaricata della progettazione delle PCB che ospitano il rivelatore e i preamplificatori, ma anche l'elettronica di campionamento ed elaborazione dei segnali, oltre ad occuparsi dell'interfaccia utente e dei test del sistema completo. Ovviamente una divisione netta dei compiti non è possibile e tutti gli interessati collaborano su tutte le fasi del progetto, fornendo supporto e un aiuto molto prezioso che spesso arriva anche da altri enti nella collaborazione non strettamente legati alla ricerca sui SDD per luce di sincrotrone, come ad esempio l'ICTP che ha offerto un forte contributo sul filtraggio digitale dei dati acquisiti.

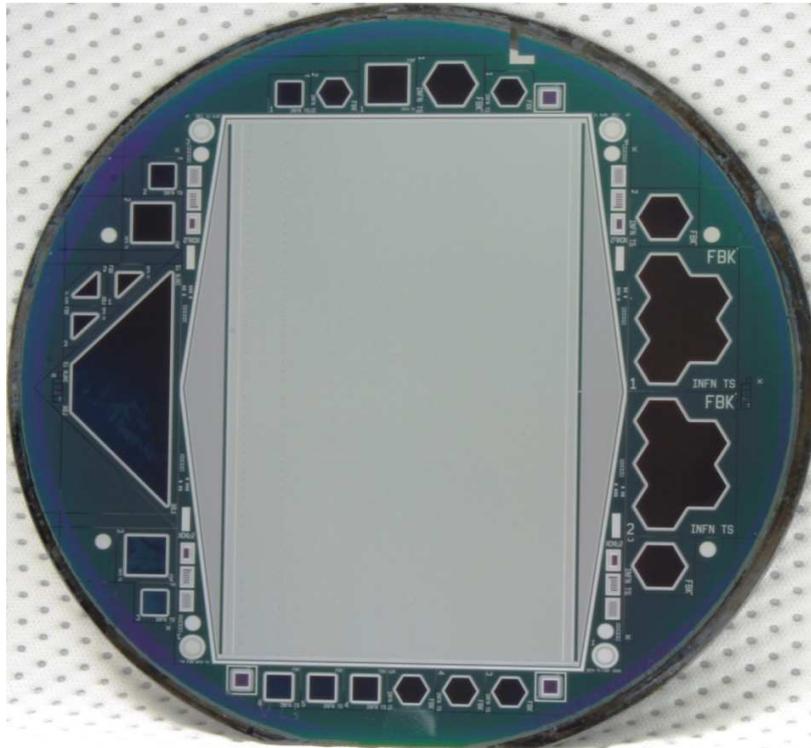


Figura 3.3: Uno dei primi wafer da 4 pollici prodotti da FBK ospitante un rivelatore trapezoidale disegnato per TwinMic (a sinistra) sfruttando lo spazio intorno a un LAD di LOFT (la struttura in centro).

3.2 Idee innovative per i nuovi SDD

Quando si parla di rivelatori per luce di sincrotrone è molto difficile generalizzare in quanto ogni linea di luce effettua esperimenti caratteristici con setup particolari e spesso unici, dei quali bisogna tenere conto nella progettazione del sistema di misura se si vuole sfruttare appieno le potenzialità delle beamline. Tutto ciò fa sì che i rivelatori commerciali standardizzati risultano spesso inadeguati per un dato ambiente di misura o un'applicazione particolare. E' nata così l'idea di progettare e realizzare rivelatori dedicati, tenendo conto delle specifiche e delle caratteristiche delle linee di luce tipiche per certe applicazioni. Si tratta di un progetto piuttosto ambizioso che sicuramente non

sarebbe stato possibile senza il contributo di ogni singolo partner della collaborazione introdotta nella sezione precedente.

Di seguito verranno presentate le soluzioni adottate per aumentare l'efficienza delle due beamline descritte nel secondo capitolo: le linee di luce TwinMic e XAFS. Verranno descritti i due nuovi sistemi nella loro totalità, senza però entrare nel dettaglio dei singoli elementi che li compongono. Maggiori dettagli verranno forniti nei capitoli successivi descrivendo in modo approfondito prima la parte analogica e successivamente quella digitale.

Il sistema per TwinMic

Dal capitolo precedente traspare che il limite principale della linea TwinMic risiede nell'angolo solido limitato coperto dai rivelatori commerciali attualmente in uso, i quali riescono a catturare solo il 4% circa delle radiazioni di fluorescenza emesse durante la scansione di un campione. L'obiettivo è quindi aumentare l'angolo solido coperto dal nuovo sistema senza però peggiorare la risoluzione energetica e l'efficienza alle basse energie dei rivelatori attuali che già soddisfano le specifiche della beamline.

Da accurati studi sulla geometria dei nuovi rivelatori è emerso che la configurazione che meglio sfrutta lo spazio a disposizione all'interno della camera sperimentale di TwinMic è quella composta da 4 rivelatori dalla forma trapezoidale posti come i lati di un tronco piramidale: i raggi X generati dal sincrotrone escono dalla base minore e il campione da analizzare è posto nel centro della base maggiore della piramide tagliata (vedi figura 3.4). Con 4 SDD da 308 mm² di area attiva inclinati di 33° rispetto al piano sul quale si trova l'anello di raffreddamento (come in figura 3.4) si riesce a coprire un angolo solido pari a circa il 22% della semisfera nella quale il campione emette fluorescenza, guadagnando circa 6 volte rispetto all'angolo solido coperto dal sistema di 8 SDD commerciali attualmente in uso sulla linea. Dato che la frequenza dei conteggi aumenta linearmente con l'aumento dell'angolo solido coperto dal sistema, anche i tempi di misura necessari per completare una mappa di scansione sulla linea diminuiscono di pari passo: dalle 6-12 ore attuali si passerebbe ad 1-2 ore. Si tratta dunque di un miglioramento notevole che

farà aumentare l'efficienza della beamline, permettendo un numero maggiore di esperimenti e l'acquisizione di mappe di grandi dimensioni.

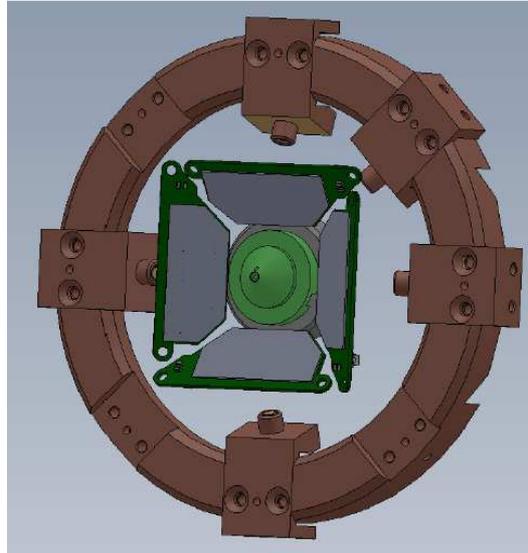


Figura 3.4: I 4 SDD dalla forma trapezoidale posti intorno al cono d'uscita della luce di sincrotrone. Il campione da analizzare si trova pochi millimetri sopra la punta del cono. L'anello in rame che circonda i rivelatori viene usato per raffreddare sia i rivelatori che l'elettronica posta in vuoto.

Per le ragioni spiegate nel primo capitolo, come ad esempio la diminuzione della corrente di buio, la maggiore libertà costruttiva e la diminuzione del fenomeno di pile-up, è preferibile dividere un rivelatore a deriva di tali dimensioni in più unità autonome, chiamate celle o pixel. Il rivelatore trapezoidale è stato perciò diviso nella sua versione finale in 8 pixel e ad essi è stato ovviamente dimensionato tutto il sistema di read-out ed elaborazione che comprende i preamplificatori, i shaper analogici, gli ADC per il campionamento dei segnali e l'elaborazione e la trasmissione dei dati verso un PC tramite FPGA. Per motivi pratici ognuno dei 4 rivelatori dispone di una propria unità di elaborazione dati e si comporta quindi come uno strumento autonomo.

Sulla linea TwinMic si lavora in alto vuoto per evitare l'assorbimento nell'aria delle radiazioni a bassa energia. Oltre al rivelatore anche i preamplificatori devono essere installati nella camera a vuoto per garantire percorsi brevi tra l'anodo ed il primo transistor (vedi primo capitolo). Da qui si potrebbe teoricamente uscire dal vuoto con un

segnale analogico già amplificato e bufferizzato. Questa soluzione è stata però scartata decidendo di sistemare in vuoto anche la parte di elaborazione dei dati per due motivi principali:

- Il percorso dalla camera sperimentale di TwinMic in aria è piuttosto lungo e circondato da strumentazione molto rumorosa (come ad esempio le pompe da vuoto); è preferibile dunque digitalizzare il segnale in uscita dai preamplificatori il prima possibile in quanto un opportuno segnale digitale è meno sensibile al rumore irradiato dall'ambiente circostante.
- La camera sperimentale di TwinMic ha a disposizione un numero limitato di connessioni passanti dal vuoto in aria. Per elaborare i segnali fuori dalla camera sperimentale sarebbero necessarie 32 linee passanti solo per i segnali in uscita dai preamplificatori (4 trapezi da 8 pixel) senza contare le linee necessarie alle alimentazioni e al controllo del sistema. Elaborando i segnali all'interno della camera sperimentale e trasmettendo i dati in seriale si può ridurre notevolmente il numero delle connessioni passanti, oltre a rendere possibile un'eventuale aumento del numero di pixel senza alterare le connessioni con l'esterno della camera sperimentale.

Per adeguarsi ai vincoli strutturali della camera a vuoto sulla linea di luce TwinMic e minimizzare le modifiche meccaniche durante l'installazione del nuovo sistema di misura, si è pensato di dividere l'elettronica posta in vuoto su due distinte schede stampate: la PCB di front-end e la PCB di back-end. La prima scheda, posta all'interno dell'anello di raffreddamento, contiene il detector, i preamplificatori e i filtri per le relative alimentazioni. La scheda con i shaper e la parte digitale si trova invece all'esterno dell'anello di raffreddamento (figura 3.5).

I due maggiori problemi che si devono affrontare mettendo dell'elettronica in vuoto sono il degassamento dei materiali e il raffreddamento dei componenti che dissipano potenze rilevanti. Partiamo dal primo: sulla beamline TwinMic si lavora in condizioni di alto vuoto ad una pressione di 10^{-6} mbar. Il vuoto in questione, non essendo particolarmente spinto, riesce a sopportare leggeri degassamenti da parte dei componenti a bordo della scheda; avendo sulla linea delle pompe da vuoto abbastanza potenti, i componenti elettronici, pur non essendo certificati come *low-outgassing*, non compromettono la qualità del vuoto nella camera sperimentale.

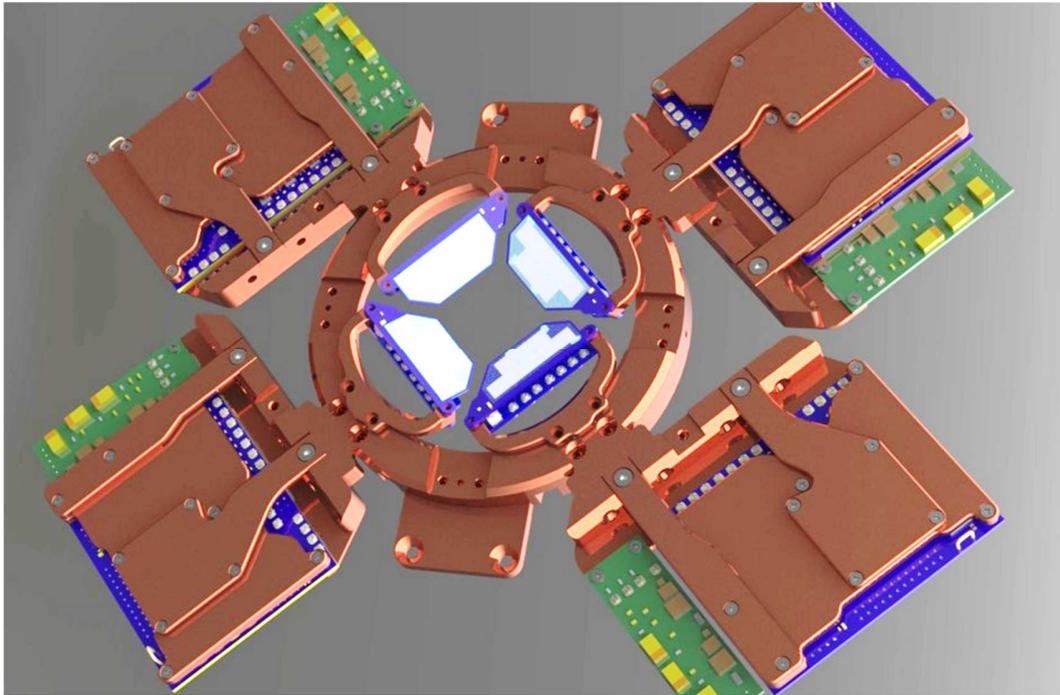


Figura 3.5: Il nuovo sistema completo di 4 rivelatori: sulle PCB all'interno dell'anello di raffreddamento si trovano i rivelatori e i preamplificatori, su quelle più grandi all'esterno invece i shaper, gli ADC e le FPGA.

Per quanto riguarda il raffreddamento, la questione è più complicata. Nel vuoto non si può contare sulla dissipazione termica attraverso l'aria e bisogna quindi pensare a un sistema di raffreddamento alternativo per ogni componente che dissipa potenza. Già dal consumo complessivo della scheda di back-end, intorno a 1.6 A per 3.3 V, si può capire la necessità di un sistema di raffreddamento efficace. La soluzione adottata si basa sull'anello di raffreddamento all'interno del quale circola un liquido refrigerante a una temperatura di $-10\text{ }^{\circ}\text{C}$. Il piano di massa della PCB di back-end è collegato direttamente all'anello tramite un supporto meccanico appositamente progettato. La PCB viene ulteriormente raffreddata tramite una piastra in rame posizionata sopra la PCB, anch'essa fissata all'anello di raffreddamento. Tra la piastra in rame e la PCB viene inserita una speciale pasta termoconduttiva ma isolante elettricamente che si adatta perfettamente alla superficie irregolare della PCB, garantendo un buon contatto termico su tutti i componenti.

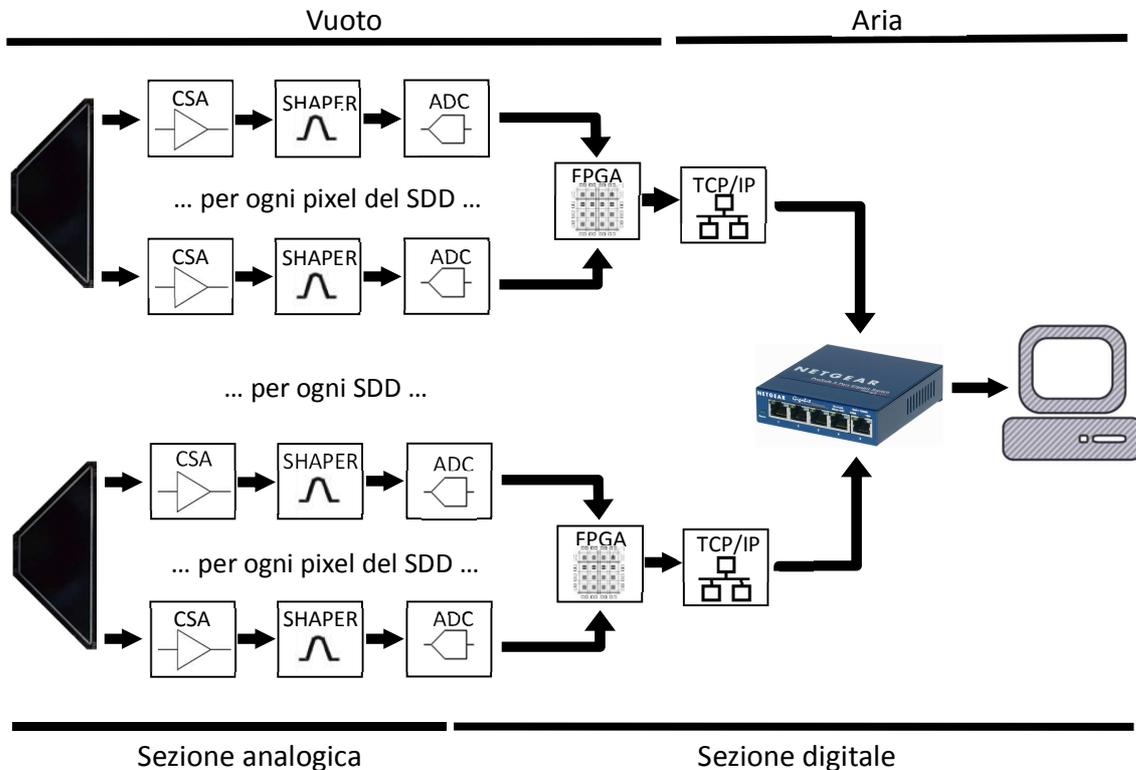


Figura 3.6: Rappresentazione schematica del nuovo sistema di misura per TwinMic nella sua totalità. I dati acquisiti su ogni SDD vengono elaborati da un FPGA e spediti in seriale ad una PCB fuori dalla camera sperimentale che li trasforma a sua volta in pacchetti TCP/IP. Il flusso di dati proveniente dai 4 SDD viene smistato da uno switch di rete e passato ad un PC su un unico cavo ethernet.

Per il rivelatore è stato previsto un'ulteriore sistema di raffreddamento per portare il detector a temperature sotto i $-10\text{ }^{\circ}\text{C}$ diminuendo così la corrente di leakage. Si tratta di una cella di Peltier con il lato caldo a contatto con l'anello di raffreddamento e il lato freddo sulla massa del rivelatore, in grado di fornire un delta termico fino a $30\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Il sistema nella sua totalità può essere schematizzato come segue (figura 3.6):

- Il segnale di corrente generato all'arrivo di un fotone in uno dei pixel del SDD viene amplificato e convertito in un segnale di tensione da un amplificatore di carica (CSA).

- Il segnale di tensione viene formato e ulteriormente amplificato per coprire tutto il range dell'ADC.
- L'ADC campiona il segnale e lo trasferisce nell'FPGA.
- Il segnale digitale viene ulteriormente filtrato ed elaborato in modo da accumulare spettri di energia.
- I dati elaborati vengono spediti ad un PC tramite il protocollo TCP/IP e messi a disposizione degli utenti tramite un programma scritto in LabVIEW.

La matrice SDD per XAFS

Il sistema attualmente in uso sulla beamline XAFS per misure di fluorescenza, descritto nel capitolo precedente, soffre di problemi di pile-up, essendo il rivelatore costituito da un'unica grande cella SDD collimata a un'area attiva di 80 mm^2 . A causa del numero alto di fotoni emessi dal campione analizzato, il rivelatore deve essere spostato a una decina di centimetri dal campione per evitare eccessivi tempi morti dovuti a pile-up, coprendo così un angolo solido molto piccolo e perdendo gran parte dei conteggi, allungando anche in questo caso i tempi di misura. La soluzione naturale a questo problema è un SDD diviso in pixel molto piccoli in modo da dividere i fotoni su più celle e mitigare in questo modo il fenomeno del pile-up.

La semplificazione principale rispetto a TwinMic è rappresentata dal fatto che la linea XAFS lavora ad energie più alte e quindi non necessita del vuoto per le misure (tranne nei rari casi che verranno discussi in seguito). Si è quindi in questo caso svincolati da costrizioni meccaniche e strutturali dovute a complesse camere a vuoto, nonché dal problema di raffreddamento dell'elettronica in vuoto.

La soluzione proposta in questa tesi verte su una matrice di 64 pixel quadrati da 9 mm^2 disposti in array monolitici da 8 pixel. Con questa configurazione si stima, in base alle misure fatte, che verranno presentate nel sesto capitolo, di poter superare i 13 Mcounts/s che rispetto ai 50 kcounts/s del sistema attuale rappresentano un miglioramento più che significativo.

Malgrado l'architettura molto diversa dal sistema proposto per TwinMic, i due strumenti conservano molti punti in comune, perciò anche l'elettronica di read-out risulta simile. Il

sistema è composto anche in questo caso da unità autonome (una per ogni SDD da 8 pixel). Queste si dividono su tre PCB: sulla prima si trova l'array da 8 pixel e 8 CSA, sulla seconda si trovano gli shaper e i circuiti di controllo dei reset per i CSA, sulla terza invece gli ADC e l'FPGA, che come nel caso di TwinMic si occupano dell'elaborazione dei segnali in tempo reale.

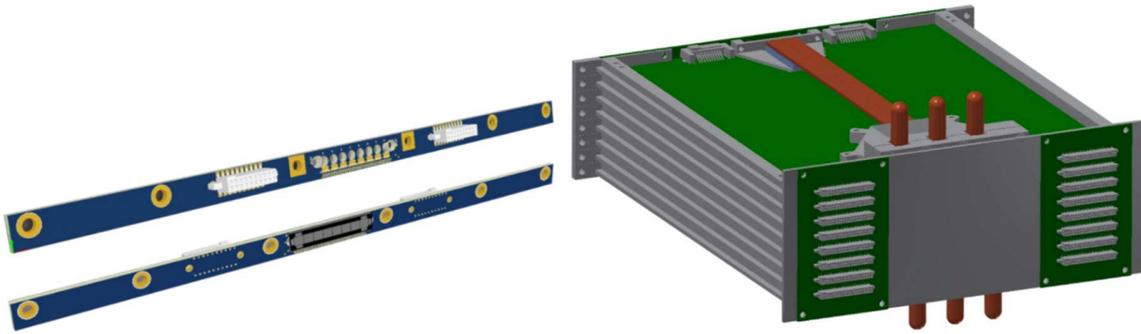


Figura 3.7: Nella figura a sinistra la prima PCB con il SDD da 8 pixel e i preamplificatori; nella figura a destra l'assieme completo di 8 array da 8 celle comprese le PCB con i shaper e il sistema di raffreddamento basato su celle di Peltier e heat-pipes. All'esterno del box vengono connesse le PCB con la sezione digitale e le PCB di alimentazione.

La matrice è dunque composta da “cassetti” autonomi in modo da poter ampliare, diminuire o sostituire in caso di malfunzionamenti i singoli array e creare matrici di diverse dimensioni. Questo permette al sistema un'elevata flessibilità e lo rende adattabile alle diverse esigenze delle varie beamline.

La parte analogica del sistema è racchiusa in una struttura ermetica che permette di riempire l'interno con un gas inerte (ad esempio azoto). Ciò è necessario per portare il rivelatore a temperature sotto i 0 °C senza rischiare la condensa dovuta all'umidità dell'aria che danneggerebbe il detector. Ognuno degli 8 detector viene raffreddato tramite una propria cella di Peltier. Il lato caldo di questa viene raffreddato tramite delle *heat pipe* che dissipano il calore attraverso un sistema di ricircolo d'acqua (i tre tubicini nella figura 3.7 destra).

Sul lato dei rivelatori verrà installata una finestra d'ingresso trasparente alle energie in gioco ma opaca al visibile. Oltre a permettere le misure in condizioni di buio dovrà essere

in grado di sostenere una pressione sufficiente per poter collegare il sistema di misura direttamente ad una camera a vuoto. Ciò è necessario quando si vuole condurre misure ad energie inferiori ai 4 keV, ponendo il campione in una camera a vuoto alla quale verrà connesso anche il rivelatore.

Il sistema completo sarà testato e caratterizzato nei prossimi mesi; per ora sono stati provati con successo singoli array (capitolo 6) e autonomamente tutti i sistemi che andranno a comporre la struttura finale.

Nei due capitoli successivi verranno analizzate in dettaglio le sezioni analogiche (SDD, CSA e lo shaper) e digitali (ADC, firmware FPGA, trasferimento dati e programma LabVIEW) per entrambi i sistemi.

Bibliografia

- [1] S. Zane, “LOFT – Large Observatory for X-ray Timing”, *JINST*, vol. 9, C12003, 2014.
- [2] LOFT - Large Observatory for X-ray Timing web site, <http://www.isdc.unige.ch/loft/>, 2017.
- [3] J. Bufon et al., “A novel multi-cell silicon drift detector for Low Energy X-Ray Fluorescence (LEXRF) spectroscopy”, *Journal of Instrumentation*, vol. 9, C12017, 2014.

Capitolo 4

La sezione analogica

Si entra con questo capitolo nel cuore della tesi con la descrizione dettagliata dei singoli elementi che compongono i nuovi strumenti di misura basati sui rivelatori a deriva di silicio. Di seguito verrà presentata la parte più delicata dell'intero strumento: la sezione che lavora nel dominio analogico ovvero i primi stadi di acquisizione e amplificazione.

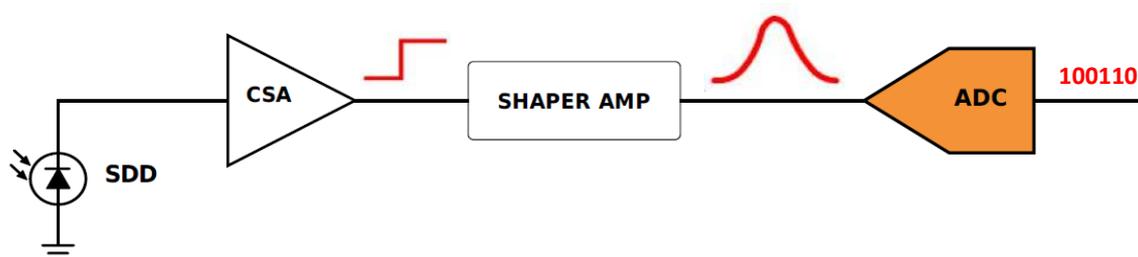


Figura 4.1: Catena analogica di trattamento del segnale in uscita da un rivelatore a deriva di silicio: il segnale di corrente generato nel SDD a seguito dell'interazione di un fotone viene amplificato e convertito in un gradino di tensione dall'amplificatore di carica (CSA) e successivamente amplificato e filtrato da uno stadio formatore in modo da ottenere un impulso adatto ad essere campionato dal convertitore analogico-digitale (ADC).

La camera a deriva, come già visto in precedenza, basa il suo funzionamento sull'interazione diretta dei fotoni con un semiconduttore svuotato generando segnali molto piccoli che contano generalmente poche decine di elettroni. E' quindi importantissimo per la qualità dello strumento progettare i primi stadi di amplificazione e formatura del segnale in maniera estremamente oculata, tenendo conto delle

caratteristiche del rivelatore per ridurre al minimo i disturbi introdotti dall'elettronica e garantire un buon rapporto segnale/rumore.

Nelle tre sezioni dalle quali è composto il quarto capitolo saranno descritti i rivelatori, i preamplificatori (CSA) e i formatori usati nei due sistemi di misura rispettivamente studiati per le esigenze delle linee di luce TwinMic e XAFS.

4.1 Le nuove camere a deriva

Prima di soffermarci sulla geometria dei nuovi sensori è opportuno a questo punto descrivere la tecnologia con la quale essi sono stati realizzati. Non è infatti la particolare forma dei due nuovi SDD l'unico elemento innovativo; anche la tecnologia realizzativa, come vedremo, è all'avanguardia e ha permesso di ottenere risultati senza precedenti su diversi fronti. Essendo sia i rivelatori per TwinMic sia quelli per XAFS prodotti sugli stessi wafer di silicio, tutti i processi di produzione sono in comune e verranno quindi trattati insieme. Vediamo innanzitutto com'è stata realizzata la struttura tipica che garantisce il funzionamento dei SDD (descritta in modo generale nel primo capitolo).

Si tratta di camere a deriva realizzate su un substrato di silicio di tipo n spesso $450\ \mu\text{m}$ con una resistività di $9\ \text{k}\Omega\text{cm}$. La finestra d'ingresso (rappresentata in figura 4.3), comune per tutti i pixel di un rivelatore, è formata da silicio $p+$ fortemente e uniformemente drogato, mentre la deriva viene generata da catodi sul lato opposto drogati $p+$ e polarizzati con un potenziale decrescente verso l'anodo. I catodi sono isolati pixel per pixel in modo da creare strutture di deriva indipendenti. I partitori di tensione, che fanno decrescere gradualmente il potenziale negativo dall'esterno del pixel verso l'ultimo catodo prima dell'anodo, sono integrati nel rivelatore e si basano su resistori in silicio poco drogato $p-$. Al centro di ogni pixel si trova un piccolo anodo di raccolta fortemente drogato $n+$. All'esterno delle strutture a pixel ci sono più catodi di guardia $p+$ che scalano il potenziale negativo verso il potenziale di massa del rivelatore [1].

Wafer layout

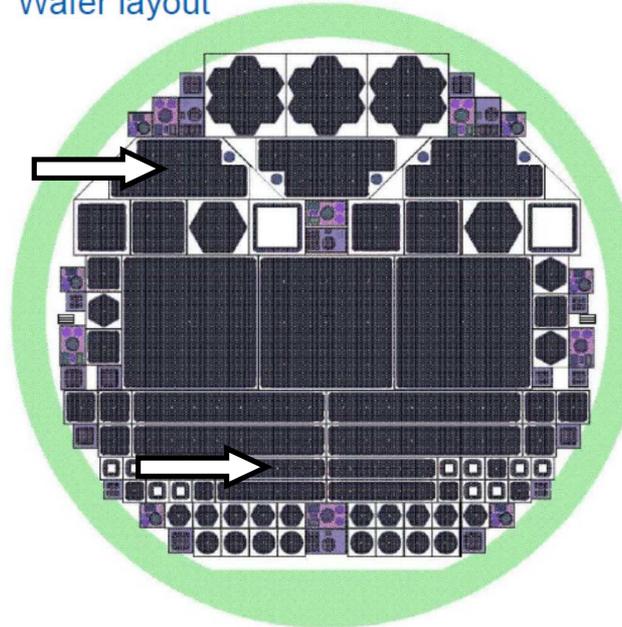


Figura 4.2: Composizione di un wafer da 6 pollici di un run di produzione FBK del 2016 contenente 3 SDD di forma trapezoidale e 4 array da 8 celle disegnati per XAFS, oltre a geometrie dedicate ad altri esperimenti e strutture di prova.

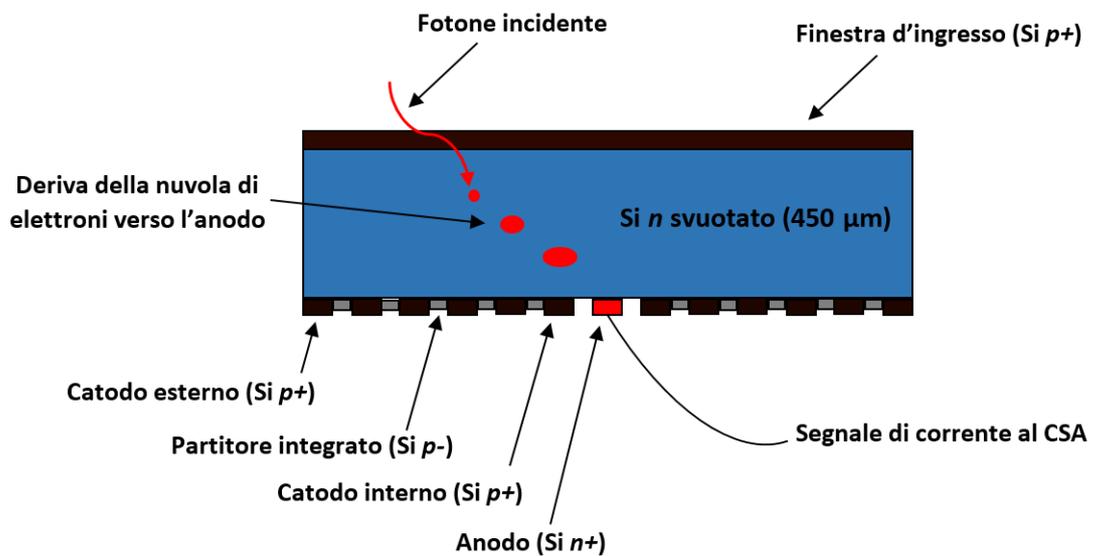


Figura 4.3: Rappresentazione semplificata di un pixel delle strutture multi cella sviluppate per TwinMic e XAFS.

I processi di produzione, sui quali non verranno forniti dettagli in quanto oggetto di segreto industriale, sono frutto di una lunga esperienza maturata nell'ambito della collaborazione tra INFN e FBK su diverse strutture di SDD. I principali punti di forza che contraddistinguono i nuovi rivelatori sono:

- **Bassissima corrente di leakage**

La corrente di leakage raccolta dall'anodo rappresenta il principale fattore di degrado della risoluzione energetica e va quindi limitata il più possibile. La corrente di leakage diminuisce con la temperatura; è però importante avere una bassa corrente di buio già a temperatura ambiente in modo da non dover lavorare a temperature criogeniche, evitando così complessi sistemi di raffreddamento. La corrente di leakage è dovuta a impurità e difetti nel silicio e varia quindi da cella a cella. Grazie a ottimizzazioni nel processo di produzione dei nuovi rivelatori la corrente di leakage sull'anodo risulta generalmente inferiore ai 100 pA/cm^2 con alcune celle dove essa scende addirittura sotto i 20 pA/cm^2 a $20 \text{ }^\circ\text{C}$.

- **Piccola capacità dell'anodo**

Come già visto nel primo capitolo, i SDD offrono grazie alla loro ingegnosa struttura il grande vantaggio di poter dimensionare l'anodo piccolo a piacere e prescindere dalle dimensioni della camera a deriva e ridurre in questo modo la capacità di carico in ingresso al CSA. Nei nuovi rivelatori questa caratteristica è stata portata allo stremo diminuendo la capacità dell'anodo fino a circa 30 fF [2]. La bassa capacità dell'anodo, oltre a ridurre il contributo di rumore serie del sistema, abbassa anche il tempo di formatura ottimo t_{opt} portando due ulteriori vantaggi: aumento del count-rate sostenibile e riduzione del rumore parallelo dovuto alla corrente di leakage (tale rumore diminuisce con l'accorciarsi del tempo di formatura; spiegazione dettagliata verrà fornita nella sezione dedicata agli shaper) [3].

- **Finestra d'ingresso sottile**

Per poter rilevare con sufficiente efficienza i fotoni a basse energie è particolarmente importante limitare al massimo gli elementi assorbenti davanti all'area svuotata del rivelatore. Nei nuovi SDD lo spessore degli strati che coprono l'area attiva del sensore è stato ridotto al minimo garantendo un'efficienza

quantica intorno al 80% sulla riga di fluorescenza del fluoro F (676 eV) e al 74% per la fluorescenza dell'ossigeno O (525 eV).

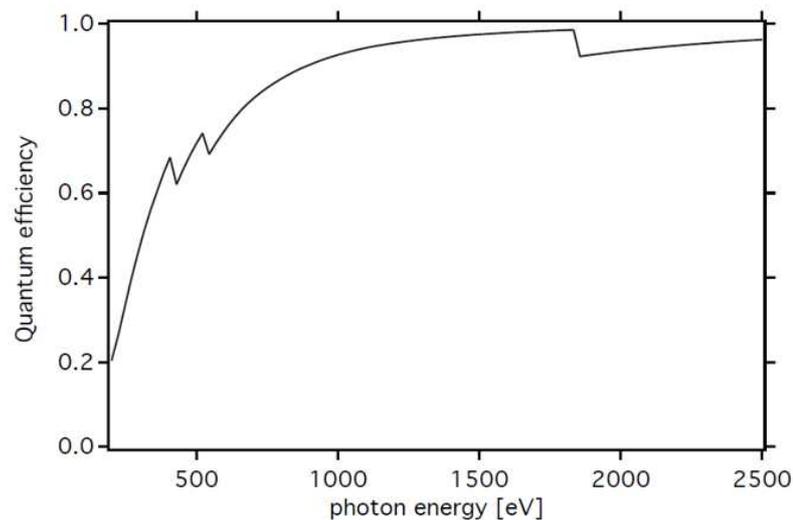


Figura 4.4: Efficienza quantica in funzione dell'energia dei fotoni incidenti dei nuovi rivelatori calcolata sulla base della composizione della finestra d'ingresso e dello spessore del bulk del rivelatore (450 μm).

- **Svuotamento esteso verso i bordi**

Sono stati presi accorgimenti per svuotare completamente il substrato del rivelatore anche in prossimità dei bordi delle celle per evitare la raccolta incompleta o la ricombinazione parziale in prossimità delle zone non svuotate tipicamente presenti nelle zone di confine tra i pixel e sui bordi del rivelatore.

- **Impianti per la misura della temperatura**

I nuovi SDD sono muniti di impianti per la misura della temperatura del rivelatore durante il suo funzionamento. Con questa informazione si può ad esempio regolare le celle di Peltier in modo da ottenere a regime la temperatura d'acquisizione desiderata. La misura della temperatura viene effettuata facendo scorrere una piccola corrente (10 μA) su dei resistori in silicio impiantati sul bordo del rivelatore all'esterno dei catodi di guardia e quindi fuori dall'area attiva del detector. La resistenza degli impianti si abbassa al diminuire della temperatura

garantendo dopo un'opportuna calibrazione un'accuratezza di misura intorno a 1 °C.

Per svuotare completamente le celle dei SDD bisogna fornire una tensione di bias adeguata alla finestra d'ingresso e ai catodi di deriva che si trovano sul lato opposto del rivelatore. Tramite dei *wire bonds* viene fornita una tensione tra i -120 V e i -140 V al catodo più esterno di ogni pixel (per fare ciò basta un unico collegamento con il rivelatore in quanto tutti i catodi più esterni sono già collegati insieme sul rivelatore stesso). Tramite un resistore esterno (vedi figura 4.5) viene impostata una tensione tra i -15 V e i -20 V sul catodo più interno vicino all'anodo (qua è necessario un collegamento per ogni pixel). La finestra d'ingresso, comune per tutti i pixel del rivelatore, viene tenuta a metà tensione del catodo più esterno tramite un partitore di tensione. La corrente di pochi μA necessaria al funzionamento del rivelatore viene erogata da un alimentatore switching per l'alta tensione e filtrata tramite più stadi RC per abbattere tutte le componenti in alta frequenza.

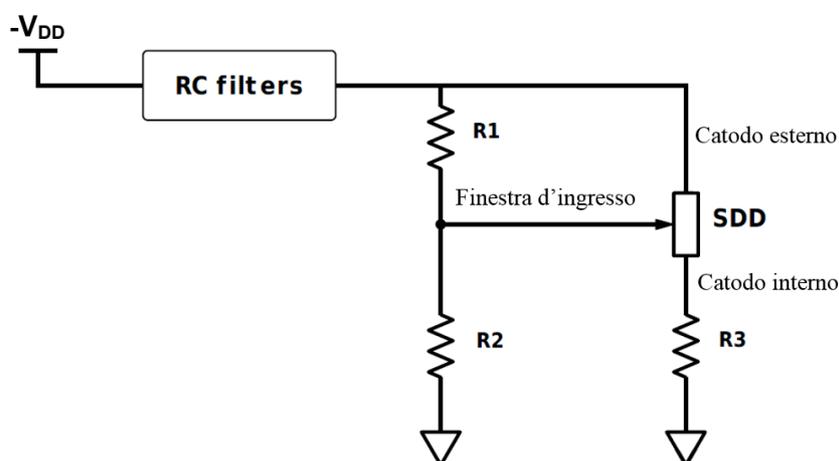


Figura 4.5: Schema della polarizzazione di un pixel nei nuovi SDD: al catodo più esterno del pixel viene applicata una tensione $-V_{DD}$ negativa filtrata (-120 V); questa viene dimezzata (-60 V) dal partitore R1-R2 e portata alla finestra d'ingresso del rivelatore. La tensione sul catodo più interno (-20 V), vicino all'anodo di raccolta del rivelatore (che si trova solitamente a circa 1 V), viene ottenuta dimensionando opportunamente R3 in base alla resistenza totale (10-30 M Ω a seconda della struttura dei pixel per i diversi rivelatori) del partitore integrato nel SDD che scala gradualmente la tensione applicata ai catodi intermedi.

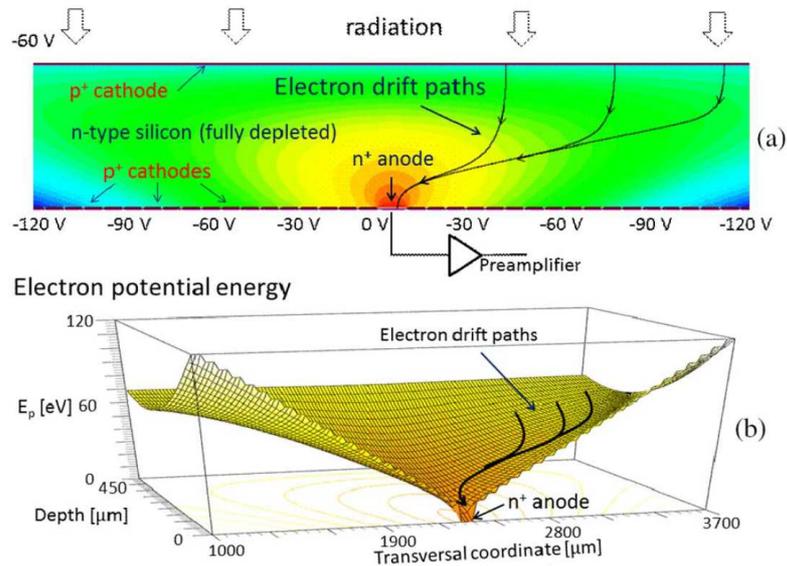


Figura 4.6: Nella figura (a) viene rappresentata una sezione di un SDD, nella figura (b) invece il campo di deriva generato all'interno del SDD [7].

Vediamo ora in dettaglio le particolarità che caratterizzano i due rivelatori sviluppati per le esigenze delle beamline TwinMic e XAFS.

Il rivelatore trapezoidale

Nel capitolo precedente è stato chiarito il perché della forma a trapezio dei nuovi rivelatori dedicati alla linea di luce TwinMic. Una volta concordata la geometria esterna dei rivelatori si sono svolti studi e prove sulla suddivisione dell'area a disposizione in pixel di diverse forme e dimensioni. L'ultima versione prevede un detector trapezoidale suddiviso in 8 celle quadrate; per spiegare i motivi di questa scelta sarà fornito un breve cenno sulle caratteristiche dei tre prototipi realizzati e testati prima di arrivare al rivelatore finale:

- Il primo prototipo del SDD trapezoidale [4-5] è stato prodotto sfruttando lo spazio marginale a disposizione sui wafer da 4 pollici dedicati al progetto LOFT. Si tratta dunque di un rivelatore non ottimizzato che ha però permesso di acquisire

esperienza per la progettazione dei detector successivi. Il trapezio in questione ha un'area attiva totale di 228 mm^2 suddivisa in 28 pixel, tra i quali 20 di forma quadrata e 8 triangolari. A causa di tanti pixel di piccole dimensioni il read-out è stato affidato ad un ASIC multicanale [6] usato anche nel progetto LOFT, il quale però non ha permesso di arrivare alle risoluzioni energetiche volute a causa dell'eccessiva lunghezza dei wire bonds necessari per contattare gli anodi.

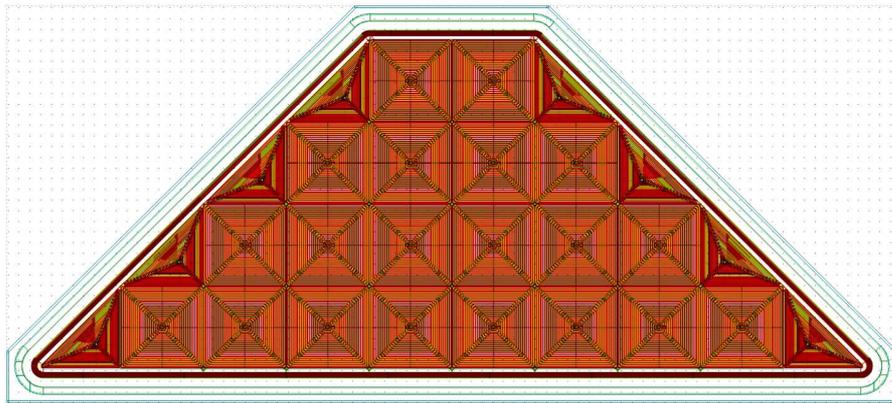


Figura 4.6: Disposizione dei pixel nel primo prototipo del rivelatore trapezoidale. L'area attiva di 228 mm^2 è suddivisa in 20 pixel quadrati (9.5 mm^2) e 8 pixel triangolari (4.75 mm^2) posti sui due lati inclinati.

- Le prove del primo prototipo sulla linea di luce hanno dimostrato che il tasso dei conteggi non è così alto da giustificare la suddivisione del rivelatore in ben 28 pixel. Nella versione successiva è stato perciò diminuito il numero di celle per favorire una lettura degli anodi più facile e pulita, sfruttando dei CSA monocanale (gli ASIC SIRIO, descritti nella sezione dedicata). L'area attiva di 231 mm^2 è stata in questo caso divisa in 4 pixel quadrati e 4 pixel triangolari. Avendo una risoluzione migliore rispetto alla versione precedente è stato possibile notare alcuni artefatti negli spettri acquisiti con le celle triangolari, causati probabilmente da un campo elettrico di deriva non omogeneo verso l'anodo.

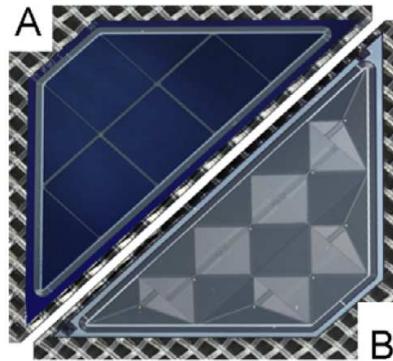


Figura 4.7: Il secondo prototipo del SDD trapezoidale realizzato per TwinMic. L'area attiva di 231 mm^2 è suddivisa in 4 celle quadrate (38 mm^2) e 4 celle triangolari (19 mm^2). Nell'immagine A si vede il rivelatore fotografato dal lato della finestra d'ingresso, nella fotografia B invece si vede il lato degli anodi [2].

- Per cercare di creare una deriva degli elettroni più uniforme, ottenibile idealmente con catodi disposti a cerchio intorno all'anodo (pixel rotondi), è stato deciso nella versione successiva del rivelatore di riempire l'area del trapezio con celle esagonali, che rappresentano un buon compromesso dal punto di vista della linearità della deriva e della possibilità geometrica di creare strutture multi-cella (pixel rotondi avrebbero causato troppo spazio inutilizzato sul rivelatore). Il terzo prototipo ha dunque l'area attiva composta da 6 celle esagonali, visibili nella figura 4.8, per un totale di 182 mm^2 . Le celle esagonali non hanno però mostrato miglioramenti significativi nella risoluzione rispetto alle celle quadrate del prototipo precedente, inoltre l'area attiva complessiva minore dei rivelatori ha portato ad una potenziale perdita di angolo solido rispetto al sistema precedente.

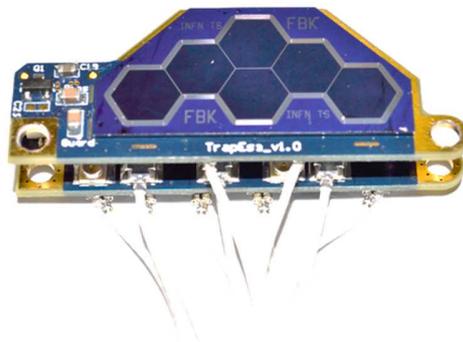


Figura 4.8: Il SDD con 6 celle esagonali montato sulla PCB di front-end.

Siamo così giunti alla quarta e ultima versione del rivelatore trapezoidale, nella quale è stata riversata tutta l'esperienza acquisita durante le prove sui prototipi precedenti. Il sistema definitivo monta dunque un SDD composto da 8 pixel quadrati disposti su due file. L'area attiva di un trapezio misura ben 308 mm^2 e permette al sistema completo di 4 rivelatori disposti in maniera opportuna di coprire circa il 22% dell'angolo solido di emissione dei fotoni. Per occupare con i pixel quadrati la maggior parte della superficie del silicio le due basi del trapezio sono state allungate. Le ali inferiori del trapezio (visibili in figura 4.2) vengono tagliate in post-produzione (figura 4.9) per permettere di avvicinare i rivelatori il più possibile tra di loro evitando spazi morti non sensibili ai fotoni. La base lunga del rivelatore tagliato misura 33.6 mm , la base corta 20.3 mm e l'altezza 15 mm .



Figura 4.9: Tre SDD trapezoidali tagliati da uno dei wafer di produzione 2016 visti dal lato degli anodi. Dalla fotografia si possono distinguere gli otto pixel che compongono i rivelatori, 5 sul lato lungo del trapezio e 3 sul lato corto.

Com'è stato già spiegato in generale per i nuovi SDD, la finestra d'ingresso viene polarizzata separatamente dai catodi di deriva sul lato opposto del rivelatore. Come si può vedere nella figura 4.10, il catodo più esterno di ogni cella (quello che delimita i pixel e l'unico rappresentato in figura) è comune per tutte le celle e può essere contattato su un bordo qualunque del rivelatore. Al centro di ogni pixel c'è una piazzola che simboleggia l'anodo al quale viene collegata l'elettronica di read-out, a fianco si trova invece il contatto del catodo più interno. Ai bordi esterni dell'area attiva si trovano i catodi di guardia (la fascia blu in figura) che scalano il potenziale fino alla massa del rivelatore. Nei quattro angoli all'esterno dei catodi di guardia sono visibili le piazzole di contatto per gli impianti di misura della temperatura del rivelatore.

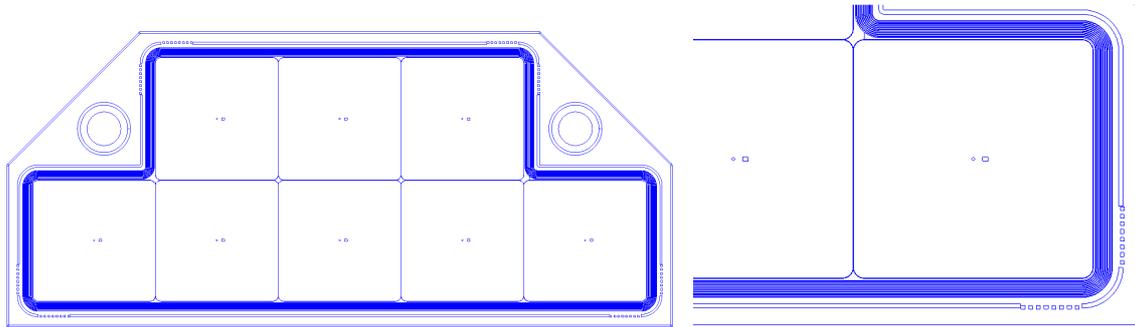


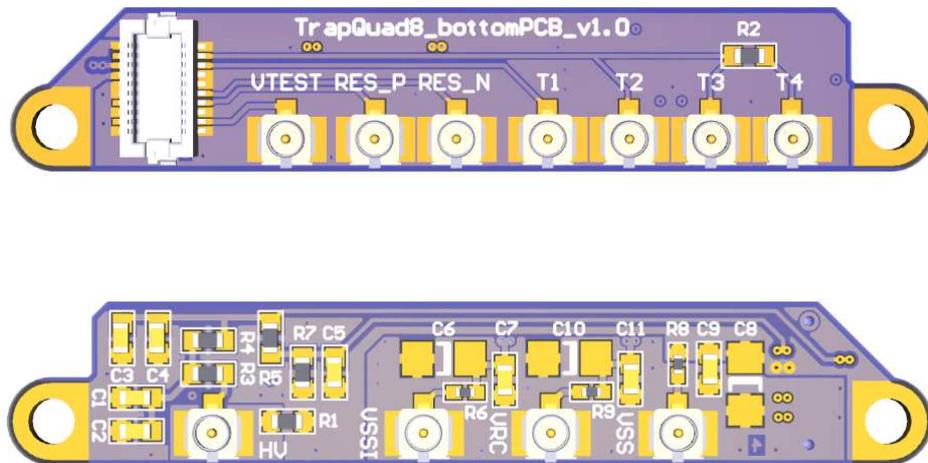
Figura 4.10: Nella figura sinistra viene riportato il disegno del rivelatore trapezoidale con 8 pixel quadrati. Nella figura destra è rappresentato l'ingrandimento dell'angolo destro dell'immagine sinistra nel quale è possibile notare il catodo esterno comune per tutti i pixel, le piazzole per il bonding dell'anodo e del catodo interno al centro dei pixel e gli impianti per la misura della temperatura nell'angolo all'esterno dei catodi di guardia.

Il rivelatore viene montato insieme agli ASIC di preamplificazione su una PCB che ricalca la forma trapezoidale del sensore. Sul lato superiore della scheda si trova il SDD, sul lato opposto invece gli ASIC che si collegano al rivelatore tramite dei wire bonds fatti passare nelle asole presenti sulla scheda in prossimità degli anodi. Sulla PCB ci sono oltre al rivelatore e agli ASIC alcuni condensatori di bypass sulle alimentazioni degli ASIC e sul bias del rivelatore e le resistenze di terminazione per i vari segnali di controllo; il grosso dei filtri sulle alimentazioni e il partitore per l'alta tensione si trovano invece su un'altra PCB posta a sandwich sotto la scheda con il rivelatore e collegata tramite un connettore da 20 poli (figura 4.11).

Una volta posizionato il rivelatore in camera sperimentale di TwinMic, essi viene raffreddato tramite una cella di Peltier, il lato caldo della quale è in contatto con l'anello di raffreddamento in rame nel quale circola un liquido refrigerante a $-10\text{ }^{\circ}\text{C}$. L'anello è elettricamente connesso alla massa dell'intera camera sperimentale, nonché alla massa dell'elettronica di front-end e back-end attraverso la quale viene raffreddata la PCB con gli ADC e l'FPGA. Per poter raffreddare con la cella di Peltier il piano sul quale è incollato il rivelatore, questo deve essere isolato dal piano di massa (altrimenti verrebbe scaldato dall'elettronica digitale che dissipa quasi 5 W di potenza). Per questo motivo si

è deciso di riferire la massa del rivelatore e quindi il piano sul quale essi viene incollato all'alimentazione degli ASIC (+3.3 V) dedicata esclusivamente al front-end.

Trattandosi di un rivelatore multi-cella è importante schermare dalle radiazioni i bordi dei pixel in modo da evitare lo split di carica che si verifica quando un fotone colpisce la zona di confine tra due celle. In questo caso la carica viene divisa e parzialmente raccolta da due anodi risultando come l'acquisizione di due fotoni di energia più bassa che peggiorano la risoluzione energetica dello strumento. Inoltre anche sui bordi del rivelatore possono verificarsi fenomeni di raccolta parziale della carica. Per evitare ciò è stato disegnato per il rivelatore trapezoidale un collimatore apposito che ricalca i bordi delle 8 celle e copre con una larghezza di 100 μm le zone di confine tra i pixel e tutto il bordo dell'area attiva del rivelatore. Il collimatore sarà realizzato in molibdeno (Mo) spesso 100 μm , in grado di assorbire il 100% dei fotoni per le energie in gioco su TwinMic (2 keV).



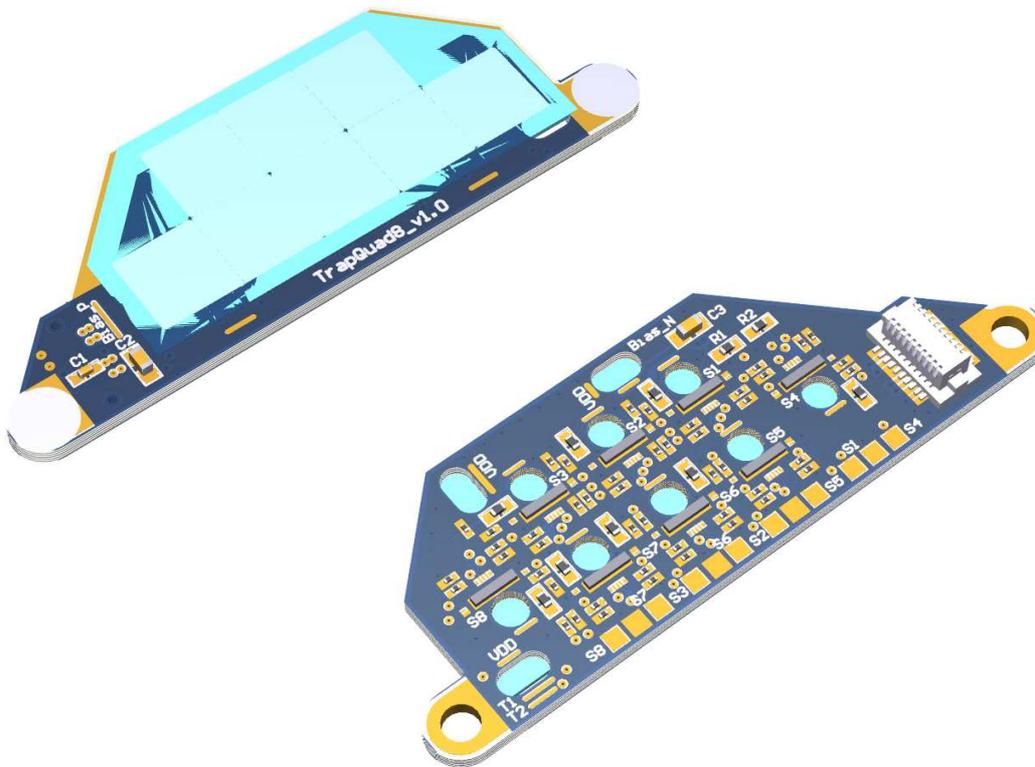


Figura 4.11: Le due PCB di front-end TOP e BOTTOM viste da entrambi i lati. Sulla scheda TOP (6 strati) si trova il SDD e gli ASIC, sulla scheda BOTTOM (4 strati) invece i filtri sulle alimentazioni e il partitore per il bias del rivelatore.

La matrice da 64 pixel

Il rivelatore progettato per la beamline XAFS sarà composto in fase finale da 8 array monolitici da 8 pixel. Per far fronte agli alti tassi di conteggio della linea è stato deciso di implementare pixel quadrati di piccole dimensioni (9 mm^2). Essendo l'area delle celle piccola, anche la corrente di leakage è molto bassa, generalmente sotto i 10 pA per pixel a temperatura ambiente. Escludendo la forma geometrica e la dimensione dei pixel, le caratteristiche del rivelatore sono simili a quelle del SDD trapezoidale, ma visto il range di utilizzo diverso (mirato ai fotoni con energie fino ai 35 keV) la sua implementazione si discosta parecchio da quella descritta sopra.

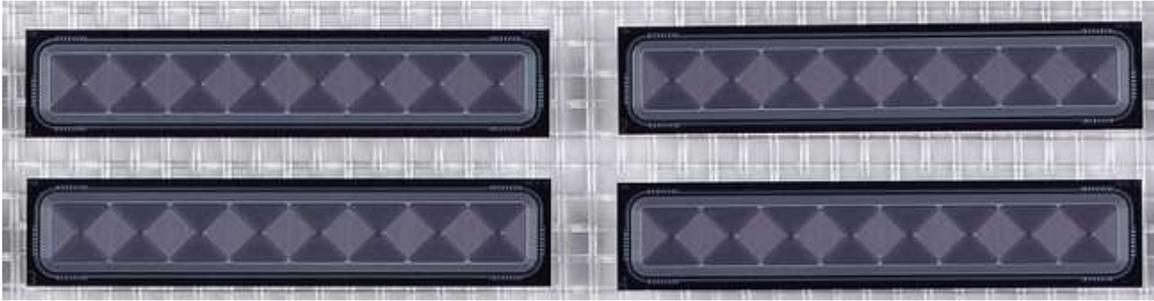


Figura 4.12: 4 array da 8 pixel tagliati da uno dei wafer prodotti nel 2016, visti dal lato degli anodi. Dalla fotografia si possono distinguere gli otto pixel che compongono i rivelatori e gli impianti per la misura della temperatura disposti sul bordo dei rivelatori.

Essendo le misure sulla linea di luce XAFS per la maggior parte acquisite in aria non ci sono vincoli meccanici stringenti sulle dimensioni e sul posizionamento del nuovo sistema nella camera sperimentale. Si ha dunque maggiore libertà riguardo all'ingombro del sistema completo, ma i vincoli interni per la matrice SDD non sono altrettanto rilassati. Per ridurre al minimo lo spazio morto tra due array è stato deciso di scomporre il front-end su due PCB. La prima ospita un array SDD e i relativi ASIC di preamplificazione e sporge in larghezza per 1.6 mm su un lato del rivelatore (figura 4.13). In questo modo la distanza tra due array confinanti sarà inferiore a 2 mm. Su una scheda così ristretta non c'è spazio sufficiente per il posizionamento di tutti i componenti elettronici che compongono il front-end, perciò la parte di formatura del segnale e il filtraggio delle alimentazioni, nonché il controllo dei reset degli ASIC è stata spostata su una seconda PCB posta a 90° rispetto la prima e connessa ad essa tramite due connettori ad angolo retto da 20 poli.

Come già menzionato in precedenza anche i SDD che compongono la matrice per XAFS saranno raffreddati tramite celle di Peltier. Ogni array sarà servito da una propria cella di Peltier il cui lato freddo viene fissato alle due viti vicine al fianco sinistro e destro del rivelatore (figura 4.13). Anche in questo caso viene raffreddato il piano d'alimentazione 3.3 V dedicato al front-end sul quale è incollato e riferito il detector.

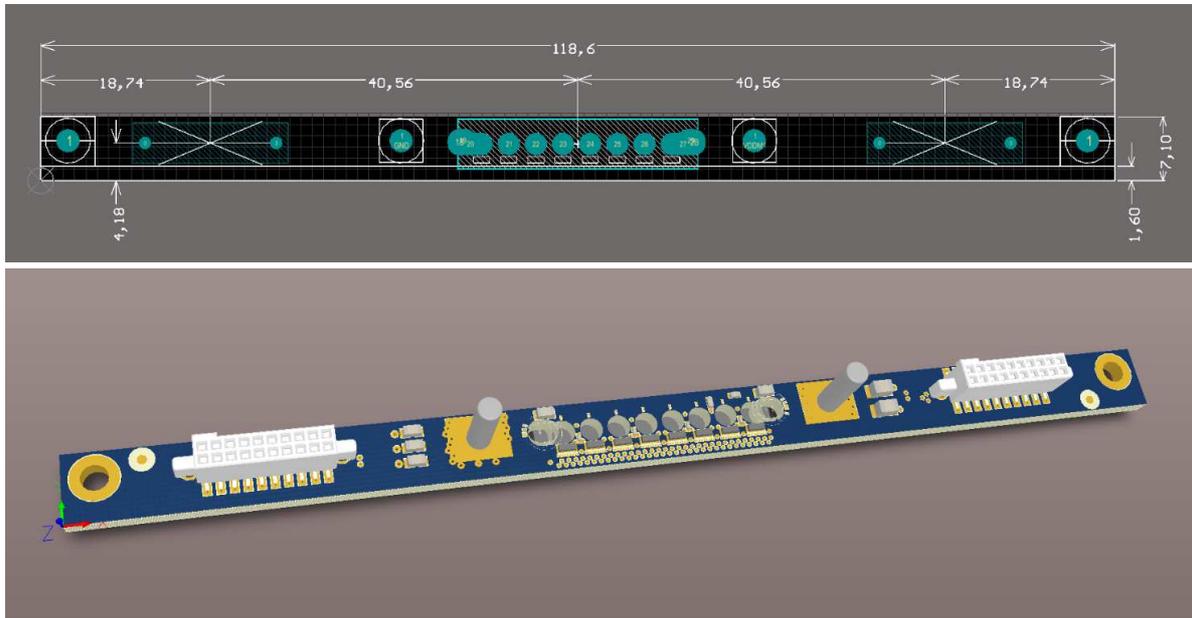


Figura 4.13: Dimensioni e aspetto finale della PCB XAFS che ospita un array da 8 pixel posizionato in centro e 8 CSA che sono posizionati sul lato opposto della scheda vicino alle asole attraverso le quali vengono bondati ai relativi anodi. Vicino alle estremità sinistra e destra si trovano due connettori da 20 posizioni ciascuno con i quali essa viene collegata alla PCB contenente gli shaper.

Per la linea XAFS è ancora più importante prevedere un collimatore essendo la count-rate più alta e con essa anche la quantità di eventi che si verificano sulle zone di confine tra celle o in prossimità del bordo dell'area attiva del rivelatore. Essendo le energie in gioco più alte rispetto a quelle su TwinMic è stato deciso di utilizzare una cornice in tungsteno (W) anche in questo caso spesso 100 μm . Il collimatore è in grado di assorbire il 100% dei fotoni con energia sotto i 25 keV e il 98% di fotoni con energia pari a 30 keV.

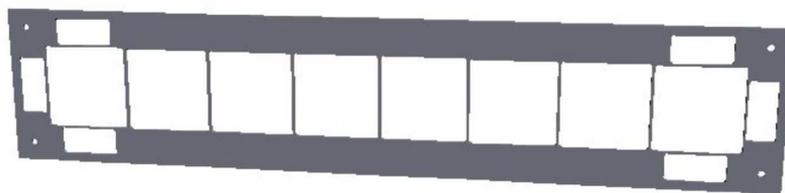


Figura 4.14: Disegno del collimatore in tungsteno per schermare i bordi degli 8 pixel del rivelatore destinato alla linea XAFS.

4.2 SIRIO – l’amplificatore di carica

Verranno di seguito descritti i CSA (Current Sense Amplifier), ai quali si è accennato già più volte nel corso della tesi. Essi vengono usati sotto forma di ASIC (Application Specific Integrated Circuit) come primo stadio di amplificazione su entrambi i rivelatori descritti sopra. Il funzionamento generale dei CSA è stato già trattato nel primo capitolo; vedremo ora in dettaglio le caratteristiche specifiche di SIRIO, l’ASIC a bassissimo rumore progettato al Politecnico di Milano nel laboratorio del prof. Bertuccio e usato per tutti gli esperimenti descritti in questa tesi.

Si tratta di un preamplificatore di carica costruito in tecnologia AMS CMOS da 0.35 μm , frutto di anni di ricerca mirata principalmente alla riduzione del rumore elettronico del chip. L’ASIC di terza generazione SIRIO-3G, usato negli esperimenti descritti in questa tesi, ha una carica di rumore equivalente (ENC) intrinseca di 1.3 elettroni r.m.s. a temperatura ambiente e addirittura inferiore a 1 elettrone a $-30\text{ }^\circ\text{C}$ [7]. Per le caratteristiche di rumore senza precedenti e per il fatto che il chip è stato progettato e sviluppato appositamente per le specifiche dei SDD prodotti da FBK, SIRIO è l’ASIC ideale per il read-out dei rivelatori multi-cella qui trattati.

La topologia del circuito è relativamente semplice e riduce al minimo i componenti usati per minimizzare le potenziali fonti di rumore, ma garantisce allo stesso tempo una banda e un guadagno adeguati. Il primo transistor è un P-MOSFET progettato in modo da minimizzare il rumore $1/f$ e l’ENC quando accoppiato a un rivelatore con una capacità piccola ($\leq 100\text{ fF}$) [8]. Il cuore dell’integrato è rappresentato da uno stadio d’amplificazione in configurazione cascode ripiegato (*folded cascode*), polarizzato dalla resistenza R_C (figura 4.15), seguito da un inseguitore di source (*source follower*) [9]. I riferimenti di corrente sono integrati nel preamplificatore, il riferimento di tensione V_{REF} deve essere invece portato dall’esterno (nelle versioni successive sarà anch’esso integrato nel chip). L’amplificatore di carica in questione funziona a reset impulsato: mediante un impulso di tensione generato dall’elettronica di controllo si scarica la capacità di feedback C_F tramite un MOSFET. Fuori dal loop di retroazione si trova un buffer in grado di

pilotare in uscita fino a qualche metro di cavo coassiale. Il consumo totale dell'integrato è circa 10 mW.

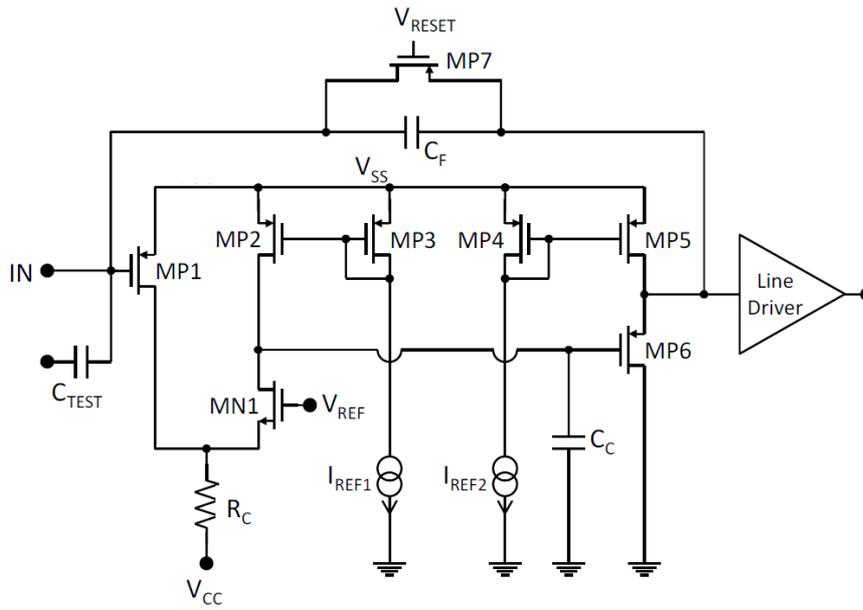


Figura 4.15: Schematico di SIRIO [9]: i transistori MP1 e MN1 rappresentano la coppia d'ingresso e compongono il cascode ripiegato, polarizzato da R_C (invece che da uno specchio di corrente, per ridurre il rumore a bassa frequenza introdotto dall'aggiunta di altri transistori). MP2 e MP3 rappresentano il carico attivo del circuito. L'uscita dall'inseguitore di source (MOSFET connesso a drain comune) composto da MP6 (con MP4 e MP5 a fare da specchio di corrente) viene riportata in ingresso del circuito tramite il condensatore C_F posto in retroazione. Il condensatore in retroazione viene resettato in maniera impulsata tramite il transistor MP7. In uscita dall'integrato, fuori dal loop di retroazione, troviamo infine un buffer di tensione. Nel simbolo dei transistor il terminale di bulk non è rappresentato in quanto comunemente connesso al source.

Oltre alla piazzola d'ingresso IN , alla quale viene collegato l'anodo del rivelatore, c'è anche un ingresso di test, che si collega all'ingresso del primo transistor tramite il condensatore C_{TEST} posto in serie. Sfruttando questo ingresso è possibile testare l'integrato anche senza collegarlo al rivelatore tramite semplici impulsi di tensione che simulano la carica raccolta dall'anodo all'arrivo di un fotone.

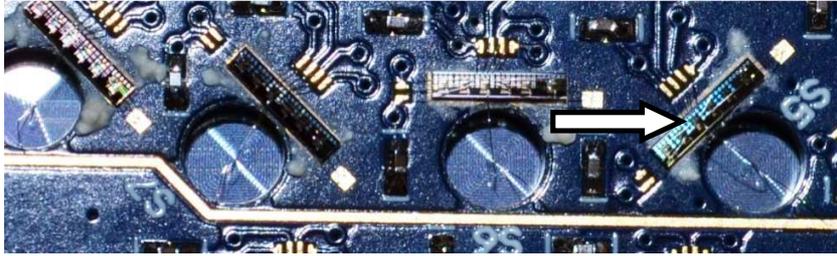


Figura 4.16: I SIRIO incollati sulla PCB di front-end per TwinMic, disposti a ridosso delle asole per ridurre al minimo la lunghezza dei fili di bonding che collegano l'ingresso dei CSA agli anodi del rivelatore incollato sul lato opposto della PCB.

Grazie alla ridotta complessità del circuito e a un design accurato, SIRIO occupa un'area totale di appena 0.4 mm^2 [7], sebbene nelle misure fino a ora effettuate siano stati adoperati chip contenenti più prototipi dell'integrato, dalle dimensioni totali più grandi dell'area di un singolo SIRIO. Le dimensioni minute hanno permesso ciononostante di posizionare il preamplificatore vicinissimo all'anodo in modo da ridurre la lunghezza del filo di bonding (alcuni mm) e con essa la capacità parassita all'ingresso del circuito.

Al momento è in uso lo stesso ASIC sia nel sistema destinato a TwinMic che in quello di XAFS, è però in fase di test una versione speciale di SIRIO dedicata ed ottimizzata per gli alti tassi di conteggio che caratterizzano le applicazioni XAFS. In questa versione la capacità C_F è stata aumentata per garantire l'integrazione di un numero maggiore di eventi prima di dover svuotare il condensatore e avere così un tempo morto dovuto all'attesa del reset minore.

4.3 Lo stadio formatore

Il segnale in uscita da un CSA ha generalmente una banda molto ampia (segnale a gradino) e un'ampiezza di qualche decina di mV. Per questi motivi, al fine di aumentare il rapporto segnale/rumore, il segnale di tensione in uscita dal preamplificatore viene solitamente filtrato e ulteriormente amplificato prima di essere campionato e digitalizzato dall'elettronica di back-end. Lo stadio formatore o *shaper* deve essere progettato in modo da ottimizzare la carica equivalente di rumore ENC in uscita e amplificare il segnale in modo da coprire con l'ampiezza massima prevista tutto il range dell'ADC che si trova a valle per minimizzare il rumore di quantizzazione.

Per entrambi i sistemi trattati in questa tesi (TwinMic e XAFS) è stato scelto uno shaper CR-RC², composto da uno stadio differenziatore e due stadi integratori, che trasforma il gradino di tensione in ingresso in un impulso semi-gaussiano. Uno dei parametri caratteristici principali del formatore è il *peaking time* τ , cioè il tempo che l'impulso in uscita dal filtro impiega a raggiungere il suo massimo. Il peaking time di un CR-RC² è due volte maggiore rispetto ad un CR-RC con gli stessi valori dei componenti, con il vantaggio però che a parità di peaking time l'impulso in uscita dal CR-RC² ritorna alla baseline più velocemente, riducendo il pile-up ad alti tassi di conteggio.

Per capire meglio la scelta del tempo di formatura ottimo in base alle caratteristiche del dato sistema è opportuna a questo punto una piccola parentesi sulle diverse forme di rumore dalle quali è affetto un sistema di acquisizione basato sui SDD.

Il rumore che grava sulla risoluzione energetica di un sistema composto da un SDD e un amplificatore di carica può essere suddiviso in tre gruppi principali:

- **Il rumore serie** (ENC_{ws}) riunisce tutte le fonti di rumore in tensione in serie all'ingresso del CSA ed è costituito principalmente dal rumore elettronico del preamplificatore, solitamente dominato dal rumore del primo transistor. Il rumore serie diminuisce all'aumentare di τ .
- **Il rumore parallelo** (ENC_{wp}) è costituito dalle fonti di rumore in corrente poste in parallelo all'ingresso del CSA, come il rumore shot nella corrente di leakage del

rivelatore e il rumore sul bias del rivelatore. Il rumore parallelo aumenta all'aumentare di τ .

- **Il rumore 1/f** ($ENC_{1/f}$) è associato alla corrente di drain dello stadio d'ingresso del CSA ed è legato alle caratteristiche fisiche del MOSFET (larghezza e lunghezza del canale di gate e la sua capacità per unità di superficie) [8]. Questo fattore è indipendente dal tempo di formatura.

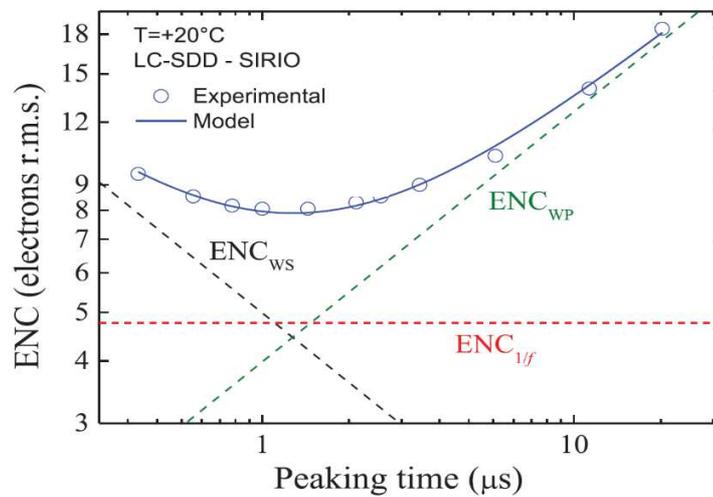


Figura 4.17: La carica equivalente di rumore in funzione del tempo di formatura misurata a 20 °C su un SIRIO collegato ad un SDD con bassa corrente di leakage (LC-SDD) da 13 mm². Nella figura il minimo rumore dato dalla somma del rumore bianco serie (ENC_{ws}), bianco parallelo (ENC_{wp}) e flicker ($ENC_{1/f}$) si trova in corrispondenza del peaking time ottimo $\tau_{opt} = 1.2 \mu s$ [7].

La carica equivalente di rumore totale si ottiene dalla radice della somma dei quadrati dei tre termini sopradescritti:

$$ENC_{tot} = \sqrt{ENC_{ws}^2 + ENC_{wp}^2 + ENC_{1/f}^2}$$

Il peaking time ottimo, com'è visibile in figura 4.16, si trova sull'intersezione delle due rette che rappresentano il rumore serie e il rumore parallelo, essendo il rumore 1/f indipendente dal tempo di formatura. Siccome le componenti di rumore prese in considerazione diminuiscono all'abbassarsi della temperatura con coefficienti diversi, il

peaking time ottimo va ricalcolato per le diverse temperature di funzionamento del sistema. Per i SDD a bassa corrente di leakage che lavorano a basse temperature (-40 °C) il rumore parallelo diventa trascurabile, per cui l'ottimo ricade su peaking time più lunghi. Spesso però bisogna scendere a compromessi tra la risoluzione energetica e il count-rate massimo sostenibile dal sistema di acquisizione in quanto tempi di formatura lunghi aumentano la probabilità di pile-up.

Per i due sistemi descritti in questa tesi è stato scelto di implementare una formatura analogica CR-RC² abbastanza veloce (0.4 μ s per TwinMic e 0.3 μ s per XAFS) per non limitare a priori la count-rate e lasciare piuttosto al successivo filtraggio digitale completamente configurabile, descritto nel prossimo capitolo, l'onere di aggiustare il peaking time in modo fine in funzione delle condizioni di lavoro del sistema.

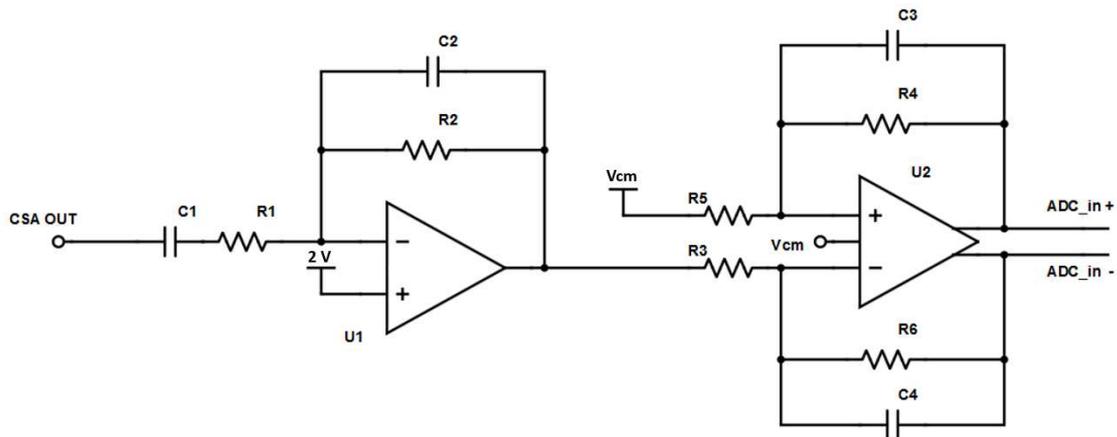


Figura 4.18: Schematico del formatore analogico usato sia per il sistema di TwinMic sia per XAFS (nei due casi i valori R e C sono stati scelti in modo da ottenere un peaking time di 0.4 μ s per TwinMic e 0.3 μ s per XAFS, dove la count-rate attesa è più alta; anche il guadagno in tensione è più alto per il circuito di TwinMic). L'uscita dal CSA viene passata prima nel differenziatore CR per togliere la continua, essendo il segnale in uscita dai SIRIO centrato tra 1 e 2 V. Il primo stadio RC si basa sull'amplificatore operazionale a basso rumore U1 per il quale è stato scelto il componente LT6201. Per coprire con l'uscita dello shaper l'intero range dell'ADC (2 V centrati intorno alla tensione di modo comune V_{cm} da 1.45 V) viene sottratta dal segnale una tensione continua fino ad arrivare con la base dell'impulso in uscita a circa 0.45 V. Il secondo stadio RC viene fatto con l'ausilio dell'amplificatore differenziale U2 (THS4524), che trasforma l'uscita in un segnale differenziale campionato direttamente dall'ADC. Il guadagno del sistema è dimensionato in modo che l'impulso più alto previsto arrivi a 2.45 V.

Bibliografia

- [1] A. Rachevski et al., “First results of a novel Silicon Drift Detector array designed for low energy X-ray fluorescence spectroscopy”, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A*, vol. 824, pp. 452-454, 2016.
- [2] A. Gianoncelli et al., “A new detector system for low energy X-ray fluorescence coupled with soft X-ray microscopy: First tests and characterization”, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A*, vol. 816, pp. 113-118, 2016.
- [3] G. Bertuccio et al., “X-Ray Silicon Drift Detector-CMOS Front-End System with High Energy Resolution at Room Temperature”, *IEEE Transactions on Nuclear Science*, vol. 63, issue 1, pp. 400-406, 2016.
- [4] J. Bufon, “Sviluppo dell’elettronica di controllo e acquisizione per un rivelatore a deriva di silicio per spettroscopia nel campo dei raggi X”, *Master’s Thesis, Università degli studi di Trieste*, 2013.
- [5] J. Bufon et al., “A novel multi-cell silicon drift detector for Low Energy X-Ray Fluorescence (LEXRF) spectroscopy”, *Journal of Instrumentation*, vol. 9, C12017, 2014.
- [6] M. Ahangarianabhari et al., “A low-power CMOS ASIC for X-ray Silicon Drift Detectors low-noise pulse processing”, *Journal of Instrumentation*, vol. 9, C03036, 2014.
- [7] G. Bertuccio et al., “X-Ray Silicon Drift Detector-CMOS Front-End System with High Energy Resolution at Room Temperature”, *IEEE Transactions on Nuclear Science*, vol. 63, issue 1, pp. 400-406, 2016.
- [8] G. Bertuccio and S. Caccia, “Noise Minimization of MOSFET Input Charge Amplifiers Based on $\Delta\mu$ and ΔN 1/f Models”, *IEEE Transactions on Nuclear Science*, vol. 56, issue 3, pp. 1511-1520, 2009.
- [9] G. Bertuccio et al., “A CMOS Charge Sensitive Amplifier with sub-electron Equivalent Noise Charge”, in *Proc. 2014 IEEE Nucl. Sci. Symp.*, pp. 8-15, Seattle, USA, 2014.

Capitolo 5

La sezione digitale

La sezione digitale dei due sistemi trattati in questa tesi include tutta l'elettronica di *back-end* che si occupa della digitalizzazione ed elaborazione del segnale, oltre che la parte di trasmissione dei dati ad un PC, il salvataggio dei dati raccolti e l'interfaccia utente per il controllo dello strumento. Sarà quindi descritta in seguito sia la parte hardware, a partire dall'uscita del formatore con il quale si è concluso il precedente capitolo, sia il firmware, che include tra le varie funzioni il filtraggio digitale dei segnali acquisiti, e infine il software di interfaccia utente con tutte le sue caratteristiche e funzionalità.

Così come il front-end, anche il back-end è stato sviluppato appositamente per questo progetto, superando con soluzioni spesso innovative i problemi legati ad ambienti di misura ostili e le difficoltà nell'elaborare dati sensibili a velocità sostenute in tempo reale. Sia la parte hardware, sia il firmware e il software sono stati perfezionati nelle varie versioni che si sono susseguite in base all'esperienza acquisita tramite prove e misure sia su banco che negli ambienti di misura dove i rivelatori trovano il loro naturale impiego. Prima di passare alla descrizione del firmware e dell'interfaccia utente è utile dare una rapida descrizione della parte hardware, accennando per lo meno ai dispositivi principali che si trovano nella catena di elaborazione digitale dei dati. L'elettronica che si interpone tra il front-end e il PC è divisa per motivi pratici su due PCB. Com'è possibile notare nella figura 5.1, la prima parte, chiamata elettronica di back-end, risiede su una PCB posta vicino al front-end e comprende l'ADC e l'FPGA. Nel caso di TwinMic il back-end si trova in vuoto nella camera sperimentale, nel caso di XAFS invece nello stesso

contenitore metallico che ospita la sezione analogica. La parte di conversione del segnale da seriale a pacchetti TCP/IP, basata sull'integrato *WIZnet W5300*, si trova su una PCB separata, chiamata *Ether-W-ease*, posta fuori dalla camera sperimentale di TwinMic e all'esterno del contenitore di XAFS. Da qui il sistema si collega tramite un cavo ethernet direttamente alla scheda di rete di un personal computer, sul quale è installato un software sviluppato in LabVIEW che permette agli utenti di visualizzare i dati raccolti e controllare il funzionamento del sistema, oltre a fornire strumenti di analisi dei dati molto utili ai ricercatori delle beamline.



Figura 5.1: Schema semplificato del sistema completo: il segnale analogico in uscita dal front-end viene digitalizzato dall'ADC ed elaborato dall'FPGA. L'FPGA comunica in seriale i dati al chip *WIZnet* che li trasmette via TCP/IP a un PC dove risiede un software creato in LabVIEW, nel quale è implementata un'interfaccia utente.

Per i primi test è stata usata anche su XAFS la stessa elettronica di back-end sviluppata per il sistema di TwinMic, con alcune piccole modifiche che verranno descritte in seguito. Essendo lo spazio a disposizione nella camera sperimentale di TwinMic assai ridotto, la PCB è stata progettata in modo da occupare il minor spazio possibile. La scheda di back-end ha 6 strati e misura nella sua versione finale 63 x 80 mm. Le connessioni con il front-end vengono instaurate con dei cavetti coassiali in modo da schermare i segnali analogici; i segnali digitali verso e dall'esterno vengono invece trasmessi tramite il connettore a pettine H1 visibile in figura 5.2. L'elettronica di back-end necessita di un'unica alimentazione positiva (da 3.6 V a 5 V) dalla quale vengono derivate con regolatori lineari tutte le altre tensioni di alimentazione. Sullo stampato si trova oltre all'ADC e l'FPGA anche un integrato per la misura della temperatura (sia del rivelatore che dell'elettronica presente sulla PCB) e una memoria non volatile sulla quale risiede il firmware dell'FPGA.

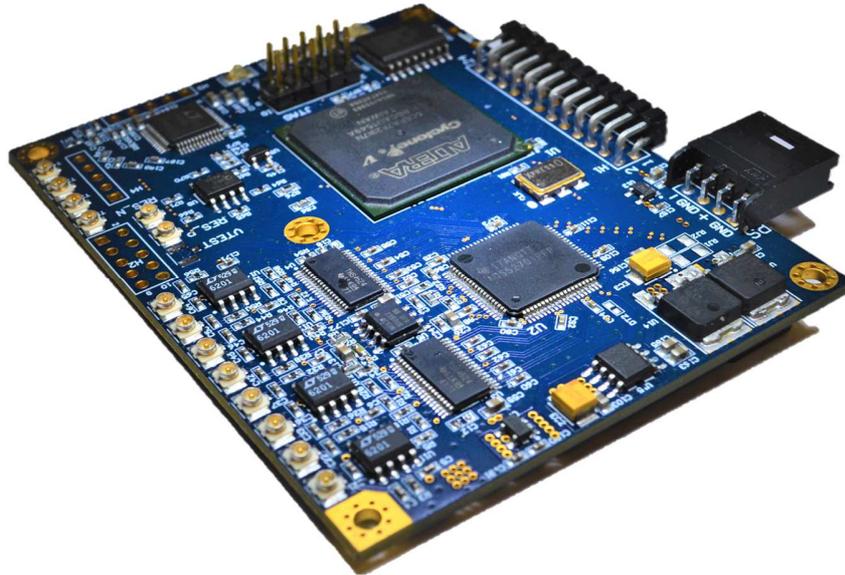


Figura 5.2: La PCB di back-end sviluppata per il sistema di TwinMic e usata nei primi test su XAFS. Sul lato *top* si trovano l’FPGA, l’ADC, il chip per monitorare la temperatura, i regolatori di tensione e i connettori verso il front-end e verso l’esterno dello strumento. Sul lato *bottom* si trovano principalmente i condensatori di bypass e i filtri sulle alimentazioni.

5.1 Il campionamento e la digitalizzazione dei segnali

Il convertitore analogico-digitale funge da collegamento tra il mondo analogico e quello digitale e spesso rappresenta il collo di bottiglia per le prestazioni dei sistemi di elaborazione dei segnali. Negli anni sono state sviluppate diverse architetture ADC e lo stato dell’arte soprattutto per quanto riguarda la risoluzione e la velocità di campionamento migliora d’anno in anno. Negli strumenti di misura di raggi X multicanale, dove, come accennato prima, l’elettronica di conversione è installata vicino al detector in ambienti spesso problematici (camere a vuoto, satelliti nello spazio), è molto importante la compattezza e il consumo ridotto di ogni componente elettronico, inclusi gli ADC. Bisogna dunque scendere a compromessi tra il consumo e le prestazioni, limitando le ultime a quanto è realmente necessario per le caratteristiche del dato sistema,

tenendo conto sia delle proprietà del segnale analogico in ingresso (dettate dal formatore) sia dell'implementazione delle successive elaborazioni digitali.

L'accuratezza di un convertitore analogico-digitale è descritta in termini statici e dinamici. Per quanto riguarda le applicazioni trattate in questa tesi le caratteristiche principali delle quali tener conto sono:

- **La larghezza della banda analogica:** questa è delimitata dalla frequenza per la quale l'ampiezza di una sinusoide in ingresso alla data frequenza viene ridotta di 3 dB.
- **Il numero di bit effettivo (ENOB):** questo rappresenta il rapporto tra la potenza del segnale utile e quella del rumore incluse le distorsioni, e viene espresso in bit utili.
- **La frequenza di campionamento massima:** questa è data dalla velocità di codifica massima per il quale l'ADC è certificato.

Per le applicazioni nelle quali il consumo e l'ingombro sono molto critici si tende generalmente a progettare gli ADC sotto forma di ASIC, il che prevede lunghi tempi di sviluppo e test. Fortunatamente ciò non è necessario per i due sistemi qui descritti, dove i requisiti progettuali sono più rilassati, ma pur sempre abbastanza vincolanti. In particolare per lo spazio ridotto nella camera sperimentale di TwinMic è necessario che l'integrato di conversione disponga di 8 ingressi analogici (uno per ogni pixel del SDD) in quanto non c'è spazio a sufficienza per sistemare sulla PCB di back-end 8 integrati singoli. Anche il consumo dell'integrato deve essere contenuto in quanto esso verrà posizionato in vuoto dove la dissipazione termica è piuttosto complicata.

Nei primi test con il rivelatore trapezoidale da 28 pixel [1], nei quali il read-out è stato affidato a due ASIC multicanale [2] con un multiplexer integrato, il campionamento e la digitalizzazione venivano effettuati da due ADC LTC2208 da 16 bit, in grado di campionare a 130 MSPS (*mega samples per second*). Le caratteristiche dei due ADC erano in questo caso abbondantemente sovrastimate il che era dettato dal fatto che si trattava per l'appunto di test esplorativi, nei quali le caratteristiche dei segnali in ingresso non erano ancora del tutto note. Inoltre la presenza di due soli ADC permetteva di rilassare le specifiche legate al loro consumo. L'elettronica di back-end è stata poi mantenuta durante i test del secondo prototipo del rivelatore trapezoidale (descritto nel

quarto capitolo), stavolta collegato a 8 ASIC di preamplificazione separati. In questo caso gli 8 segnali analogici venivano campionati da due soli ADC utilizzando due multiplexer da 4 canali. Ciò ha degradato fortemente la risoluzione energetica del sistema in quanto i multiplexer introducevano rumore e oscillazioni considerevoli quando utilizzati ad alte frequenze di switching [3]. Questi fatti hanno portato alla riprogettazione del back-end e con esso anche la sezione dedicata al campionamento del segnale.

Per permettere un adeguato filtraggio digitale è stato stimato che la quantizzazione dell'ADC deve garantire una risoluzione di almeno 12 eV sugli impulsi in uscita dallo shaper e la loro salita deve essere campionata su almeno 10 punti. Considerando il caso più critico, rappresentato dalle specifiche del sistema per XAFS, nel quale lo shaper analogico ha un peaking time di 0.3 μ s e l'impulso massimo corrisponde ad un fotone con l'energia pari a 27 keV, la frequenza di campionamento minima risulta in 33 MSPS, mentre la risoluzione necessaria è di 2250 punti, ottenibile con una quantizzazione da 12 bit (11.1 bit effettivi).

Esaminate le specifiche, la scelta dell'ADC è caduta su un integrato della Texas Instruments, l'ADS5270. Si tratta di un convertitore analogico-digitale a 8 canali in grado di campionare a 40 MSPS con una risoluzione di 12 bit su un range d'ingresso di 2 V. Il chip ha dimensioni abbastanza contenute (14 x 14 mm²) e garantisce una potenza totale dissipata piuttosto ridotta (888 mW). La banda analogica d'ingresso è molto ampia (300 MHz) e l'ENOB dichiarato è 11.3 bit [4]. Il funzionamento dell'ADS5270 si basa sull'architettura a pipeline con una latenza dei dati in uscita di 6.5 cicli di clock.

Gli otto ingressi analogici dei quali dispone l'ADS5270 sono differenziali, centrati attorno alla tensione di modo comune V_{CM} da 1.45 V fornita al front-end (più precisamente all'ultimo stadio dello shaper che si occupa della differenziazione del segnale analogico, descritto nel precedente capitolo) tramite un pin dell'ADC. I dati digitali in uscita vengono serializzati canale per canale e spediti all'FPGA seguendo lo standard LVDS a una frequenza di 240 MHz in DDR (*double data rate*: i dati vengono campionati sia sul fronte di salita che sul fronte di discesa del clock) su 8 linee dati differenziali.

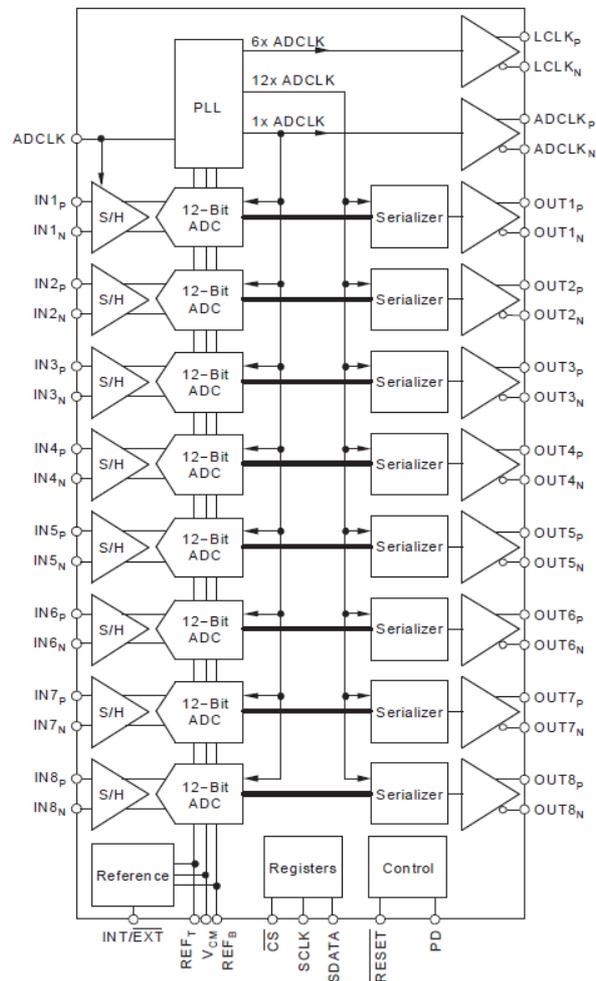


Figura 5.3: Rappresentazione schematica del ADS5270 [4].

L'ADC della Texas Instruments offre diverse modalità di funzionamento; tramite un'interfaccia SPI è possibile ad esempio impostare la corrente sui buffer LVDS, generare pattern noti sulle linee in uscita per sincronizzare la ricezione, spegnere uno o più canali dell'ADC per risparmiare sul consumo dell'integrato e impostare varie altre funzionalità utili. L'interfaccia SPI viene gestita dall'FPGA presente sulla PCB di back-end, la quale fornisce all'ADC anche il clock di campionamento a 40 MHz.

5.2 L'FPGA e il firmware

Già dalle caratteristiche dell'ADC descritto nella sezione precedente è intuibile che per il controllo dell'acquisizione, conversione, elaborazione e trasmissione dei dati è necessaria una logica digitale veloce, programmabile, ma soprattutto in grado di gestire processi in modo completamente parallelo (si pensi ad esempio alla gestione di 8 linee dati a 240 MHz in DDR). Quest'ultima necessità ha portato a scartare i microcontrollori e i DSP in favore di un'FPGA.

L'FPGA, abbreviazione di *Field Programmable Gate Array*, è un circuito integrato digitale composto principalmente da porte logiche collegate da interconnessioni programmabili in modo da ottenere le funzioni logiche volute. In questo modo si può costruire all'interno di un'FPGA circuiti logici completamente indipendenti tra loro, in grado di eseguire istruzioni in modo parallelo senza conflitti. Le FPGA sono in gran parte prodotte da due aziende, la Xilinx e l'Altera, che insieme alla Microsemi coprono oltre l'80% del mercato e offrono svariati modelli di FPGA in grado di soddisfare anche le specifiche più spinte.

Specifiche hardware

La scelta dell'FPGA segue il ragionamento fatto per gli ADC; anche in questo caso le prestazioni devono essere limitate alla reale necessità del sistema in modo da minimizzare la potenza dissipata dall'integrato. Per questo motivo è stata scelta la famiglia *Cyclone*, espressamente consigliata dalla casa costruttrice Altera (recentemente assorbita dalla Intel) per il low-power design, che offre prestazioni adeguate alle specifiche del progetto a un consumo di potenza basso. In particolare è stata scelta la variante *E* della *Cyclone V*, costruita con la tecnologia *28LP* (*low power process technology* a 28 nm), che promette i consumi ridotti del 40% rispetto alla versione precedente *Cyclone IV*. Essendo le funzioni per il controllo del front-end, l'elaborazione dei segnali e la trasmissione dei dati abbastanza articolate, si è deciso di prendere in considerazione un modello che,

nell'ambito della famiglia Cyclone V, avesse il massimo numero di celle logiche, compatibilmente con i vincoli sulle dimensioni e sul consumo. Inoltre la necessità del filtraggio digitale impone la presenza nell'FPGA di un numero nutrito di blocchi DSP e moltiplicatori.

Secondo le specifiche sopraelencate è stato scelto il modello *5CEFA7F23I7N* [5] con 150.000 elementi logici, 156 blocchi DSP, 312 moltiplicatori 18x18, oltre 7 Mbit di memoria interna e 7 *PLL (Phase-Locked Loop)*. Il package FBGA (*FineLine Ball Grid Array*) permette le dimensioni contenute del dispositivo (23 x 23 mm²) nonostante la presenza di ben 484 pin totali dei quali 240 disponibili come ingressi/uscite programmabili.

La logica digitale

Com'è stato più volte ribadito nel corso di questa tesi, è compito del firmware controllare tutti gli elementi della catena di acquisizione, nonché elaborare i dati raccolti e interfacciarsi con il mondo esterno (in questo caso dialogare con il software presente su un PC). Per portare a termine tutti i compiti sopraelencati bisogna eseguire parecchie operazioni in parallelo, perciò è molto importante strutturare il codice in maniera adeguata, predisponendo blocchi funzionali autonomi e indipendenti. In questa sezione verranno brevemente descritti i blocchi principali dai quali è composto il firmware, senza però entrare nel dettaglio del loro funzionamento con porzioni di codice HDL per non appesantire la lettura.

- **IL CONTROLLO DEL FRONT-END**

Il front-end ha bisogno per il suo corretto funzionamento di alcuni segnali di controllo e configurazione. Nel caso di TwinMic il controllo degli stadi analogici è piuttosto semplice e richiede solo il reset dei CSA e una linea di test per verificare il corretto funzionamento degli ASIC e calibrare il sistema anche in assenza del segnale dal rivelatore.

Il segnale di reset viene portato fino ai preamplificatori in forma differenziale per limitare la generazione del rumore e l'induzione di carica sui condensatori di feedback

dei CSA. Tutti i preamplificatori sono connessi in parallelo e vengono inizializzati con un unico segnale di reset. Il condensatore presente nella catena di retroazione dei preamplificatori di carica (figura 5.4) viene svuotato in modo periodico con una frequenza decisa dall'utente, che può essere scelta da 100 Hz fino ad alcune decine di kHz, a seconda della grandezza dell'area attiva del rivelatore, della sua temperatura di funzionamento e tenendo conto della count-rate prevista.

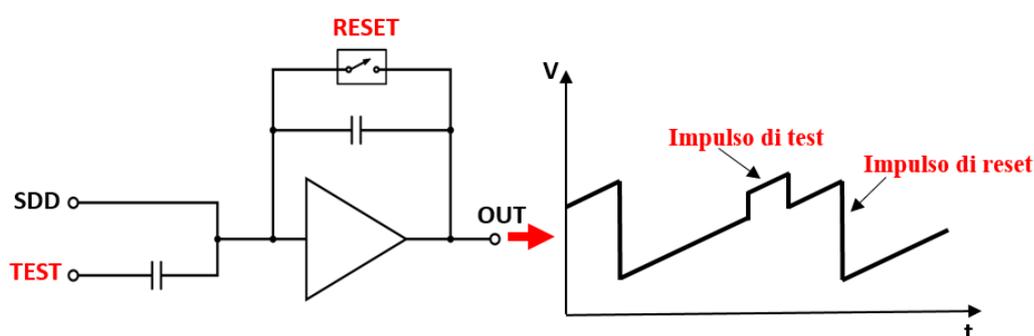


Figura 5.4: I segnali di test e reset e i loro effetti in uscita al preamplificatore di carica.

Il segnale di test è un impulso in tensione che viene iniettato nel condensatore in ingresso al CSA (figura 5.4) per simulare la carica generata da un fotone di una data energia. L'impulso di test uscente dall'FPGA ha un'ampiezza di 3.3 V che viene ridotta con un opportuno partitore ad alcune decine di mV prima che l'impulso venga iniettato nel preamplificatore. Per poter calibrare il sistema vengono generati due impulsi di tensione con ampiezze differenti, con i quali è possibile allineare gli spettri acquisiti su pixel diversi (questa procedura è necessaria poiché i guadagni dei CSA variano da esemplare ad esemplare). La generazione degli impulsi di test può venire abilitata dall'utente o può essere avviata in modo automatico durante la procedura di inizializzazione e calibrazione del sistema. Se la modalità di test è attiva, gli impulsi vengono generati con un ritardo fissato dopo ogni reset, in modo da avere un impulso di test in ogni intervallo di misura a prescindere dalla frequenza di reset.

Per il sistema XAFS sono state previste alcune ulteriori modalità di controllo del front-end. Per quanto riguarda il reset è presente nel circuito di front-end un comparatore che genera un segnale di trigger quando uno degli 8 segnali in uscita dai

CSA supera una determinata soglia. L'utente può scegliere se generare il reset periodicamente ad una frequenza impostata o in corrispondenza del trigger proveniente dal front-end. Inoltre è possibile tramite un circuito dedicato tenere in condizioni di reset permanente un determinato CSA in modo da disabilitarlo qualora esso presenti problemi di funzionamento. L'FPGA comunica tramite SPI al front-end i comandi per disabilitare un dato canale.

- **COMUNICAZIONE CON IL MONDO ESTERNO**

Oltre alla trasmissione verso il mondo esterno dei dati raccolti, bisogna prevedere anche la ricezione di determinate stringhe di codice, in base alle quali impostare i diversi parametri della logica digitale (come ad esempio la frequenza di reset o l'attivazione degli impulsi di test menzionate in precedenza).

Per limitare il numero di connessioni tra il back-end e l'esterno della camera sperimentale di TwinMic (nello specifico con la PCB chiamata *Ether-W-ease* che gestisce la comunicazione con il PC) è stato scelto un particolare protocollo di trasmissione/ricezione dei dati. Si tratta di una comunicazione *full-duplex* (comunicazione simultanea in entrambe le direzioni) con velocità di trasmissione differenti nei due versi.

Siccome l'FPGA riceve dal mondo esterno solo comandi di configurazione, generalmente composti da 8 bit, è stata decisa in questo verso una comunicazione a due sole linee: una linea chiamata *chip select CS* e una linea di dati. La linea di chip select funge da clock per la lettura della linea dati; quando è alta il bit è pronto per la lettura. Le parole di configurazione vengono dunque mandate in seriale bit per bit. Viceversa i dati spediti dall'FPGA verso il mondo esterno (gli spettri acquisiti o gli impulsi campionati a seconda della modalità di acquisizione) hanno una dimensione di alcune centinaia di kbit. In questo caso è stata decisa una parziale parallelizzazione della comunicazione, predisponendo oltre alla linea *CS* quattro linee dati. Le parole in uscita dalla lunghezza fissata a 16 bit vengono in questo modo trasmesse in 4 colpi di clock.

I dati in ingresso vengono interpretati da un decoder abbastanza robusto che scarta parole incomplete, corrotte o non presenti nella lista dei comandi concordati. Una

parola speciale è riservata anche al reset del firmware; in caso di malfunzionamenti gravi è possibile da remoto inizializzare tutte le macchine a stati presenti nel codice e reimpostare tutti i parametri a quelli di default.

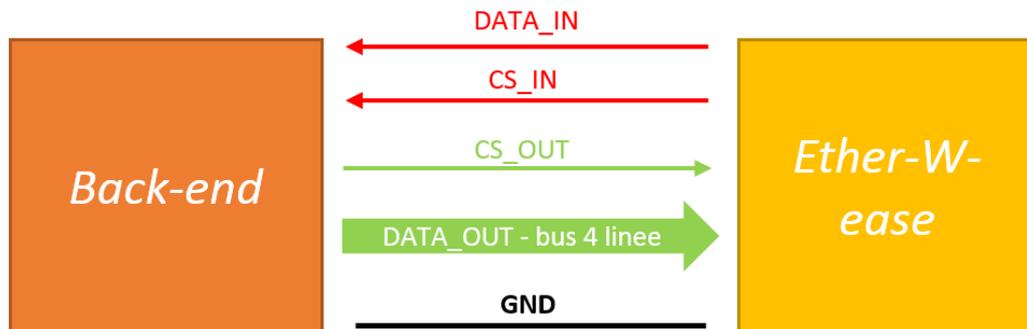


Figura 5.5: Schema di comunicazione a 8 linee tra la PCB di back-end e la PCB Ether-W-ease.

- **L'INTERFACCIA CON L'ADC**

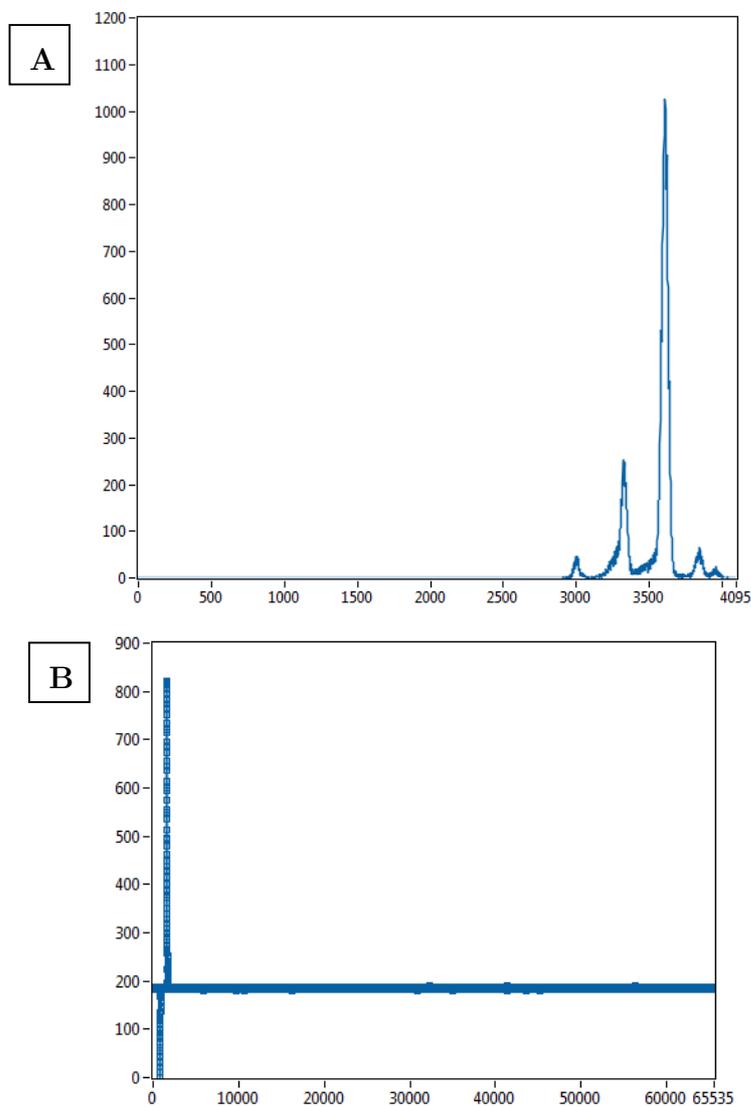
Gli otto canali dell'ADC forniscono in uscita ciascuno 12 bit a campione (frequenza di campionamento 40 MHz), i quali vengono trasferiti all'FPGA in seriale tramite 8 coppie LVDS ad una frequenza di 240 MHz in DDR. Si tratta di velocità non trascurabili dal punto di vista dell'organizzazione del firmware, per le quali bisogna avvalersi di particolari blocchi hardware presenti nell'FPGA per la gestione dei dati in ingresso. In particolare sono stati usati *IP cores* proprietari di Intel (*ALTDDIO_IN*) per la lettura dei dati in DDR.

L'FPGA fornisce all'ADC il clock di campionamento (40 MHz) e vari parametri di configurazione tramite una comunicazione SPI. Al power-up dell'ADC bisogna inoltre impostare una particolare sequenza di accensione tramite piedini dedicati.

- **LE DIVERSE MODALITÀ D'ACQUISIZIONE**

Per garantire la massima flessibilità d'utilizzo e la possibilità di controllare la forma dei singoli impulsi generati dal front-end sono state previste quattro modalità d'acquisizione. Oltre alla modalità d'acquisizione classica, la quale prevede in uscita uno spettro di energie dei fotoni raccolti, è possibile monitorare gli impulsi campionati

dall'ADC in tre modalità "oscilloscopio". L'utente può scegliere se visualizzare piccole finestre temporali da 512 campioni centrate intorno ad un trigger impostabile dall'utente su tutti gli 8 canali ADC, oppure una finestra temporale più grande da 65536 campioni su un unico canale a scelta. Inoltre nella prima modalità oscilloscopio (quella con finestre temporali da 512 campioni) è possibile scegliere se visualizzare i dati originali, presi direttamente in uscita all'ADC, oppure i dati filtrati tramite filtri FIR, descritti nel prossimo punto.



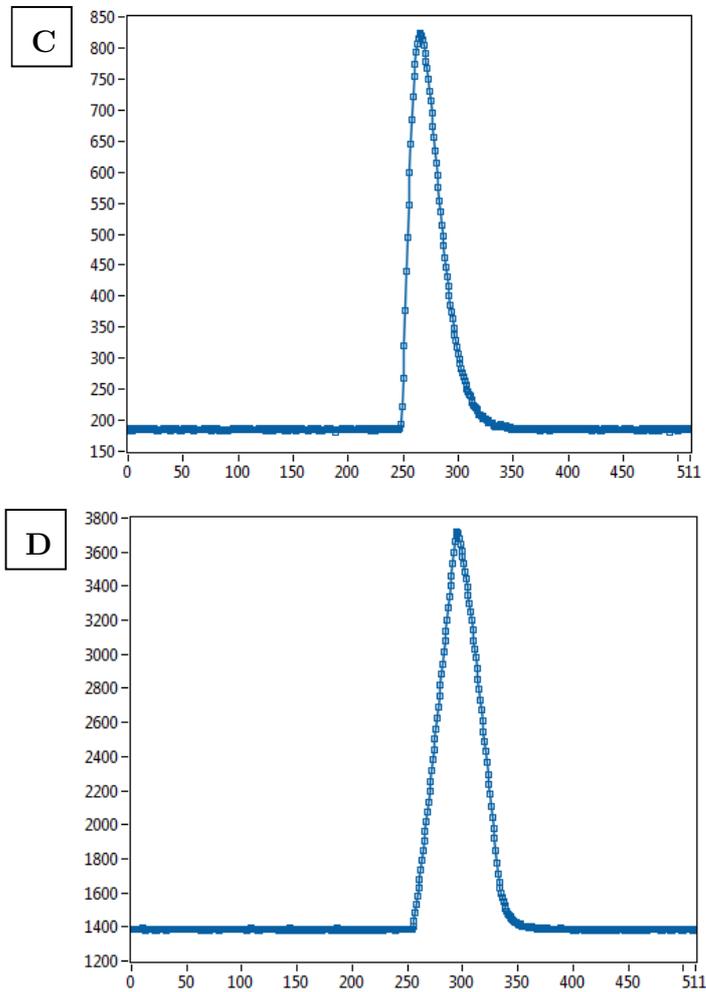


Figura 5.6: I dati relativi alle quattro diverse modalità d'acquisizione:

- Modalità classica: 4096 dati da 16 bit che rappresentano lo spettro in energia dei fotoni raccolti – (sull'asse X è rappresentata l'energia dei fotoni espressa in unità ADC, sull'asse Y invece i conteggi).
- Modalità oscilloscopio a finestra temporale grande: 65536 campioni da 12 bit (asse X – tempo, ogni punto dista dall'altro 25 ns, asse Y ampiezza in unità ADC).
- Modalità oscilloscopio con trigger: 512 campioni da 12 bit centrati attorno all'impulso (X tempo, Y ampiezza).
- Modalità oscilloscopio con trigger, dati in uscita dal filtro FIR: 512 campioni da 12 bit centrati attorno all'impulso (X tempo, Y ampiezza).

- **IL FILTRAGGIO DIGITALE**

Il filtro analogico CR-RC², descritto in dettaglio nel precedente capitolo, permette di filtrare una buona parte del rumore dal quale è affetto il front-end. Essendo però il filtro passa-banda realizzato con componenti elettronici discreti, esso non è configurabile, se non sostituendo i componenti passivi con altri di valore diverso; questa operazione piuttosto invasiva non è fattibile durante il funzionamento del sistema. Per permettere un filtraggio configurabile in base alle diverse esigenze di acquisizione e al rumore specifico presente in un dato ambiente di lavoro è stato deciso di implementare un ulteriore filtraggio sui dati campionati.

Il filtraggio digitale in questione si basa su filtri *FIR* (*Finite Impulse Response*). Un filtro FIR è un sistema lineare tempo invariante con risposta finita all'impulso. I FIR più usati nel campo della spettroscopia sono filtri triangolari e trapezoidali che trasformano l'impulso in ingresso in un segnale triangolare o trapezoidale (figura 5.7).

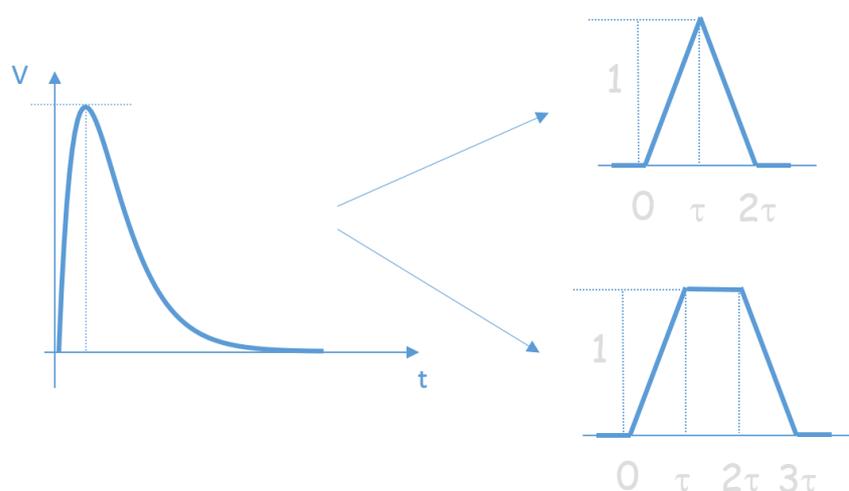


Figura 5.7: L'impulso campionato in uscita dallo shaper analogico viene convertito in un segnale triangolare o trapezoidale tramite opportuni filtri FIR.

La sezione del firmware dedicata al filtraggio digitale sfrutta blocchi hardware DSP specifici integrati nell'FPGA, in grado di eseguire moltiplicazioni a precisione variabile. Grazie ad essi è stato possibile implementare 8 filtri (uno per ogni canale

ADC) a 120 coefficienti (chiamati *taps*) completamente parametrizzati che possono essere programmati e riprogrammati dall'utente anche durante la misura. Agendo sui coefficienti si può attenuare eventuali rumori presenti a determinate frequenze e aumentare o diminuire il peaking time in uscita fino ad arrivare al valore ottimo (vedi capitolo precedente). I coefficienti del filtro vengono caricati con 16 bit di precisione. Nella figura 5.8 si può vedere un set di 120 coefficienti che forniscono in uscita una forma trapezoidale qualora all'ingresso venga applicato un impulso analogico formato dal CR-RC² descritto nel precedente capitolo.

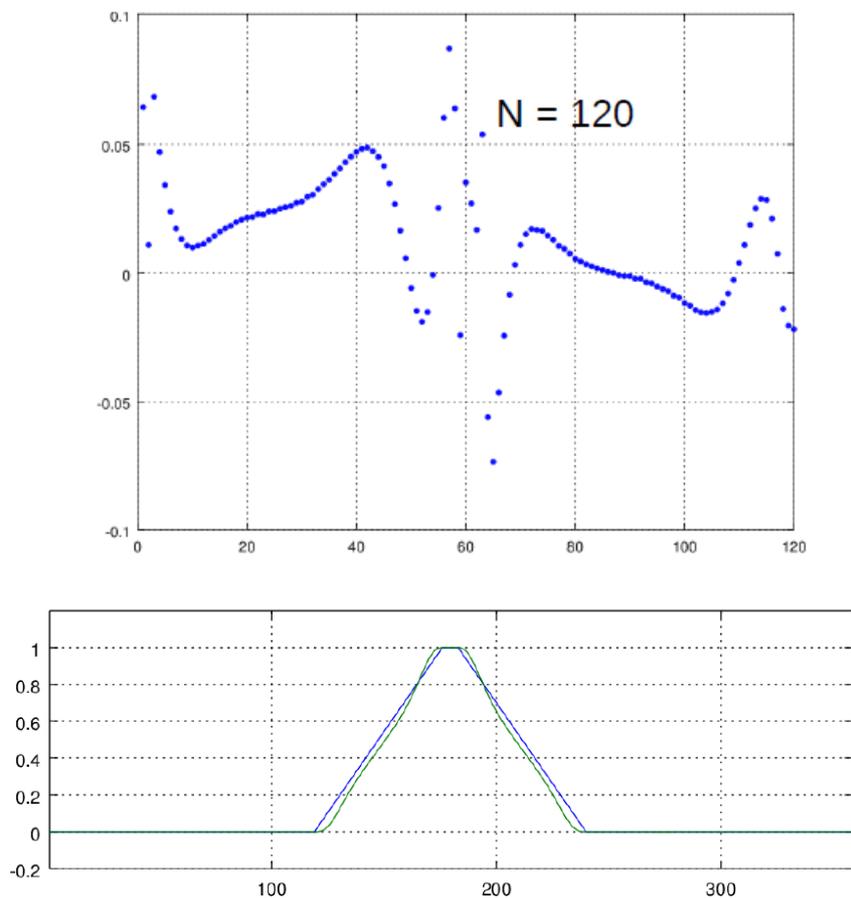


Figura 5.8: Esempio di un set da 120 coefficienti a 16 bit caricati nell'FPGA e la risposta che forniscono in presenza di un impulso formato dallo shaper CR-RC² realizzato per il sistema di TwinMic.

- **SISTEMA DI TRIGGERING E REIEZIONE DEL PILE-UP**

Per distinguere gli impulsi di segnale dal rumore e allo stesso tempo garantire l'eliminazione dei dati affetti da pile-up è stato implementato nell'FPGA oltre al filtro FIR lungo (120 tap) precedentemente descritto anche un filtro veloce i cui coefficienti sono semplicemente $(1/4, 1/4, -1/4, -1/4)$. Se l'impulso in uscita dal filtro veloce supera una certa soglia impostata dall'utente, scatta un trigger che segnala l'arrivo di un fotone, la cui ampiezza sarà data dal valore del flat-top in uscita dal filtro FIR lungo.

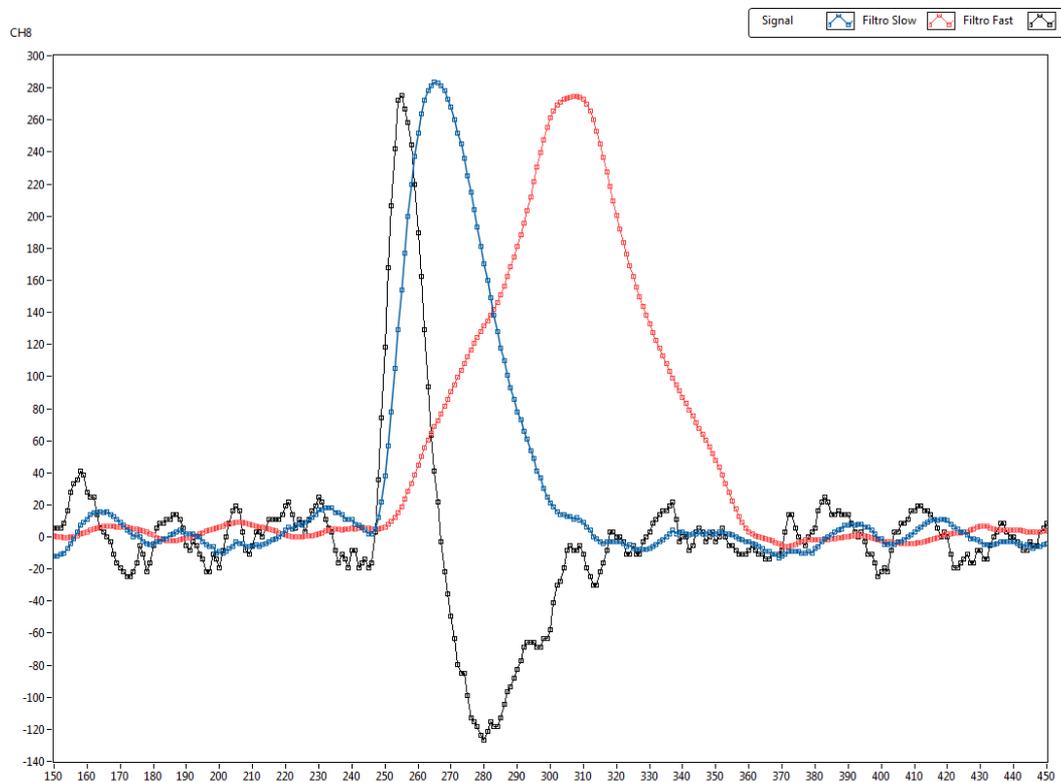


Figura 5.9: Figura esplicativa sul funzionamento del trigger. Il gráfico blu rappresenta l'impulso affetto da rumore campionato dall'ADC (si tratta di un impulso generato da un fotone a 1.2 keV, acquisito sulla linea di luce TwinMic); il gráfico nero rappresenta l'uscita del filtro veloce opportunamente scalata; il gráfico rosso raffigura l'uscita di un filtro trapezoidale lento a 120 tap. Quando il filtro veloce supera una certa soglia (impostata dall'utente) l'impulso in uscita dal filtro lento viene ritenuta valida.

Se si verificano due eventi di trigger in un tempo abbastanza ravvicinato tra loro (il tempo è impostato a seconda dei coefficienti del filtro FIR lungo caricati nell'FPGA), non è possibile distinguere i due impulsi singoli in uscita dal filtro lungo. Questo è un caso di pile-up, nel quale bisogna scartare gli eventi coinvolti per non degradare la risoluzione energetica dello spettro acquisito. Se è attiva la funzione anti pile-up (impostabile da utente) tali impulsi vengono scartati e viene incrementato un contatore che indica il numero di eventi di pile-up durante la misura. Nel caso in cui gli eventi affetti da pile-up superano una certa percentuale diventa necessario diminuire il peaking time del filtro lungo.

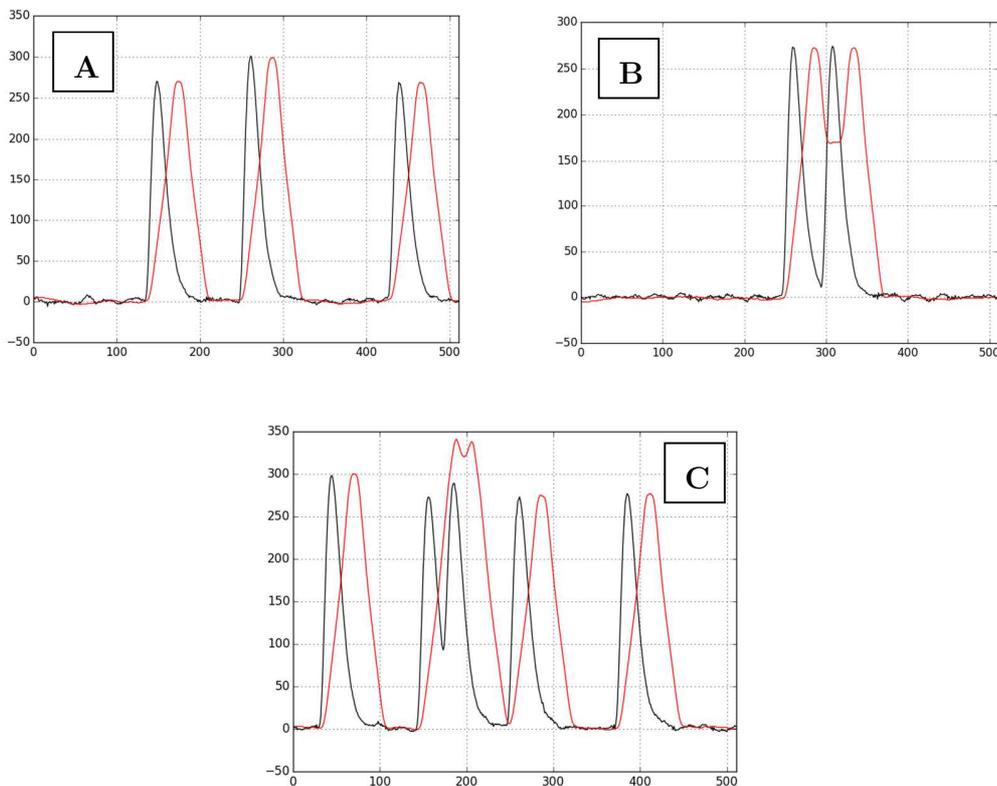


Figura 5.10: Rappresentazione dei dati in uscita del filtro lento (linea rossa) in corrispondenza degli impulsi in ingresso (linea nera). Nella figura A gli impulsi sono ben distinti tra loro; nella figura B i due impulsi filtrati sono parzialmente sovrapposti ma entrambi i dati sono validi; nella figura C il secondo ed il terzo impulso devono essere scartati perché affetti da pile-up.

5.3 La comunicazione tramite ethernet

I dati in uscita dall'FPGA devono essere trasformati in pacchetti TCP/IP per essere trasmessi via ethernet a un PC. Questa operazione viene eseguita tramite l'integrato *WIZnet* montato sulla PCB *Ether-W-Ease*. Nello stesso modo anche i dati trasmessi dal PC vengono "spacchettati" e trasmessi in seriale all'FPGA. Il chip ha una banda di trasmissione/ricezione massima di 50 Mbps [6] il che permette di avere sufficiente margine durante il trasferimento dei dati relativi alle misure (solitamente inferiori ai 6 Mbps). Sulla PCB è presente anche una piccola FPGA che permette di configurare tramite firmware il protocollo di comunicazione con il back-end e fornisce un buffer per i dati in modo da evitare perdite d'informazione in caso di un flusso dati aumentato per brevi periodi. Tramite firmware è inoltre possibile impostare l'indirizzo IP dello strumento.

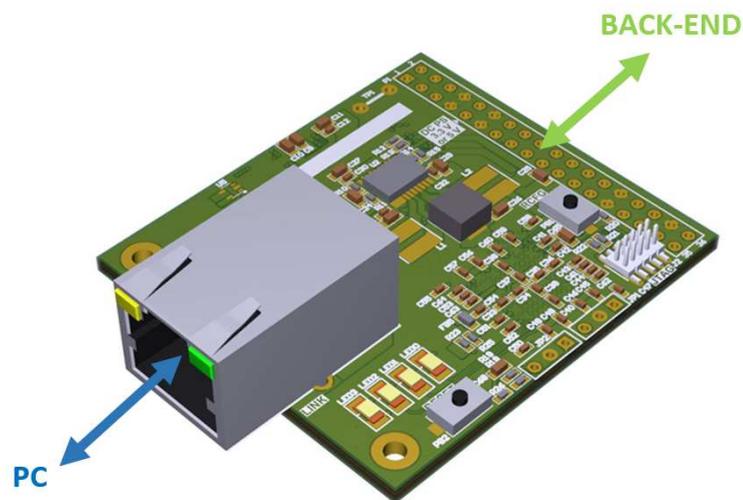


Figura 5.11: La PCB Ether-W-Ease che permette la comunicazione tra il back-end e un PC connesso alla rete tramite il protocollo TCP/IP.

5.4 L'interfaccia utente

Affinché l'utente possa interagire con lo strumento in maniera facile e intuitiva è stata sviluppata in ambiente LabVIEW un'interfaccia grafica che gira su sistemi operativi Windows, MacOS o Linux. L'interfaccia è composta da diversi programmi, chiamati *VI* (*Virtual Instrument*), dedicati sia alla configurazione dello strumento sia all'analisi dei dati raccolti. Il programma si basa sull'esperienza dei ricercatori delle linee di luce che si occupano di spettroscopia di fluorescenza, i quali sono stati coinvolti in fase di sviluppo del software in modo da realizzare un'interfaccia che risponda il più possibile alle loro esigenze.

Uno dei compiti più importanti del programma che risiede sul PC è quello di unire dopo un'opportuna calibrazione i dati provenienti dalle diverse celle di tutti i rivelatori (4 SDD da 8 celle ciascuno nel caso di TwinMic e 8 SDD da 8 celle nel caso di XAFS); all'utente finale viene infatti presentato un unico spettro di energie relativo a tutto lo strumento. Dallo spettro acquisito (figura 5.12) è possibile ottenere varie informazioni utili, come ad esempio la risoluzione energetica sui vari picchi (FWHM della gaussiana fittata su una regione selezionata dall'utente), il numero dei conteggi presenti in un'area selezionata o totali, il tempo morto dovuto ai reset del CSA e al pile-up e altro ancora.

Tra le varie funzionalità che il software offre c'è anche la possibilità di impostare la temperatura di lavoro dei rivelatori. In base alla temperatura misurata sui SDD viene modificata la tensione di alimentazione delle celle di Peltier tramite il controllo remoto degli alimentatori da banco. Le celle di Peltier convergono così tramite un feedback lento alla temperatura impostata.

Il software svolge anche un'importante funzione di diagnostica, verificando in caso di problemi a che livello si trova il guasto (SDD, front-end, back-end o comunicazione interrotta) e se non è in grado di risolverlo (ad esempio tramite un reset del sistema di back-end) avvisa l'utente con un codice appropriato.

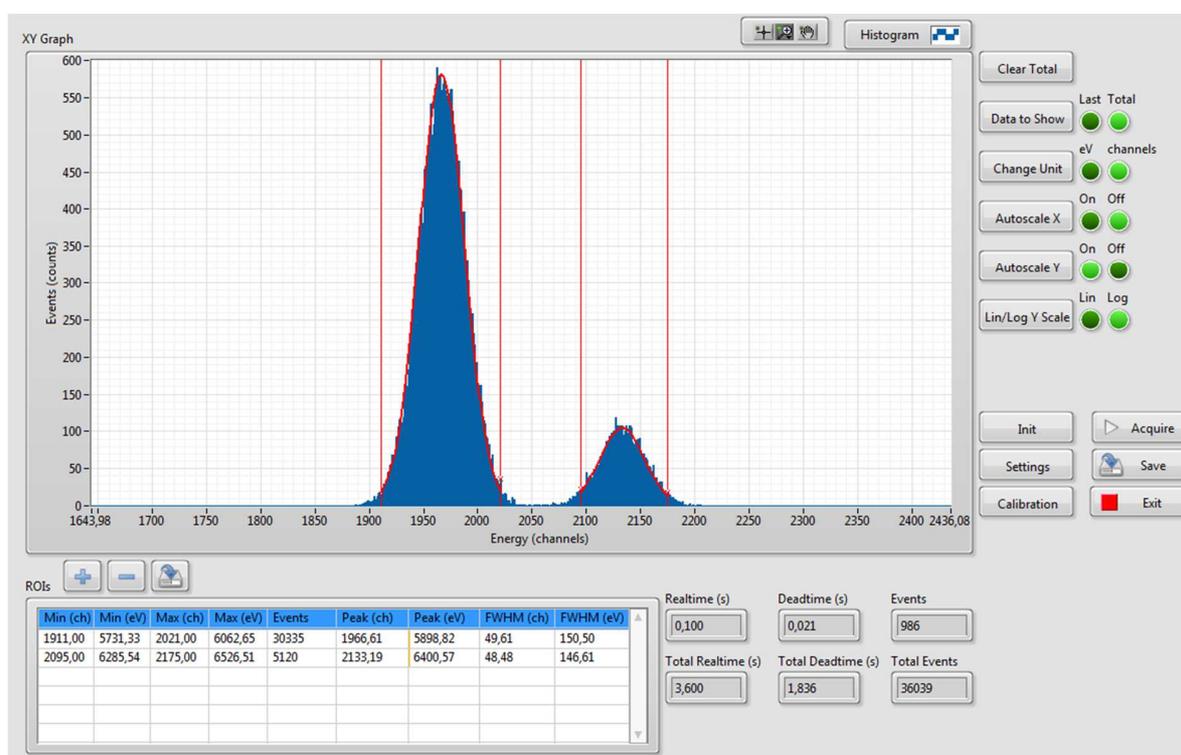


Figura 5.12: Schermata principale del programma d'interfaccia utente realizzato in LabVIEW. Con i pulsanti a destra si può accedere a diversi sottomenù per configurare l'acquisizione dei dati.

Bibliografia

- [1] J. Bufon et al., “A novel multi-cell silicon drift detector for Low Energy X-Ray Fluorescence (LEXRF) spectroscopy”, *Journal of Instrumentation*, vol. 9, C12017, 2014.
- [2] M. Ahangarianabhari et al., “A low-power CMOS ASIC for X-ray Silicon Drift Detectors low-noise pulse processing”, *Journal of Instrumentation*, vol. 9, C03036, 2014.
- [3] A. Gianoncelli et al., “A new detector system for low energy X-ray fluorescence coupled with soft X-ray microscopy: First tests and characterization”, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A*, vol. 816, pp. 113-118, 2016.

- [4] Texas Instruments, “ADS5270: 8-Channel, 12-Bit, 40MSPS Analog-to-Digital Converter with Serial LVDS Interface”, *data sheet*, 2009.
- [5] Altera Corporation, “Cyclone V Device Overview”, *data sheet*, 2016.
- [6] WIZnet Co., “High-Performance Internet Connectivity Solution, W5300”, *data sheet version 1.2.3*, 2008.

Capitolo 6

Risultati sperimentali

In questo capitolo sono riportati i risultati più significativi ottenuti nelle numerose prove riguardanti il funzionamento dei nuovi sistemi di misura, sviluppati per le particolari esigenze delle linee di luce che effettuano spettroscopia di fluorescenza.

E' evidente che l'unico modo per essere sicuri che il rivelatore funzioni correttamente è metterlo alla prova negli ambienti in cui dovrà funzionare, in questo caso sulle linee di luce TwinMic e XAFS. Essendo le due linee di luce in questione molto richieste per svolgere esperimenti in numerosi campi scientifici (sulla linea XAFS sono state ricevute in 10 anni più di 500 richieste di beamtime, delle quali 220 sono state accettate e portate a termine con risultati pubblicati in moltissime riviste scientifiche internazionali [1]), risulta piuttosto difficile per i responsabili delle beamline trovare delle finestre temporali nelle quali dedicare il fascio ai test su nuovi rivelatori. Nonostante ciò il SAC (*Scientific Advisory Committee*) di Elettra ha approvato dopo i primi tre beamtime ottenuti su TwinMic (dicembre 2013, febbraio 2014 e dicembre 2014) un *long term proposal*, cioè un esperimento a lungo termine dalla durata di due anni, che garantisce al richiedente un beamtime a semestre, per un totale di 4 beamtime. Il fatto che un comitato scientifico abbia assegnato un long term proposal (evento in genere assai raro) a un progetto essenzialmente tecnico dà la misura di quanto sia sentito il problema della mancanza di rivelatori adeguati per spettroscopia di fluorescenza. Nell'ambito del long term proposal si sono già svolti tre beamtime (dicembre 2015, giugno 2016 e dicembre 2016), durante i quali il sistema è migliorato di versione in versione sia dal punto di vista della risoluzione energetica, sia per quanto riguarda la percentuale di angolo solido coperto dal rivelatore.

L'ultima prova, alla quale verrà sottoposto il sistema nella sua versione finale, si terrà presumibilmente in ottobre 2017. Per quanto riguarda le prove sulla linea XAFS, si sono svolti ad ora due beamtime: il primo nel settembre 2015 e il successivo esattamente un anno dopo, nel settembre 2016. Un altro beamtime su XAFS è in programma entro maggio 2017.

Visto il numero comunque ridotto di ore disponibili con luce di sincrotrone, sono stati effettuati moltissimi test nei laboratori di INFN ed Elettra, dove tutti i rivelatori sono stati caratterizzati prima di essere provati sulle rispettive beamline. Com'è stato già accennato nel primo capitolo, uno dei metodi più usati per valutare la risoluzione energetica dei SDD è la misura delle radiazioni dell'isotopo radioattivo del ferro con il numero atomico 55 – il ^{55}Fe , che emette fotoni sostanzialmente a due energie: $K\alpha$ a 5.90 keV e $K\beta$ a 6.49 keV. Per caratterizzare i rivelatori con la sorgente radioattiva è stato preparato un setup apposito nei laboratori dell'INFN di Trieste, dov'è disponibile una camera climatica in grado di raffreddare l'ambiente di misura fino a 230 gradi Kelvin. Durante i test con la sorgente radioattiva il rivelatore e tutta l'elettronica di front-end e back-end erano posizionati nella camera climatica e il contenitore metallico contenente il materiale radioattivo veniva posizionato a circa 1 cm sopra il rivelatore in modo da irradiare attraverso l'apertura nel contenitore tutti i pixel del SDD.

Saranno dunque descritte di seguito sia le principali prove in laboratorio, ottenute con la sorgente radioattiva, sia gli esperimenti condotti con la luce di sincrotrone. Verranno inoltre forniti i risultati più importanti ottenuti durante le prove sperimentali, alcuni già pubblicati su riviste scientifiche specializzate, altri ancora inediti e sottomessi per pubblicazione [2,3,7,9]. Il capitolo è diviso in due sezioni: la prima è dedicata alle prove e ai risultati ottenuti con il rivelatore trapezoidale, la seconda invece presenta le misure fatte con il rivelatore progettato per XAFS.

6.1 I test sul sistema di misura per TwinMic

Il sistema di misura dei raggi X progettato secondo le specifiche della linea di luce TwinMic si è evoluto notevolmente dal primo prototipo messo a punto nel 2013. Saranno qui riportati i principali risultati ottenuti per ciascuno dei prototipi sviluppati nel corso dei tre anni di questo dottorato, in modo da poter apprezzare le migliorie che hanno portato alle prestazioni che caratterizzano la versione attuale del rivelatore trapezoidale, le quali verranno descritte alla fine di questa sezione.

Nelle prove con il **primo prototipo** del rivelatore trapezoidale, descritto nel quarto capitolo, la risoluzione energetica era limitata dalla capacità parassita dei lunghi fili di connessione (i wire bonds visibili nella figura 6.1) tra i 28 anodi del rivelatore e i due ASIC di read-out. La risoluzione migliore, 217 eV FWHM a 0 °C sulle righe del ^{55}Fe (figura 6.2) [2], è stata ottenuta con i pixel più vicini ai due ASIC (lunghezza ridotta del wire bond), mentre la lettura dei pixel più distanti mostrava risoluzioni vicine ai 300 eV FWHM.



Figura 6.1: Assemblaggio del primo prototipo. Si noti i lunghi wire bonds che collegano i due ASIC VEGA agli anodi del rivelatore, responsabili del deterioramento della risoluzione energetica.

Il primo prototipo è stato montato anche nella camera sperimentale di TwinMic, ben sapendo che la massima risoluzione energetica ottenibile con tale prototipo non poteva essere accettabile dalla linea. Le misure avevano lo scopo di verificare le due scommesse principali del progetto, ovvero la capacità da parte del rivelatore di vedere fotoni di bassa energia e, soprattutto, la possibilità di mettere in vuoto l'elettronica di acquisizione ed elaborazione del segnale. Entrambi i punti sono stati verificati con successo: nonostante la finestra d'ingresso fosse coperta da un ossido protettivo (i rivelatori facevano parte di un run di produzione destinato ad altre applicazioni), le misure hanno mostrato una buona efficienza del rivelatore alle basse energie, inoltre hanno validato l'approccio pensato, ovvero quello di tenere l'elettronica di elaborazione digitale dei dati nella camera sperimentale vicino al front-end (per i motivi elencati nel terzo capitolo). La qualità del vuoto nella camera sperimentale non ha risentito infatti della presenza dei componenti non classificati come compatibili con l'alto vuoto presenti sulla PCB di back-end e dall'altro lato l'elettronica non ha mostrato segni di surriscaldamento durante il suo funzionamento, il che ha confermato la bontà del sistema di raffreddamento appositamente realizzato, basato sull'anello di raffreddamento già presente all'interno della camera sperimentale.

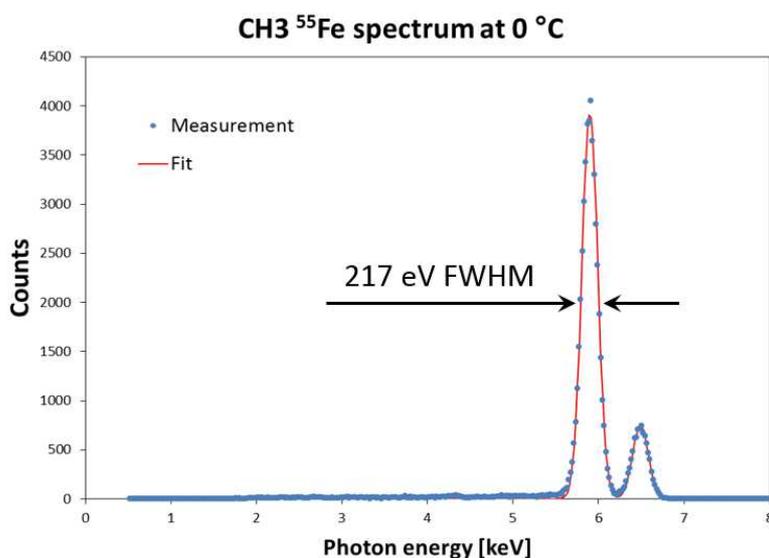


Figura 6.2: La risoluzione energetica migliore ottenuta con il primo prototipo del SDD trapezoidale. Le misure sono state effettuate in camera climatica a 0 °C con la sorgente radioattiva ⁵⁵Fe [2].

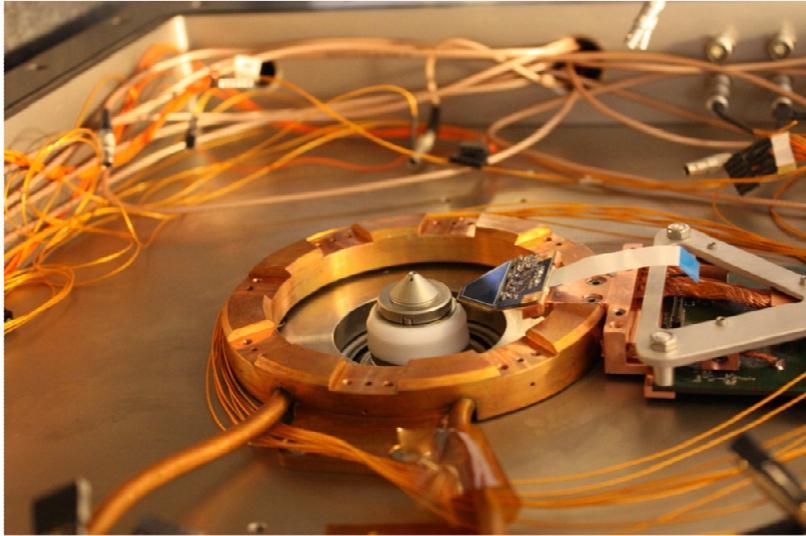


Figura 6.3: Il primo montaggio del sistema di misura basato sui SDD trapezoidali nella camera sperimentale della linea di luce TwinMic. Il rivelatore è fissato ad un anello in rame nel quale scorre un liquido refrigerante. Il fascio di fotoni che esce dal cono al centro dell'anello di raffreddamento colpisce il campione che si trova a pochi millimetri dalla punta del cono, generando fluorescenza a raggi X che viene catturata dal SDD.

Nel **secondo prototipo** il problema dei collegamenti lunghi tra gli anodi del rivelatore e i CSA è stato risolto implementando dei preamplificatori monocanale (i SIRIO) posti vicinissimi agli anodi. Per permettere di sistemare in tal modo i preamplificatori è stato necessario aumentare la distanza tra gli anodi e quindi la dimensione dei pixel; il SDD trapezoidale è stato perciò diviso in 8 pixel (4 quadrati e 4 triangolari), mantenendo le dimensioni dell'area attiva totale pressoché uguali al prototipo precedente. Essendo la PCB di back-end rimasta invariata dal primo prototipo, il quale prevedeva due soli ADC per scheda, è stato necessario sfruttare due multiplexer per il campionamento dei segnali provenienti dagli 8 preamplificatori [3]. Purtroppo i due multiplexer mostravano delle oscillazioni in uscita durante i cambi di canale che disturbavano i segnali dei CSA. Il loro tempo di assestamento non permetteva alte frequenze di commutazione e, non avendo i SIRIO a disposizione un *peak holder* come i VEGA, la probabilità di perdita dei fotoni durante le commutazioni non era trascurabile. Per il poco spazio a disposizione sulla PCB di front-end lo shaper analogico era costituito da un semplice CR-RC con un peaking

time di $1.52 \mu\text{s}$ (nel prototipo precedente lo shaper era parte del chip VEGA) e il filtraggio digitale non è stato implementato a causa delle poche risorse dell'FPGA montata sulla prima versione del back-end.

Nonostante le limitazioni del circuito sopraelencate il sistema presentava un netto miglioramento rispetto al prototipo precedente, indicando come la lunghezza dei fili di bonding fosse realmente deleteria per la risoluzione energetica dello strumento. Isolando il problema delle oscillazioni in uscita dal multiplexer, tenendo cioè l'uscita del multiplexer fissa su un pixel del SDD, la risoluzione energetica ottenuta in camera climatica a $0 \text{ }^\circ\text{C}$ era di 158 eV FWHM a 5.9 keV [3] (figura 6.4).

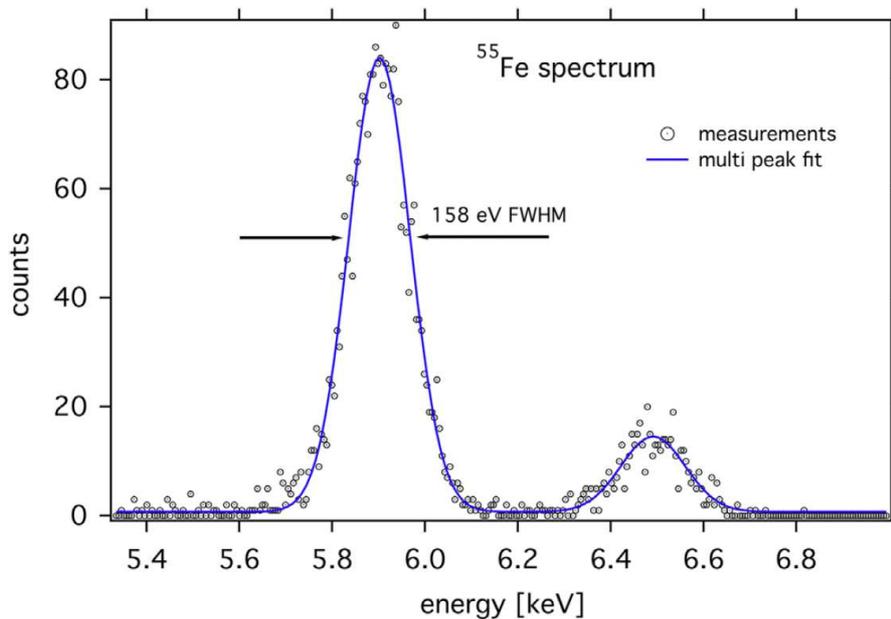


Figura 6.4: Risoluzione energetica del secondo prototipo del SDD trapezoidale, ottenuta con l'uscita del multiplexer fissa su un pixel. Le misure sono state effettuate in camera climatica a $0 \text{ }^\circ\text{C}$ con la sorgente radioattiva ^{55}Fe [3].

Forti dei risultati ottenuti in laboratorio abbiamo installato il sistema nella camera sperimentale di TwinMic. La prima caratterizzazione nella camera sperimentale è stata fatta analizzando la fluorescenza emessa da un campione standard, usato anche per la calibrazione dei SDD commerciali presenti su TwinMic – il fluoruro di magnesio (MgF_2).

Il composto inorganico in questione ha uno spessore di 550 nm ed è depositato su una finestra di nitrato di silicio (Si_3N_4) spessa 100 nm. Lo spettro acquisito con i rivelatori trapezoidali (figura 6.5) presenta tre picchi ben pronunciati, riferiti alle energie $K\alpha$ del fluoro F (677 eV), del magnesio Mg (1254 eV) e del silicio Si (1740 eV). Lo scattering del fascio incidente (2 keV) era pressoché assente per cui il picco elastico non è apprezzabile. Nello spettro non è visibile neanche l'azoto N (392 eV), sia per i pochi fotoni di fluorescenza che arrivano al rivelatore (essi vengono prima assorbiti per più del 70% dal fluoruro di magnesio e poi per un successivo 40% circa dalla finestra d'ingresso del rivelatore), sia per la loro vicinanza al piedistallo del rumore che si trovava intorno ai 200 eV.

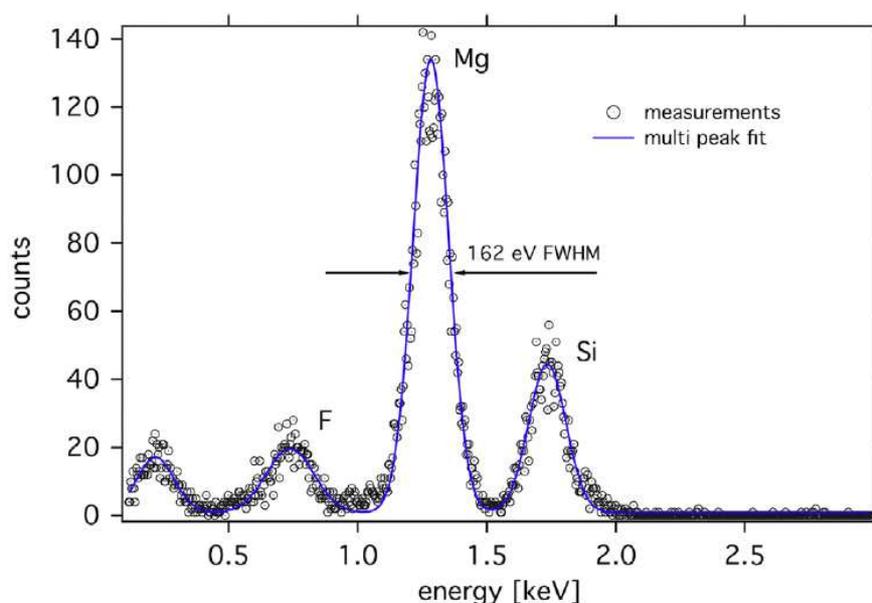


Figura 6.5: Spettro del campione standard MgF_2 depositato su una finestra di Si_3N_4 acquisito con il secondo prototipo del rivelatore trapezoidale sulla linea di luce TwinMic [3].

La risoluzione energetica del secondo prototipo sulla riga del magnesio è 162 eV FWHM; le misure sono state effettuate a qualche grado sopra i 0 °C (temperatura stimata in base alla corrente di leakage presente sugli anodi) e con una count-rate di 2100 conteggi/s. Il peggioramento della risoluzione rispetto alle prove in laboratorio è dovuto principalmente

al rumore nella camera sperimentale (causato perlopiù dalle pompe da vuoto) e dalle oscillazioni dovute alla commutazione dei canali da parte dei due multiplexer. Inoltre negli spettri raccolti dai pixel triangolari apparivano degli artefatti, dovuti, come già accennato in precedenza, ad un campo di deriva non regolare che si crea in presenza di angoli acuti nei catodi.

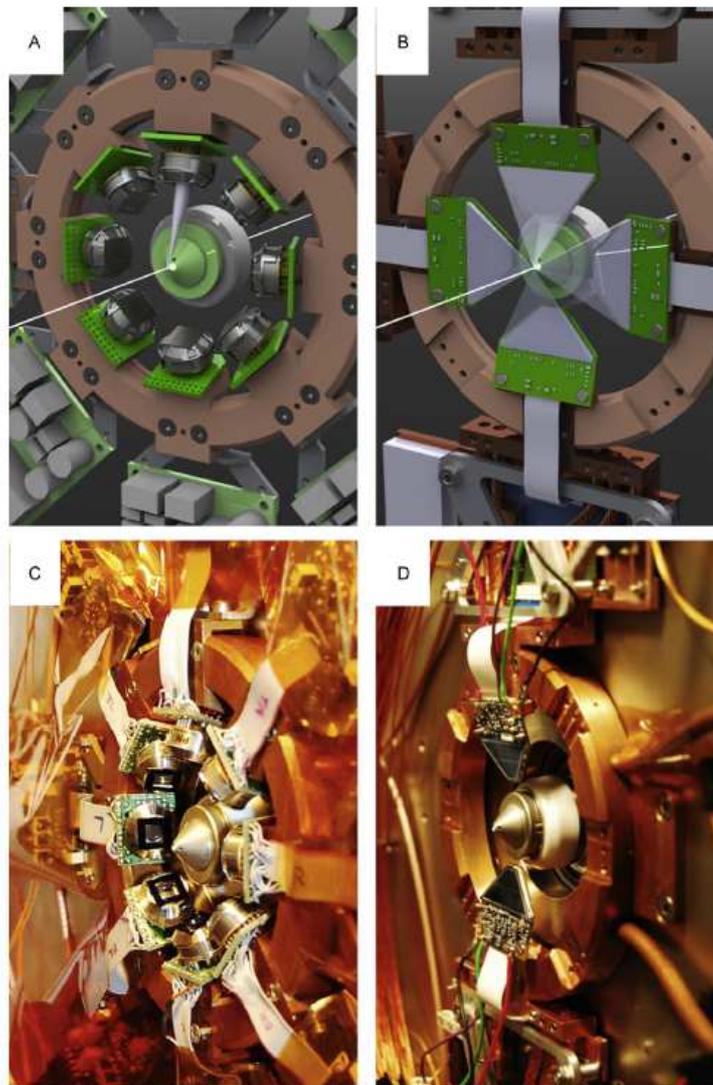


Figura 6.6: Il setup di misura standard di TwinMic (A, C) a confronto con il secondo prototipo del nuovo sistema di misura (B, D), entrambi installati nella camera sperimentale di TwinMic [3].

Per testare i rivelatori anche nelle applicazioni tipiche della beamline e confrontarli con il setup di misura normalmente utilizzato su TwinMic, è stato deciso di acquisire una mappa di fluorescenza di una radice di soia esposta all'alluminio [4]. La stessa porzione della radice precedentemente analizzata con il setup di misura standard della linea (8 SDD commerciali con una finestra da 25 mm², figura 6.6 A, C) è stata scansionata anche con i rivelatori trapezoidali. Il risultato è apprezzabile nella figura 6.7, dove si vede lo spettro accumulato su tutti i punti della mappa sia per i rivelatori nuovi che per quelli standard presenti su TwinMic.

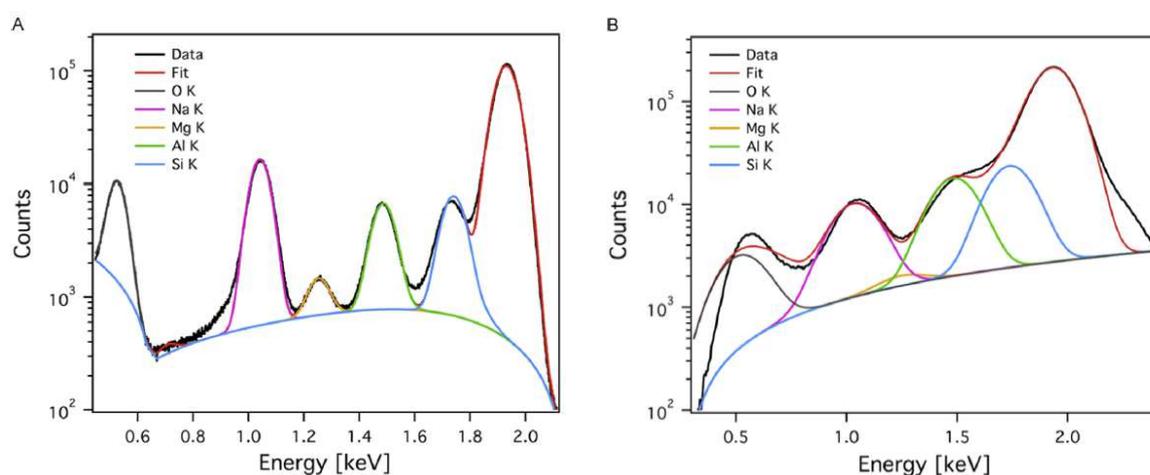


Figura 6.7: Confronto degli spettri acquisiti analizzando una radice di soia esposta all'alluminio con il sistema di misura standard di TwinMic (figura A) e con i rivelatori trapezoidali (figura B) [3]. Nei due spettri sono visibili i picchi di fluorescenza $K\alpha$ dell'ossigeno O (525 eV), sodio Na (1041 eV), magnesio Mg (1254 eV), alluminio Al (1487 eV), silicio Si (1740 eV) e il picco elastico (2 keV) [3].

Purtroppo la risoluzione energetica del secondo prototipo non era sufficiente per le esigenze della beamline; con il setup standard sono chiaramente identificabili i picchi di fluorescenza $K\alpha$ dell'ossigeno O (525 eV), sodio Na (1041 eV), magnesio Mg (1254 eV), alluminio Al (1487 eV), silicio Si (1740 eV) e il picco elastico (2 keV), invece nello spettro acquisito con il nuovo sistema il magnesio e il silicio sono nascosti dai picchi vicini più popolati. Nonostante ciò i due picchi di maggiore interesse per le analisi biologiche del campione, l'alluminio e il sodio, risultano distinguibili, per cui è stato possibile effettuare

una mappatura delle zone contaminate all'interno della radice e confrontare le mappe acquisite con i due sistemi (figura 6.8). Per entrambi i setup di misura l'acquisizione aveva una durata di 5 secondi per ogni punto della mappa e una risoluzione spaziale di $1.2 \mu\text{m}$.

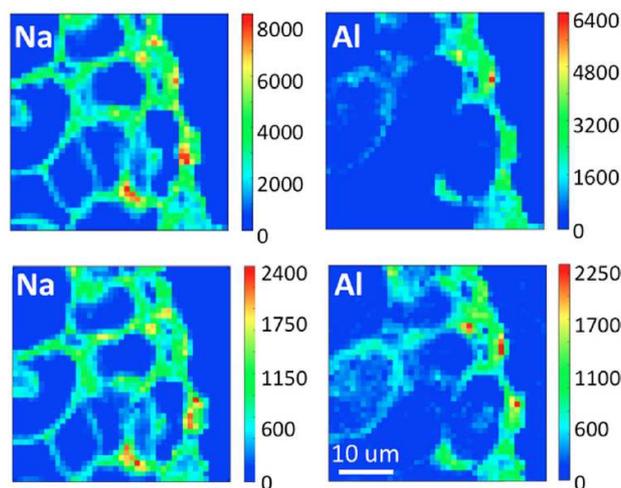


Figura 6.8: Confronto delle mappe acquisite con i due sistemi di misura: nella riga sotto quelle prese con un SDD trapezoidale, sopra invece quelle acquisite con il setup di misura standard della linea. Nonostante la risoluzione energetica non ottimale del secondo prototipo le due mappe relative all'alluminio e al sodio sono confrontabili [3].

Anche se il secondo prototipo non era in grado di soddisfare le specifiche preposte riguardanti la risoluzione energetica, è stato invece raggiunto l'obiettivo dell'aumento dell'angolo solido coperto dai nuovi rivelatori. E' stato infatti constatato che per un solo rivelatore trapezoidale i conteggi sul pixel quadrato più vicino al campione (il pixel numero 7 nella figura 6.10) equivalgono circa a quelli raccolti da 2 rivelatori del setup standard della linea. Ciò significa che con i soli 4 pixel più centrali dei rivelatori trapezoidali si riesce ad eguagliare i conteggi degli 8 SDD commerciali. Il dato appreso in via sperimentale è stato confermato anche dalle simulazioni basate sul metodo Monte Carlo fatte con un programma sviluppato con il toolkit Geant4 [5], dalle quali risulta che il pixel quadrato del rivelatore trapezoidale più vicino al campione raccoglie 1.8 volte più fotoni di un singolo SDD standard di TwinMic. Contando poi i pixel restanti, i quali

sono penalizzati nella raccolta dei fotoni dall'inclinazione del rivelatore (che nella camera sperimentale era di 13° rispetto al piano del campione), i conteggi per la totalità dei 4 SDD trapezoidali risultano aumentati di 2.4 volte rispetto al setup originale della beamline [6].

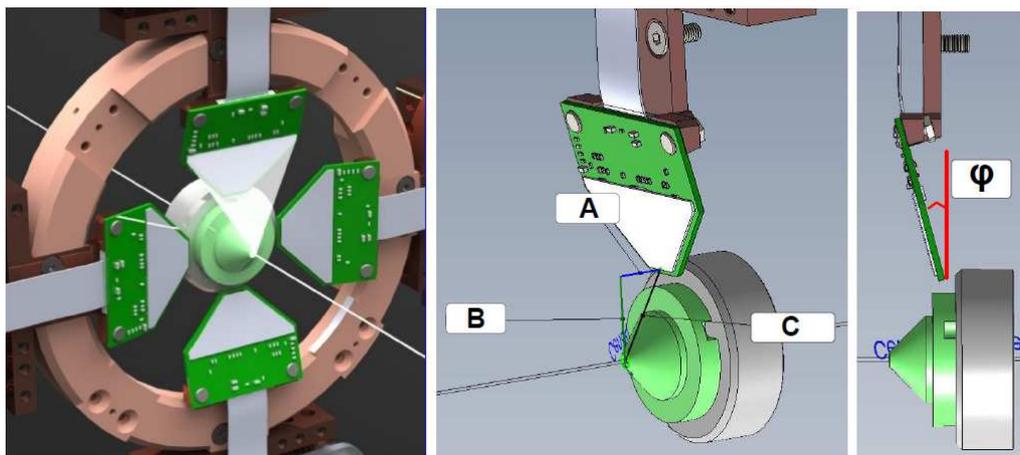
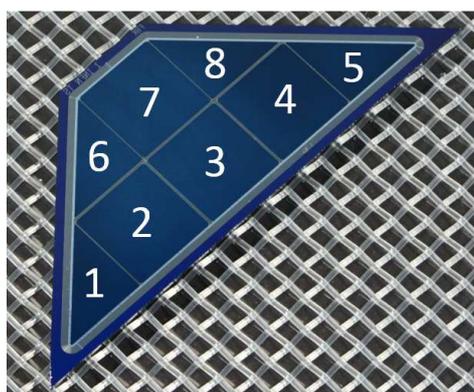


Figura 6.9: Posizione del secondo prototipo del rivelatore trapezoidale durante le misure sulla linea di luce TwinMic. Facendo riferimento al campione le misure A, B e C sono di 7.9 mm, 14.4 mm e 16.4 mm rispettivamente, l'angolo ϕ misura invece 13° [6].



Pixel	Frazione dei fotoni rilevati
1	5.5 %
2	12 %
3	12.7 %
4	11.9 %
5	5.4 %
6	12.1 %
7	28.5 %
8	11.9 %

Figura 6.10: Risultati della simulazione sulla disposizione dei conteggi nel secondo prototipo del rivelatore trapezoidale. Sono stati simulati 10^7 fotoni di energia pari a 1.5 keV, emessi in modo isotropico dal campione. E' stata simulata la raccolta di un rivelatore trapezoidale posto alla stessa distanza e inclinazione come nella camera sperimentale. Il rivelatore ha intercettato $2.25 \cdot 10^5$ fotoni, dei quali il 28.5 % sul pixel numero 7 [6].

Da quanto detto appare dunque chiaro che l'aspetto critico del secondo prototipo è rappresentato dalla sua risoluzione energetica, mentre per quanto riguarda l'aumento dell'angolo solido coperto la strada seguita appare giusta. Per migliorare il punto debole del sistema è stato deciso di eliminare i multiplexer e quindi riprogettare l'elettronica di back-end in modo da avere a disposizione un ADC per ogni preamplificatore e un FPGA più potente in grado di filtrare con filtri FIR i dati acquisiti. Nel **terzo prototipo** è stato però modificato anche il front-end; sempre nell'ottica di migliorare la risoluzione energetica è stato deciso di implementare solo pixel di forma esagonale, nei quali la deriva non presenta le discontinuità viste nei pixel triangolari. La forma trapezoidale è stata riempita da 6 pixel esagonali. L'area attiva dei SDD si è ridotta dai 231 mm² a 182 mm²; nonostante ciò è stato però trovato un modo per aumentare ulteriormente l'angolo solido coperto dai rivelatori rispetto a quelli della seconda versione.

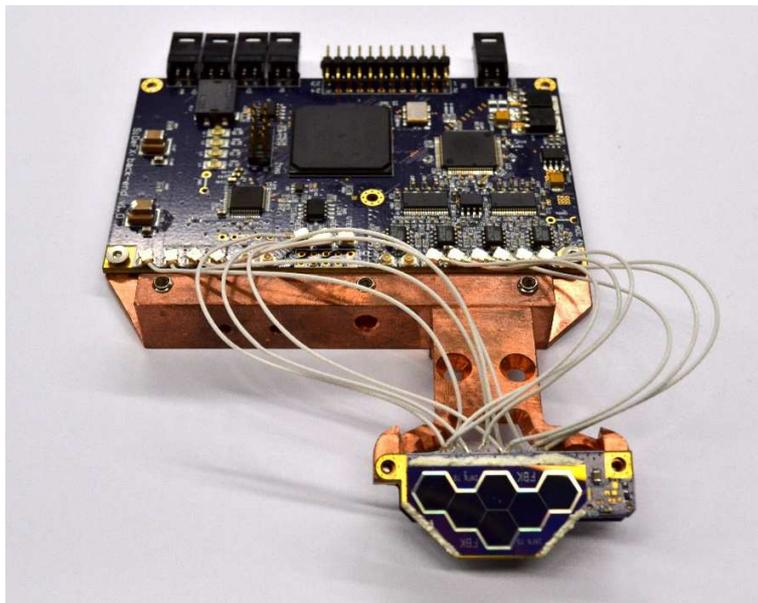


Figura 6.11: Foto del terzo prototipo completo di front-end e back-end [7]. Le due sezioni sono collegate da sottili cavetti coassiali.

La PCB di front-end è stata divisa in due schede collegate tra loro da un connettore e posizionate una sopra l'altra. In questo modo le dimensioni delle PCB sono praticamente uguali a quelle del rivelatore, il che permette di aumentare l'angolo del rivelatore rispetto

al campione (nel secondo prototipo questo era limitato dalla lunghezza della scheda che toccava con il suo lato più esterno il portacampioni della camera sperimentale per angoli di inclinazione maggiori di 13°).

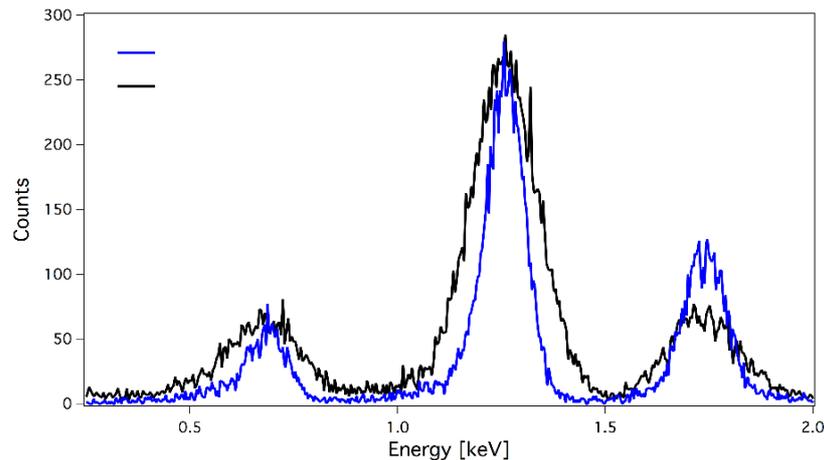


Figura 6.12: Spettro del campione standard MgF_2 depositato su una finestra di Si_3N_4 acquisito con il secondo (traccia nera) e il terzo (traccia blu) prototipo del rivelatore trapezoidale [7]. L'aumento della risoluzione energetica si può apprezzare valutando la larghezza del picco centrale corrispondente alla fluorescenza del magnesio (1254 eV).

Le modifiche effettuate sul terzo prototipo si sono dimostrate vincenti: è stata infatti migliorata sia la risoluzione energetica che la percentuale di raccolta dei fotoni di fluorescenza emessi dal campione durante i test nella camera sperimentale di TwinMic. Per quanto riguarda il primo punto, è stato fatto un confronto dei due prototipi con il campione standard MgF_2 e successivamente acquisendo una mappa di un campione biologico simile alla radice di soia utilizzata per valutare il secondo prototipo. La risoluzione energetica sulla riga del magnesio è stata migliorata del 28% risultando per il terzo prototipo 116 eV FWHM [7] rispetto ai 162 eV registrati con il prototipo precedente (figura 6.12). Il merito di questo sostanziale miglioramento è da attribuire agli accorgimenti sopradescritti (eliminazione del multiplexer e delle celle triangolari), alla sostituzione del cavo flat multipolare per il trasporto dei segnali tra l'elettronica di front-end e la PCB di back-end con dei cavetti coassiali schermati e anche al nuovo sistema di formatura del segnale. Quest'ultimo si basa su un primo stadio di shaping analogico

CR-RC² con un peaking time di 0.4 μ s e un successivo filtraggio digitale adattabile alle caratteristiche del rumore presente nel segnale.

Come accennato in precedenza, la risoluzione energetica e la count-rate sono state valutate anche analizzando un campione biologico – una radice della pianta *euphorbia pithyusa* [8]. Il campione usato nei test ha la composizione chimica simile alla radice di soia con l'aggiunta del ferro. Nello spettro accumulato è stato possibile stavolta distinguere anche i picchi relativi al silicio e al magnesio (figura 6.13), mostrando un netto miglioramento rispetto al prototipo precedente. Purtroppo però la risoluzione energetica non è ancora comparabile con il sistema di misura standard di TwinMic; in particolare è presente un allargamento dei picchi alle basse energie che crea un plateau sotto 1 keV, nascondendo i pochi conteggi di fluorescenza $L\alpha$ del ferro (705 eV) visibili nella figura 6.14. L'origine di questi artefatti è stata scoperta solo successivamente ed è dovuta alla frequenza dei reset dei preamplificatori troppo bassa, a causa della quale il punto di lavoro dei CSA sconfinava in una regione non lineare.

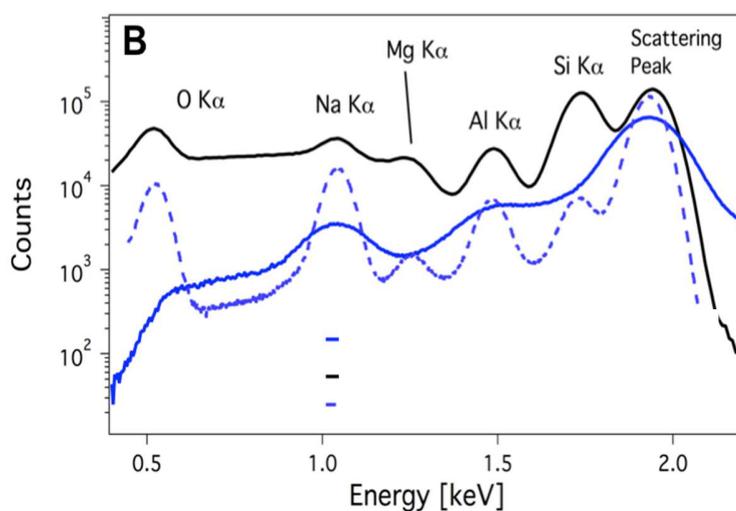


Figura 6.13: Comparazione della risoluzione energetica ottenuta su un campione biologico con lo strumento di misura standard di TwinMic (traccia blu tratteggiata), il secondo prototipo (traccia blu) e il terzo prototipo del rivelatore trapezoidale (traccia nera) [7].

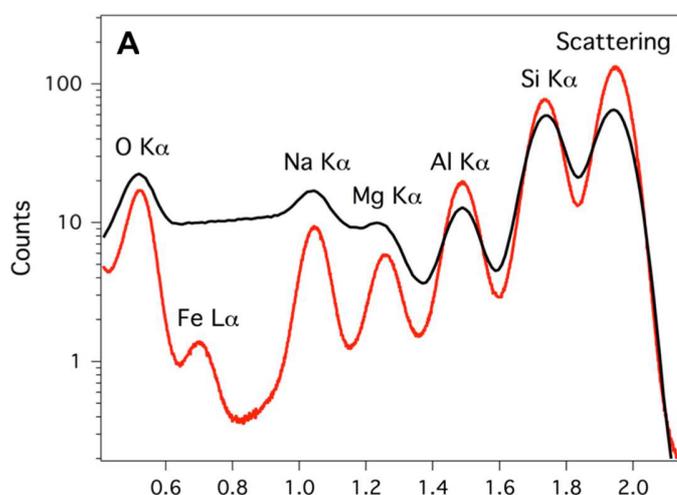


Figura 6.14: Analisi di fluorescenza a raggi X dell'*euphorbia pithyusa* con il sistema di misura standard di TwinMic (traccia rossa) e il terzo prototipo del SDD trapezoidale (traccia nera) [7]. Il plateau alle basse energie impedisce di riconoscere la fluorescenza $L\alpha$ del ferro con il SDD trapezoidale.

Anche nel caso del terzo prototipo i dati sperimentali riguardanti i conteggi complessivi raccolti dal rivelatore trapezoidale combaciavano bene con le simulazioni fatte. Grazie al nuovo layout del front-end è stato possibile aumentare l'angolo del rivelatore rispetto al campione, portando l'inclinazione del SDD a 25° . Nella nuova configurazione l'insieme dei 4 trapezi copre il 10.6 % dell'emisfero di emissione della fluorescenza, il che equivale a un aumento di 2.9 volte l'angolo solido del setup di misura standard di TwinMic. La ripartizione dei conteggi tra i 6 pixel esagonali del rivelatore è indicata nella tabella accanto alla figura 6.15.



Pixel	Frazione dei fotoni rilevati
1	11.5 %
2	18.1 %
3	12.8 %
4	27.9 %
5	18.2 %
6	11.5 %

Figura 6.15: Ripartizione dei fotoni rilevati dal SDD trapezoidale a 6 celle esagonali [6].

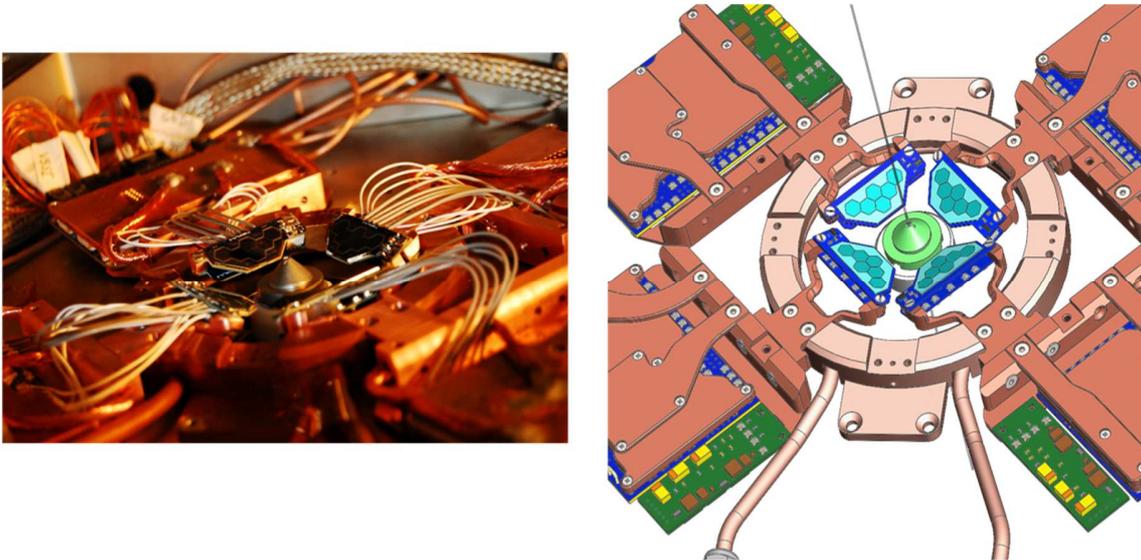


Figura 6.16: Installazione dei rivelatori trapezoidali a 6 celle esagonali nella camera sperimentale di TwinMic [7].

Le misure sulla linea di luce non hanno mostrato differenze apprezzabili nella risoluzione energetica delle celle esagonali rispetto a quelle quadrate dei prototipi precedenti, perciò è stato deciso di progettare per la **versione finale** un rivelatore trapezoidale con 8 pixel quadrati in grado di coprire il maggior angolo solido possibile. Il nuovo rivelatore ha un'area attiva 1.7 volte più grande del prototipo a 6 celle esagonali per un totale di 1232 mm² per l'insieme composto da 4 detector. I 4 SDD inclinati a 33° rispetto al campione riescono a coprire il 22.4% dell'angolo solido di emissione dei fotoni di fluorescenza, il che rappresenta un incremento dell'angolo solido coperto di 6.1 volte rispetto al setup di misura standard di TwinMic.

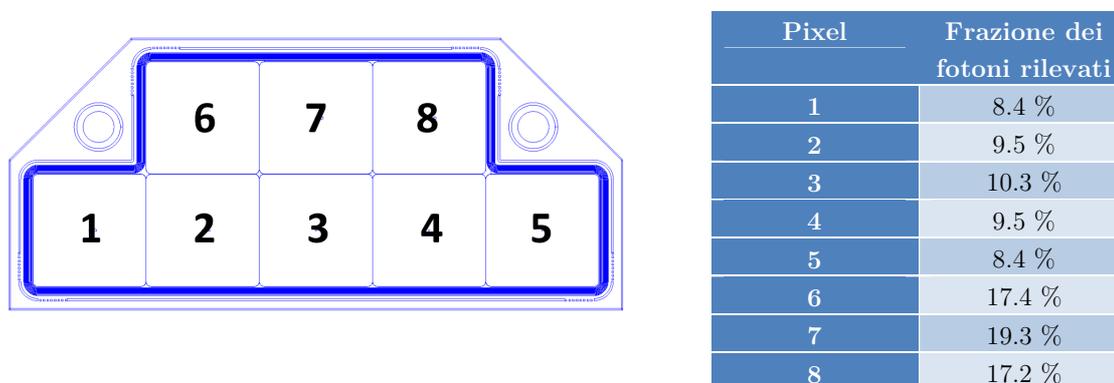


Figura 6.17: Ripartizione dei fotoni rilevati dalla versione finale del SDD trapezoidale [6]. I dati mostrano una ripartizione più omogenea rispetto alle versioni precedenti.

Dal punto di vista della copertura dell'angolo solido il sistema sembra dunque soddisfare le specifiche inizialmente prefissate; per la versione finale bisognava però ottimizzare anche la risoluzione energetica. Per far ciò si è agito su più fronti: da un lato è stato leggermente modificato lo shaper analogico e sono stati ottimizzati i FIR per filtrare il più possibile i segnali in uscita dai CSA, dall'altro lato si voleva invece ridurre il rumore alla fonte diminuendo la corrente di leakage del rivelatore. Per questo scopo è stato realizzato un nuovo sistema di raffreddamento basato su celle di Peltier con le quali portare il rivelatore a temperature di funzionamento sotto i 0 °C. Con questi accorgimenti la risoluzione sul campione standard MgF_2 è aumentata di un ulteriore 23%, avendo nel nuovo rivelatore il picco del magnesio 90 eV di larghezza a mezza altezza (figura 6.18). Anche sul campione biologico sono apprezzabili i miglioramenti sulla risoluzione energetica rispetto al prototipo precedente (figura 6.19). E' stato infatti in buona parte risolto il problema del plateau alle basse energie per cui si riesce ad intravedere anche il picco La del ferro. Purtroppo però la risoluzione energetica non è ancora comparabile con il sistema standard di TwinMic, soprattutto per le energie sotto 1.5 keV. Questo problema potrebbe essere risolto già per il beamtime previsto per ottobre di quest'anno (2017), nel quale verranno installati sui rivelatori trapezoidali dei collimatori in grado di schermare i bordi dei pixel e quindi evitare l'acquisizione di eventi con carica parzialmente assorbita o divisa tra più anodi che sporcano la parte sinistra dello spettro.

Inoltre sono in fase di studio possibili soluzioni per aumentare l'efficienza delle celle di Peltier e migliorare il filtraggio sulle alimentazioni dei CSA.

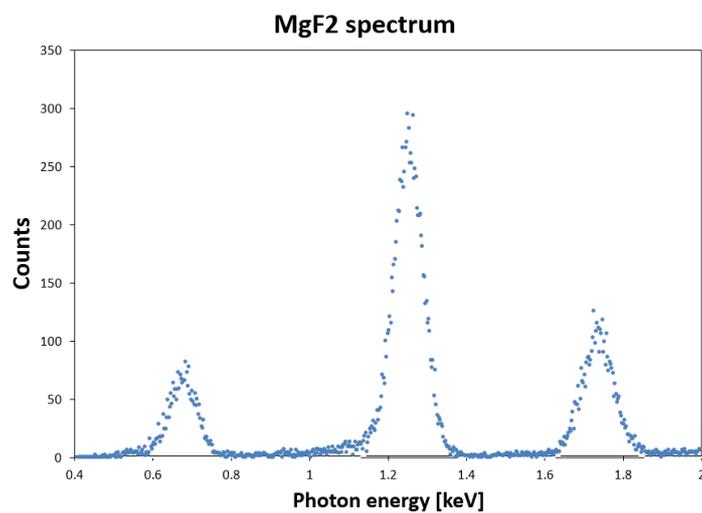


Figura 6.18: Spettro del campione MgF_2 acquisito durante il beamtime di dicembre 2016 sulla linea di luce TwinMic. La risoluzione energetica sui tre picchi relativi al fluoro (677 eV), magnesio (1254 eV) e silicio (1740 eV) è di circa 90 eV FWHM.

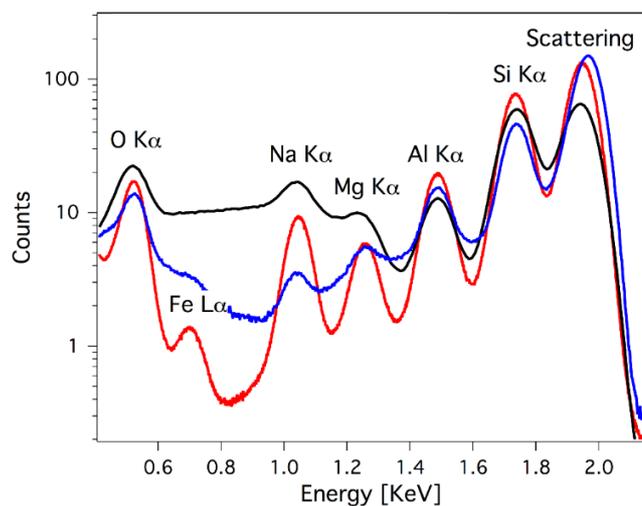


Figura 6.19: Spettro di fluorescenza dell'*euphorbia pithyusa* acquisito con il sistema di misura standard di TwinMic (traccia rossa), il SDD trapezoidale con pixel esagonali (traccia nera) e con l'ultima versione del SDD trapezoidale (traccia blu).

6.2 Prove sperimentali sul sistema per XAFS

Il nuovo sistema di misura progettato per la linea di luce XAFS ha alle spalle meno prototipi e prove su fascio rispetto al rivelatore per TwinMic. Questo fatto è dovuto sia all'inizio posticipato dei lavori ad esso dedicati (iniziati un anno dopo rispetto a quelli del rivelatore trapezoidale) sia al fatto che la camera sperimentale della beamline non presenta aspetti particolarmente problematici e stringenti, per cui le prove in laboratorio costituiscono un punto di riferimento abbastanza valido per valutare le caratteristiche del rivelatore. Inoltre anche le energie in gioco tipicamente usate sulla linea di luce XAFS sono dell'ordine di quelle dei fotoni emessi dalla sorgente ^{55}Fe . La maggior parte dei test sono stati perciò effettuati con la sorgente ^{55}Fe , prima in camera climatica e successivamente con un setup prototipale basato su una cella di Peltier in un'atmosfera di azoto.

Il primo prototipo del sistema di misura XAFS era basato sul campionamento diretto dei segnali in uscita dagli CSA senza uno shaper analogico, per cui la formatura veniva fatta interamente nel dominio digitale tramite filtri FIR calcolati all'interno dell'FPGA. Questo prototipo è stato provato anche sulla beamline XAFS, durante un beamtime svoltosi nel settembre del 2015. Il rivelatore usato nel test era una striscia da 8 pixel da 9 mm² ciascuno letta da 8 CSA monocanale (i SIRIO). Data la dimensione contenuta dei pixel e l'ottimizzazione del processo di produzione di FBK la corrente di leakage sugli anodi era dell'ordine dei 10 pA a temperatura ambiente, il che garantiva un buon funzionamento anche a temperature sopra i 10 °C, per cui non è stato previsto un particolare sistema di raffreddamento per il primo prototipo. La PCB di front-end è stata realizzata in modo da montare un unico rivelatore da 8 pixel e garantire la sua completa caratterizzazione; nella fase finale è invece previsto l'assemblaggio di 8 SDD da 8 pixel su delle PCB appositamente progettate com'è specificato nel quarto capitolo. Per le prove del primo prototipo l'intera PCB di front-end è stata racchiusa in un contenitore d'alluminio con una finestra composta da tre fogli di mylar spessi 25 µm ciascuno in prossimità della finestra d'ingresso del rivelatore per schermarlo dalla luce visibile. I 75 µm di spessore totale del mylar garantiscono una trasparenza del 84.5% a 6 keV.

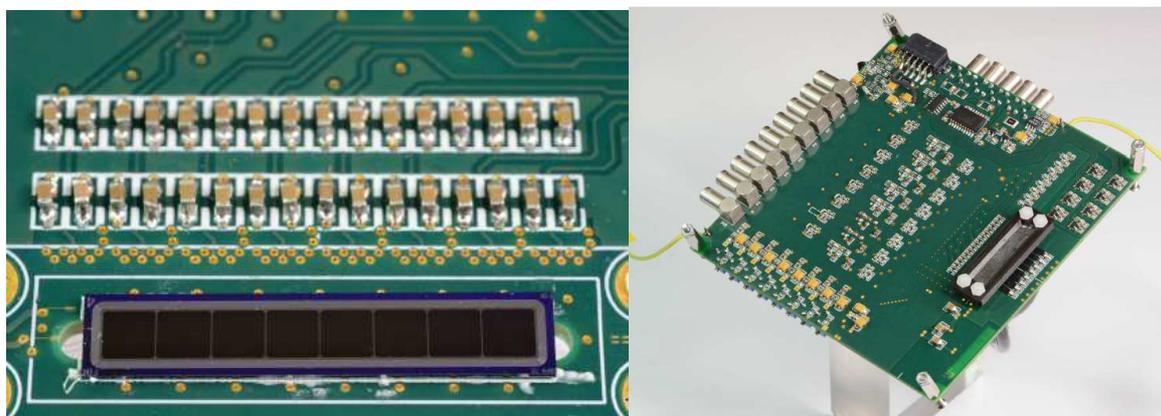


Figura 6.20: Front-end del primo prototipo del sistema di misura dedicato alla linea di luce XAFS. Nella figura sinistra è fotografata la striscia SDD da 8 pixel incollata sulla PCB di front-end, nella figura destra invece la scheda nella sua totalità, dove si vede il SDD coperto da una finestra di mylar per schermare la luce visibile [9].

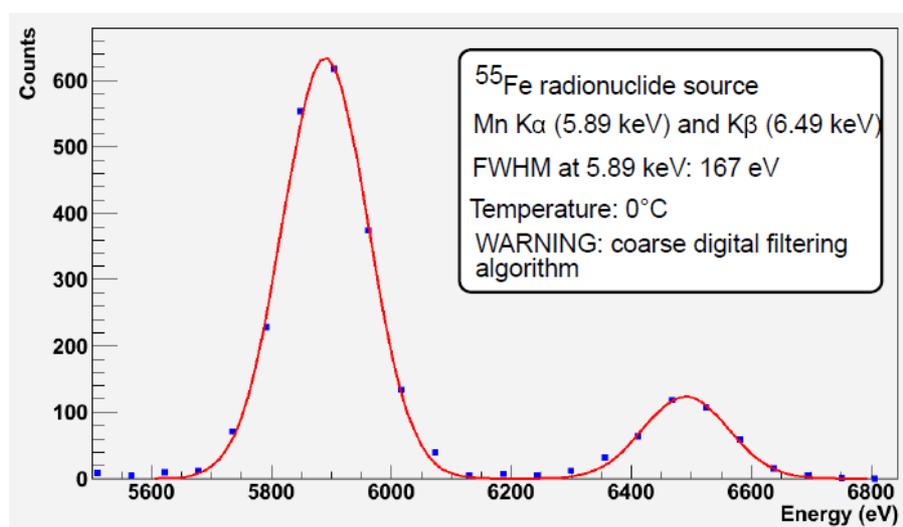


Figura 6.20: Spettro energetico ottenuto con il primo prototipo mediante la sorgente ^{55}Fe in camera climatica a 0 °C [9].

I primi test di caratterizzazione sono stati effettuati in camera climatica a 0 °C con la sorgente ^{55}Fe . Malgrado i primi algoritmi di filtraggio dei dati non fossero ottimizzati, è stata raggiunta una buona risoluzione energetica di 167 eV FWHM sui due picchi

dell'isotopo radioattivo del ferro [9]. Seppur non ottimizzate, le prestazioni ottenute sono già comparabili, se non superiori al rivelatore standard presente sulla beamline per i peaking time utilizzati [10].

Dopo i primi test qualitativi in camera climatica il primo prototipo è stato spostato sulla linea di luce per sottoporlo ad un flusso di fotoni sostenuto e valutare il suo comportamento ad alti tassi di count-rate. Il rivelatore è stato posizionato su un supporto mobile davanti al campione analizzato che si trovava a sua volta a 45° rispetto al fascio incidente (figura 6.21). Per raffreddare il rivelatore durante i test sulla beamline è stato flussato nella scatola azoto raffreddato a circa $10-15^\circ\text{C}$.

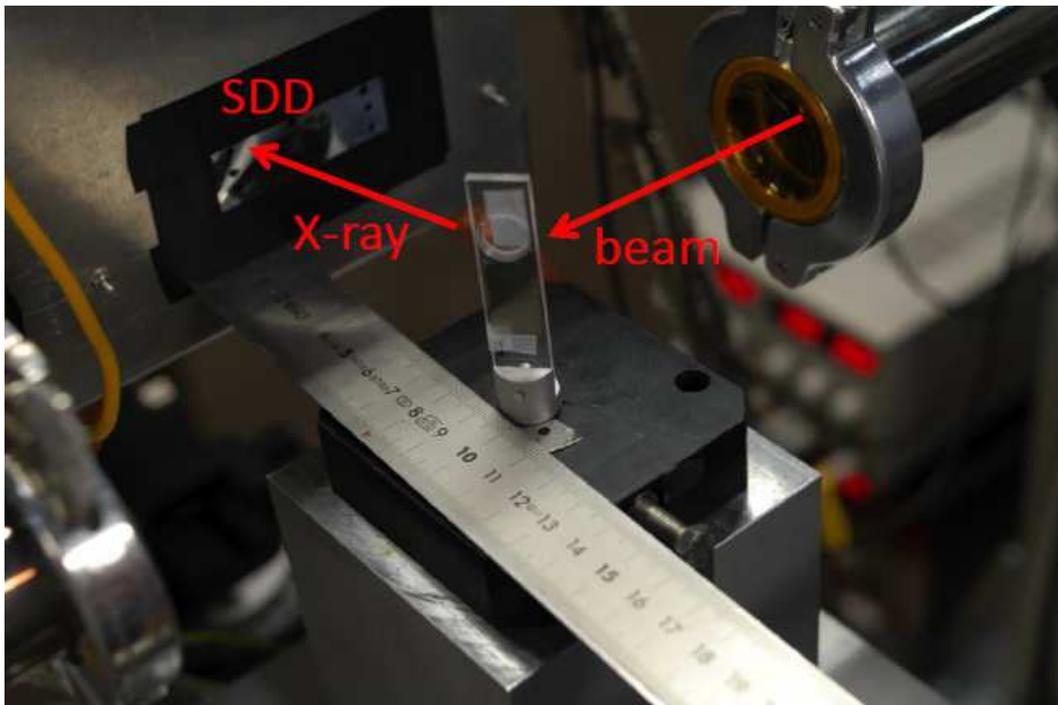


Figura 6.21: Setup sperimentale sulla linea di luce XAFS [9]. Il rivelatore è posizionato nella scatola d'alluminio in prossimità dell'apertura coperta dal foglio di mylar. Il fascio primario proveniente dal tubo a destra colpisce il campione visibile al centro della fotografia. La camera sperimentale di XAFS si trova in aria e non è schermata dalla luce visibile.

Il funzionamento del rivelatore è stato verificato per diversi count-rate ottenuti modificando l'apertura delle slit nella camera sperimentale per variare la quantità di

fotoni del fascio primario che colpiscono il campione e spostando il rivelatore a distanze diverse dal campione per cambiare l'angolo solido coperto. L'apertura delle slit all'uscita del fascio primario è stata aumentata gradualmente iniziando con $1 \times 1 \text{ mm}^2$, passando per 1×2 e 1×4 fino a $1 \times 8 \text{ mm}^2$. Per aumentare poi ulteriormente la count-rate è stata mantenuta l'apertura massima delle slit, dimezzando però la distanza tra il rivelatore e il campione (portando il rivelatore da 10.8 a 5.5 cm dal campione). La count-rate massima ottenuta su un singolo pixel era superiore ai 100000 fotoni/secondo (nella figura 6.22 i conteggi relativi alla posizione più vicina del rivelatore – punto blu - sono scalati di un quarto per poterli paragonare agli altri) e lo spettro non presentava ancora problematiche dovute a pile-up eccessivo, mostrando così le grandi potenzialità del nuovo sistema di misura. Purtroppo non è stato possibile avvicinare ulteriormente il rivelatore al campione a causa degli ingombri del contenitore metallico. Le misure sono state effettuate con due diversi campioni: il manganese Mn (K 5.90 keV, K 6.49 keV) e il zirconio Zr ($K\alpha(1)$ 15.77 keV, K 17.67 keV).

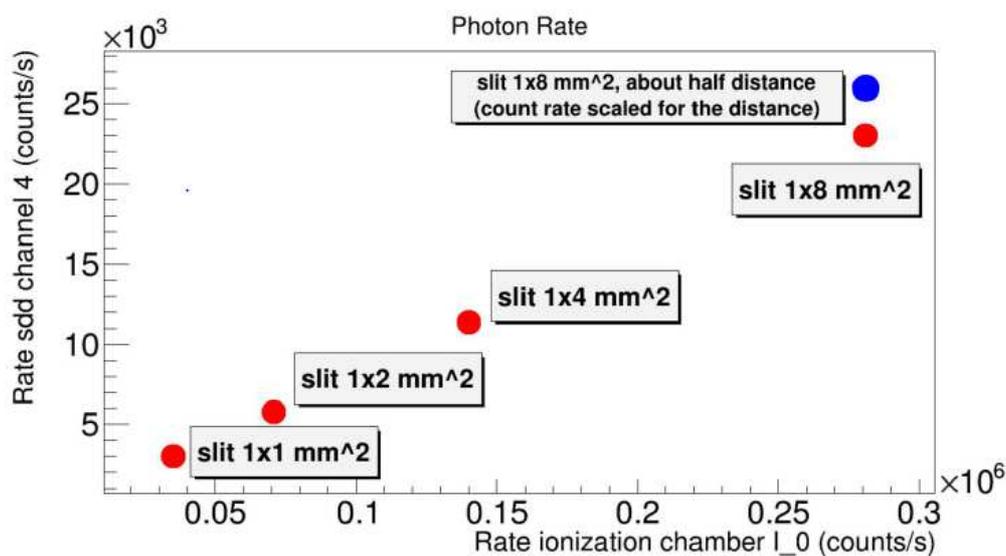


Figura 6.22: Grafico del tasso di fotoni rilevati da un pixel del nuovo rivelatore per XAFS in funzione dei fotoni del fascio primario incidenti sul campione, misurati tramite una camera di ionizzazione presente nella camera sperimentale della linea di luce XAFS. I punti sul grafico rappresentano la count-rate al secondo in funzione delle varie condizioni sperimentali indicate (apertura delle slit e distanza dal campione) [9].

Il primo prototipo era dunque già in grado di soddisfare le richieste di count-rate: considerando il fatto che il rivelatore finale previsto dal progetto conterrà 64 celle, si avrebbe con le caratteristiche sopracitate una capacità di conteggio al secondo totale pari ad almeno 6.4 milioni. Ciò significa un miglioramento di almeno un ordine di grandezza rispetto al sistema attuale che, ricordiamo, presenta segni di saturazione già a 10^5 conteggi al secondo. Anche la risoluzione energetica si era dimostrata già superiore a quella del rivelatore standard della linea alle stesse condizioni operative, le ambiziose specifiche di 150 eV FWHM per i 5.9 keV a 0 °C originariamente fissate non erano però ancora rispettate. Per affrontare questo compito si è deciso di concentrare gli sforzi su un SDD a singolo anodo dalle dimensioni uguali a un pixel della matrice SDD finale per XAFS e una volta trovata la configurazione ottimale per quanto riguarda la risoluzione energetica implementarla per tutti gli 8 pixel di una striscia SDD.

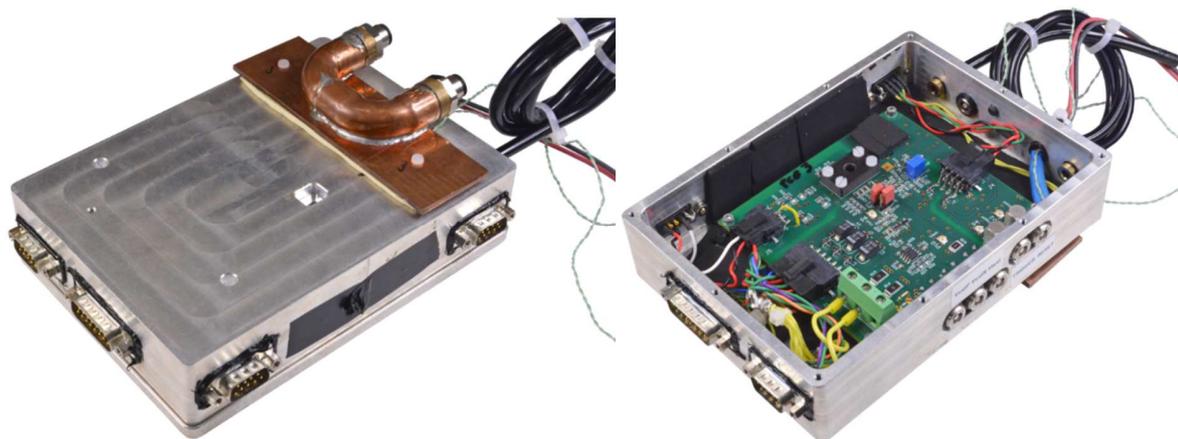


Figura 6.23: Il secondo prototipo del sistema di misura per XAFS. Si noti nella foto a sinistra il raccordo in rame per il raffreddamento ad acqua del lato caldo della cella di Peltier e la piccola finestra d'ingresso per i fotoni coperta con i fogli di mylar. Nella foto destra si può vedere la PCB di front-end all'interno dell'alloggiamento in alluminio.

Per migliorare la risoluzione energetica del secondo prototipo è stato deciso di implementare un pre-shaper analogico simile a quello usato per il sistema di TwinMic ma con una peaking time più breve in grado di garantire alti tassi di conteggio. Inoltre è stato previsto un sistema di raffreddamento basato su una cella di Peltier con il lato

caldo collegato ad un sistema di ricircolo d'acqua. Il nuovo contenitore in alluminio è stato fatto a tenuta stagna in modo da poter effettuare misure in un'atmosfera secca d'azoto e quindi lavorare a temperature prossime allo zero senza il rischio della condensa d'acqua sul SDD che potrebbe creare cortocircuiti tra i catodi.

Le prime prove in laboratorio hanno dato risultati incoraggianti (146 eV FWHM per i 5.9 keV a 0 °C), per cui si è deciso di provare il setup anche nella camera sperimentale della linea di luce XAFS. Il contenitore è stato montato sullo stesso supporto mobile usato durante il primo beamtime, usando anche in questo caso come campione un foglio di manganese. Come nel beamtime precedente il sistema è stato testato con diversi count-rate fino ad arrivare a ben 276000 conteggi al secondo acquisiti dal SDD posto ad una distanza di 6.3 cm dal campione con l'apertura massima delle slit ($2 \times 16 \text{ mm}^2$). Utilizzando filtri FIR veloci (peaking time dell'ordine dei 500 ns) il pile-up nelle condizioni di massimo count-rate era ancora inferiore al 20%, valore preso come limite per il funzionamento corretto del sistema. La risoluzione energetica era intorno ai 150 eV FWHM (il rivelatore aveva una temperatura di 10 °C circa) per tutti i tassi di conteggio, tranne che per quello massimo per il quale si aggirava intorno ai 160 eV. Questi dati, se intesi nel loro contesto finale, cioè trasportati al rivelatore completo da 64 pixel, rappresentano lo stato dell'arte per quanto riguarda la capacità di conteggio per rivelatori risolti in energia; la portata di questo risultato verrà perciò ulteriormente discussa nel prossimo capitolo.

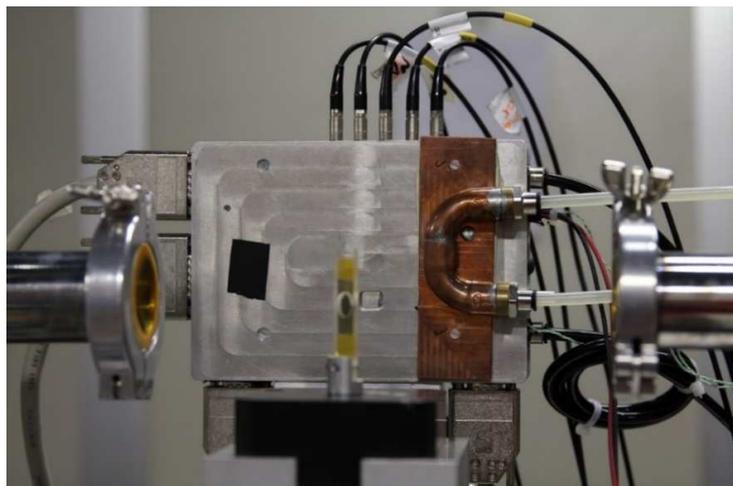


Figura 6.24: Il secondo prototipo installato nella camera sperimentale della linea di luce XAFS.

Spot width [mm]	Spot length [mm]	Distance [cm]	Rate [kCPS]
1	1	10.8	2.93
1	2	10.8	5.86
1	4	10.8	11.7
1	8	10.8	23.4
1	8	6.3	68.9
2	8	6.3	138
2	16	6.3	276

Tabella dei fotoni espressi in migliaia al secondo acquisiti dal SDD in funzione dell'apertura delle slit e della distanza del rivelatore dal campione.

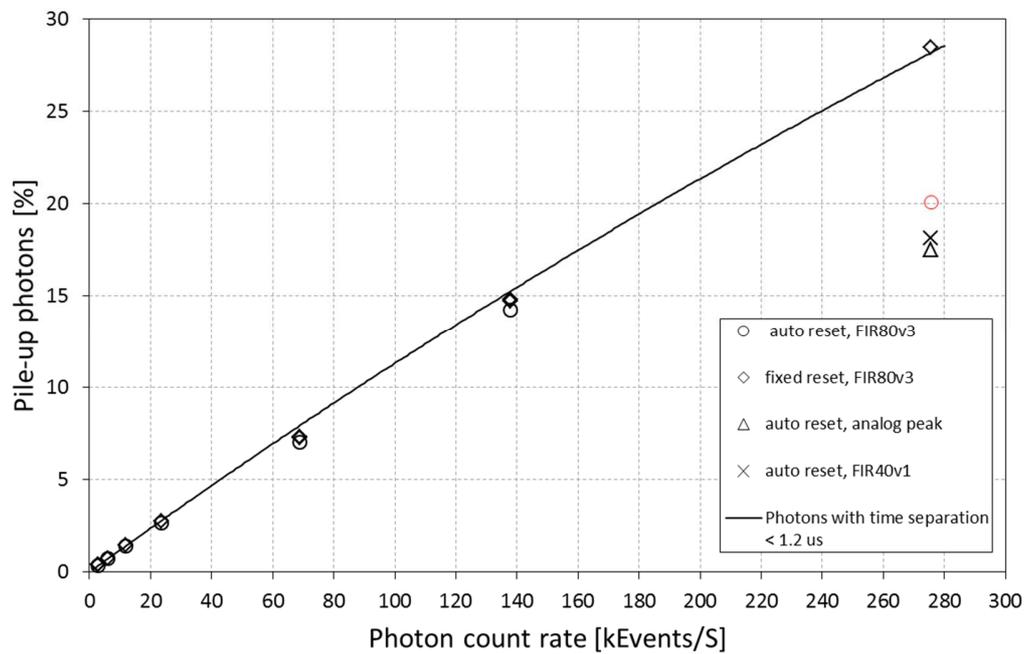


Figura 6.25: La percentuale di pile-up per le diverse count-rate a seconda della formatura utilizzata.

Bibliografia

- [1] G. Aquilanti, “XAFS page on Elettra web site – research description”, <https://www.elettra.trieste.it/it/lightsources/elettra/elettra-beamlines/xafs/research.html>, 2014.
- [2] J. Bufon et al., “A novel multi-cell silicon drift detector for Low Energy X-Ray Fluorescence (LEXRF) spectroscopy”, *Journal of Instrumentation*, vol. 9, C12017, 2014.
- [3] A. Gianoncelli et al., “A new detector system for low energy X-ray fluorescence coupled with soft X-ray microscopy: First tests and characterization”, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A*, vol. 816, pp. 113-118, 2016.
- [4] P. M. Kopittke et al., “Identification of the Primary Lesion of Toxic Aluminum in Plant Roots”, *Plant Physiology*, vol. 167 no. 4, pp. 1402-1411, 2015.
- [5] Geant4 collaboration, “Geant4: A Simulation Toolkit for the Passage of Particles through Matter”, *Astrophysics Source Code Library*, 2010.
- [6] S. Fabiani et al., “Optimization of the LEXRF instrument at the TwinMic beamline of Elettra”, *ReDSOX collaboration internal document*, 2015.
- [7] J. Bufon et al., “Towards a multi-element silicon drift detector system for fluorescence spectroscopy in the soft X-ray regime”, *X-Ray Spectrometry*, 2017.
- [8] D. Medas et al., “Microscopic processes ruling the bioavailability of Zn to roots of *Euphorbia pithyusa* L. pioneer plant”, *Environmental science & technology*, vol. 49 no. 3, pp. 1400-1408, 2015.
- [9] S. Fabiani et al., “Development and tests of a new prototype detector for the XAFS beamline at Elettra Synchrotron in Trieste”, *Journal of Physics: Conference Series*, Volume 689, Issue 1, 2016.
- [10] Ketek GmbH, “VITUS H80 SDD”, *product information*, 2013.

Capitolo 7

Conclusioni

L'obiettivo degli studi portati avanti attraverso i tre anni di questo dottorato era la ricerca di nuove soluzioni per estendere le potenzialità dei rivelatori a deriva di silicio, cercando di superare con approcci originali ed innovativi le limitazioni dei dispositivi dello stesso tipo attualmente in uso sulle linee di luce che si occupano di spettroscopia di fluorescenza a raggi X. La struttura ingegnosa della camera a deriva inventata nei primi anni ottanta è stata sfruttata per realizzare dispositivi multi-pixel in grado di sostenere alti tassi di conteggio e garantire una buona risoluzione energetica anche a temperature sopra i zero gradi Celsius.

Nelle righe finali che concludono questo scritto vorrei riassumere brevemente i risultati ottenuti con i nuovi sistemi di misura attraverso alcune osservazioni per inquadrare al meglio il lavoro compiuto. Visti i tempi necessari per sviluppare un nuovo rivelatore, solitamente dell'ordine di una decina d'anni, i lavori sui due sistemi destinati alle beamline TwinMic e XAFS non si sono ancora conclusi, sebbene stiano giungendo alla loro fase finale. Verranno perciò per ultimo presentate le prospettive future, che riguardano le ultime prove su fascio in programma per quest'anno e i possibili sviluppi futuri.

7.1 Considerazioni finali

Una prima considerazione generale che è possibile fare a riguardo del progetto ReDSOX nasce dagli ottimi risultati sperimentali: sebbene le specifiche iniziali fossero particolarmente ambiziose, quasi tutte sono state raggiunte, in alcuni casi anche superate; inoltre entro la fine del progetto è ragionevole aspettarsi un pieno successo su tutti i fronti. Ciò è stato possibile solo grazie alla alleanza tecnico scientifica di centri di ricerca (INFN, Elettra, FBK e Politecnico di Milano) che raggiungono in diversi settori - tutti fondamentali per i rivelatori a deriva di silicio - un'eccellenza internazionale.

Le sfide riguardavano essenzialmente i rivelatori per due linee di luce di Elettra, XAFS e TwinMic, delle quali in particolare la seconda presentava difficoltà mai risolte in precedenza. Lavorando con raggi X sotto i 2 keV, le problematiche principali che si incontrano su TwinMic sono una bassa yield di generazione dei fotoni di fluorescenza (da cui la necessità di perdere meno fotoni possibile coprendo un angolo solido che si avvicina a quello ottimo) e l'alta risoluzione energetica richiesta per poter distinguere i fotoni di fluorescenza relativi ai diversi elementi con energie molto vicine tra loro, oltre al fatto che tutte le misure devono essere fatte in condizioni di alto vuoto. La prima parte è stata soddisfatta appieno, adottando una soluzione a più celle che ha consentito di sviluppare un'architettura in grado di aumentare l'angolo solido coperto dai rivelatori di un fattore pari a 6.1 rispetto al sistema di misura standard di TwinMic. Si tratta di un risultato molto importante, che permette di ridurre di quasi un ordine di grandezza il tempo di misura necessario per portare a termine un determinato esperimento, aumentando così l'efficienza e le potenzialità della linea, che sarà in grado con i nuovi rivelatori di aumentare sia il numero di esperimenti sia le dimensioni delle mappe di fluorescenza. Attualmente i tempi di scansione per un determinato campione vanno dalle 6 alle 12 ore; con i rivelatori trapezoidali nella configurazione provata durante il beamtime di dicembre 2016, i tempi di misura si accorcerebbero a 1-2 ore. Per quanto riguarda la risoluzione energetica bisogna tener conto delle difficoltà aggiuntive rispetto ai rivelatori a singola cella, legate al fatto di avere più pixel contigui. Le fonti di rumore e i disturbi sono stati via via appianati, passando da una FWHM sulla linea del ^{55}Fe (5.9 keV) di oltre 200 eV del primo prototipo a circa 150 eV dell'ultima versione, entrambe misurate a 0 °C, rendendo la differenza di prestazioni tra i sistemi commerciali a singola cella e i rivelatori multi cella sviluppati sempre più piccola. Nelle ultime misure effettuate con luce di

sincrotrone analizzando dei campioni biologici si è visto che la risoluzione energetica del nuovo sistema è ancora leggermente peggiore di quella dei rivelatori standard usati sulla beamline, anche se tutti gli elementi presenti nel campione erano distinguibili. I principali punti deboli sono stati però individuati e saranno sperabilmente risolti tramite alcuni miglioramenti che saranno introdotti prima del prossimo beamtime. Questi dovrebbero limare di un'ulteriore decina di eV la risoluzione energetica del nuovo sistema, rendendola a questo punto perfettamente comparabile a quella dei rivelatori standard di TwinMic.

Rivelatore	Superficie attiva totale (mm ²)	Angolo solido (%)	Figura di merito per l'angolo solido	FWHM (eV) @ 5.9 keV
Standard TwinMic SDD	230	3.7	1	135 [1]
Trapezio 28 pixel	912	8.9	2.4	217
Trapezio 8 pixel	924	9.0	2.4	158
Trapezio 6 pixel esagonali	728	10.6	2.9	155
Trapezio 8 pixel quadrati	1232	22.4	6.1	150

Tabella 7.1: Caratteristiche dei prototipi sviluppati per TwinMic per quanto riguarda la risoluzione energetica e l'angolo solido coperto.

Per quanto attiene il sistema di misura destinato alla linea XAFS, per la quale è importantissimo riuscire a sostenere alti tassi di conteggio per energie che vanno fino ai 27 keV, tutte le specifiche iniziali sono state garantite; manca solo il passaggio finale di tipo ingegneristico, ovvero l'assemblaggio del sistema completo da 64 pixel. La risoluzione energetica di una singola cella risulta intorno ai 150 eV FWHM a 5.9 keV a circa 10 °C (quindi già migliore del sistema commerciale usato sulla linea) e presumibilmente migliorerà di una decina di eV con il nuovo sistema di raffreddamento in grado di portare i SDD a temperature sotto i zero gradi Celsius. Per quanto riguarda la count-rate, il tasso dei conteggi registrato su una singola cella ha oltrepassato i 200 kcounts/s il che significa che il sistema finale di 64 celle sarà in grado di sostenere oltre 12 Mcounts/s con un pile-up inferiore al 20% e una risoluzione energetica migliore di 150 eV FWHM. Queste caratteristiche renderanno il nuovo sistema, una volta assemblato, senza eguali per il rapporto tra la count-rate massima e la risoluzione energetica. Il primo esemplare del sistema completo dovrebbe essere messo a punto entro il 2017.

7.2 Sviluppi futuri

Com'è stato già più volte ribadito nel corso di questa tesi, una delle priorità per il prossimo futuro è affinare la risoluzione energetica dei rivelatori che operano a basse energie. A breve (presumibilmente in ottobre 2017) saranno testate sulla linea di luce TwinMic nuove soluzioni che comprendono un sistema di raffreddamento più efficiente e un collimatore, con i quali si raggiungerà sperabilmente la risoluzione voluta. Durante il prossimo beamtime si vuole provare anche nuove inclinazioni per i rivelatori trapezoidali ed investigare i diversi assorbimenti dei fotoni da parte della finestra d'ingresso dei SDD in funzione del loro angolo di incidenza. E' inoltre in corso di realizzazione un software d'interfaccia utente migliorato e integrato con diverse funzionalità richieste dai ricercatori delle beamline coinvolti nello sviluppo.

Sul fronte XAFS sarà a breve testato un modulo del sistema finale con una striscia SDD da 8 pixel. In base alle esperienze raccolte dalle prove con il singolo modulo sarà successivamente assemblato il rivelatore finale da 64 pixel. Viste le caratteristiche molto promettenti del nuovo sistema, diverse beamline si sono mostrate interessate allo strumento. In particolare un sistema completo verrà installato nel sincrotrone giordano SESAME su una linea di luce simile alla beamline XAFS di Elettra. Bisognerà perciò provvedere ad una ingegnerizzazione del nuovo sistema di misura, eseguendo test e campagne di misura per garantire sufficiente affidabilità e robustezza al prodotto.

Una volta conclusi i lavori sui due sistemi di misura presentati in questa tesi saranno esplorate altre geometrie di SDD. Una delle idee più innovative che vorremmo studiare è un assieme di SDD esagonali, assemblati sul modello di un pallone da calcio in modo da formare una semisfera in grado di raccogliere la quasi totalità dei fotoni di fluorescenza emessi dal campione.

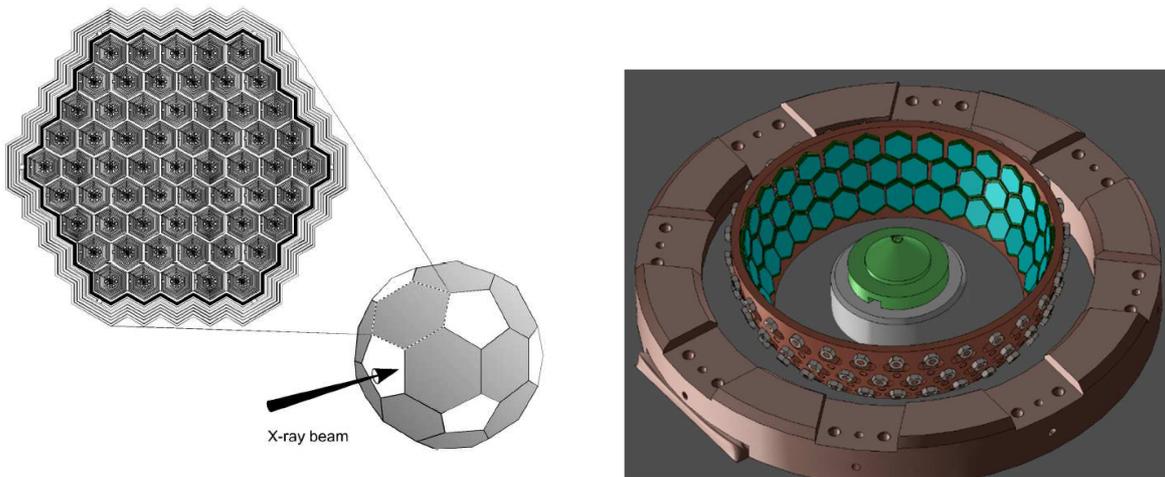


Figura 7.1: Idee futuristiche per un rivelatore in grado di coprire l'intera semisfera di emissione dei fotoni di fluorescenza. Nella figura sinistra è rappresentato lo schema di un spettrometro per olografia a raggi X, dove il campione irradiato è circondato da una sfera composta da SDD multi-pixel (più di mille in totale) [2]. Nella figura destra una possibile struttura basata su rivelatori a singolo pixel esagonali sistemata all'interno della camera sperimentale di TwinMic.

Bibliografia

- [1] A. Gianoncelli et al., "Recent developments at the TwinMic beamline at ELETTRA: an 8 SDD detector setup for low energy X-ray Fluorescence", *Journal of Physics: Conference Series, Volume 425*, 2013.
- [2] P. Lechner et al., "Multichannel silicon drift detectors for X-ray spectroscopy", *proceedings of SPIE, vol. 4012, pp. 592-599*, 2000.

