

## Nuevo sistema portátil de micro-fluorescencia de rayos X basado en óptica de policapilares para aplicaciones en Patrimonio Cultural

F.J. Ager  
B. Gómez-Tubio  
A. Kriznar  
K. Laclavetine  
A.I. Moreno-Suarez  
I. Ortega-Feliu  
M.A. Respaldiza  
S. Scrivano

Centro Nacional de Aceleradores, Universidad de Sevilla.

### 1. INTRODUCCIÓN

La posibilidad de producir micro haces de rayos X para su uso como microsondas de análisis data de los años 60 [1]. El reciente desarrollo de los elementos ópticos de rayos X y de los detectores compactos, ha permitido la fabricación de sistemas de espectrometría portátiles de reducido tamaño. Ello permite llevar a cabo medidas mediante microfluorescencia de rayos X ya no sólo en los laboratorios, sino además en museos y otros lugares donde el traslado de los objetos a analizar resulta totalmente imposible o presenta serias dificultades, por su tamaño, valor, estado de conservación, etc. El potencial de la técnica convencional de fluorescencia de rayos X (XRF) se ve así mejorado mediante la aplicación de la microfluorescencia de rayos X ( $\mu$ -XRF), pudiéndose incluso obtener mapas bidimensionales de composición e imágenes tridimensionales. La reducción del tamaño de haz hasta una escala micrométrica ha aumentado significativamente la resolución espacial analítica, beneficiándose en particular el estudio del Patrimonio Cultural, donde los análisis científicos son cada vez más importantes, como complemento a

los estudios tradicionales, dado que se posibilita el estudio in-situ de pequeños detalles como: soldaduras, incrustaciones, restos presentes en los objetos, identificación de pigmentos, etc. Además, la posibilidad de realizar XRF confocal, sirve de alternativa, en determinados casos, a la extracción de muestras estratigráficas, ya que permiten el análisis no destructivo en profundidad de los objetos bajo estudio.

## 2. METODOLOGÍA

El sistema de  $\mu$ -XRF portátil diseñado (FOTO 1) está basado en un tubo de rayos X comercial iMOXS - Modular X-Ray Source, de la compañía alemana IfG [2]. Se dispone de dos ánodos intercambiables, de Rh y de W, pudiéndose polarizar hasta 30 kV y obtener una corriente de hasta 800  $\mu$ A. A la salida del haz de rayos X se sitúa un carrusel de diferentes filtros, dependiendo del material a analizar. El sistema incorpora una óptica de policapilares formada por la minilente policapilar 115MLS03 suministrada por IfG [3], que permite el análisis con una resolución espacial de unas 40  $\mu$ m en la región de 10 a 15 keV (FOTO 2).

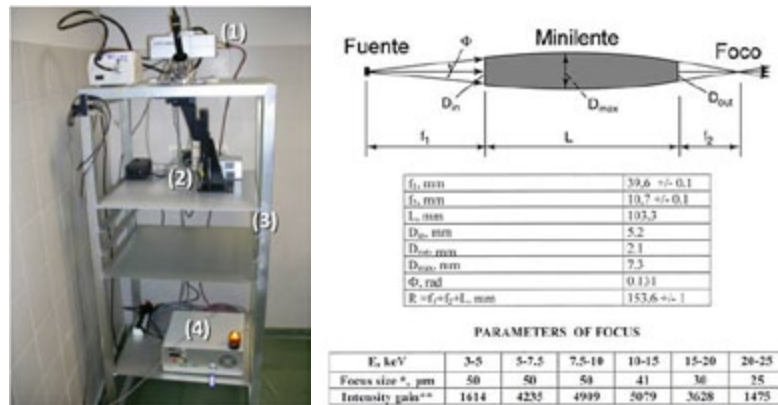


FOTO 1: Fuente: propia; Montaje del sistema del sistema de microfluorescencia: (1) cabeza de medida; (2) sistema de movimiento controlado por ordenador; (3) soporte de aluminio; (4) fuente de alimentación y control del tubo rayos X.

FOTO 2: Fuente: IfG; Características de la lente policapilar 115MLS03 de IfG.

La detección de los rayos X emitidos por la muestra bajo análisis se realizará con un detector portátil de rayos X del tipo super-SDD refrigerado electrónicamente, modelo XR100-SDD fabricado por Amptek [4], siendo el cristal de silicio de 500  $\mu$ m de espesor y 25 mm<sup>2</sup> de área, con una resolución nominal de 127 eV a 5,9 keV y 11,5  $\mu$ s de peaking time, y la ventana de entrada de berilio de 12,5  $\mu$ m. Este detector, de muy reciente aparición en el mercado, tiene un cristal de mayor espesor que el habitual de 450  $\mu$ m y, especialmente, un área activa muy superior a los 7 mm<sup>2</sup> de los otros detectores SDD fabricados por Amptek. Esto permite mejorar la tasa de recuento, obteniéndose espectros con mejor estadística en menor tiempo.

Para mantener una geometría fija (FOTO 3), se ha diseñado un soporte de acero de manera que el tubo de rayos X se mantiene sobre la perpendicular de la superficie de la muestra, mientras que el detector SSD forma un ángulo de 45° respecto de esa dirección. El punto de análisis sobre la superficie de la muestra queda determinado mediante un sistema de dos micro-diodos láser, montados en el soporte y alineados con el tubo sobre el plano de focalización del policapilar. La imagen de la zona analizada se obtiene con un microscopio VZM™ 1000i de Edmund Optics con un campo de visión de 1,92 mm a 0,48 mm y un aumento de 2,5x a 10x, acoplado a una cámara de vídeo CCD. Además de todo esto, sobre el soporte también están montados una cámara de vídeo tipo webcam para obtener una visión general de la muestra analizada y un sistema de iluminación de fibra óptica variable con dos puntos de iluminación.

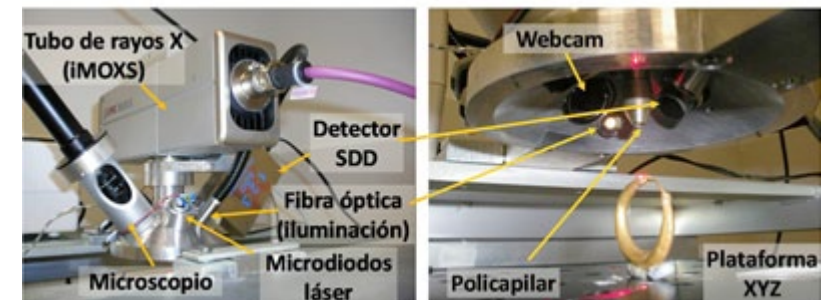


FOTO 3: Fuente: propia; Sistema portátil de  $\mu$ -XRF en configuración no-confocal.

Todo el sistema portátil se completa además con un sistema motorizado de 3 ejes (XYZ) para el movimiento de la muestra a analizar, con motores de paso de 1,25  $\mu\text{m}$  (paso completo) o 0,156  $\mu\text{m}$  (1/8 de paso) y controlado por ordenador, de la casa STANDA [5].

### 3. RESULTADOS

Las primeras medidas realizadas con el sistema, consistieron en la evaluación del tamaño del haz. Éste suele ser certificado por el fabricante de la óptica para los distintos rangos de energía mediante el barrido sobre un colimador de diámetro muy inferior al haz. En la práctica, el tamaño del haz se suele medir mediante el barrido del haz sobre el borde de una hoja de cuchilla afilada [6], como aparece en la FOTO 4 para el sistema presentado. La anchura a mitad de altura (FWHM) de la derivada del perfil que se obtiene permite calcular el tamaño del haz. En este caso, se obtienen 54,6  $\mu\text{m}$  para la energía de los rayos K-X del Fe sin filtrar el haz y 43,1  $\mu\text{m}$  para el haz filtrado con 1 mm de Al. Dado que la resolución espacial varía con la energía de los rayos X, esta mejora se puede explicar por el filtrado de la zona de baja energía del espectro de excitación en el segundo caso.

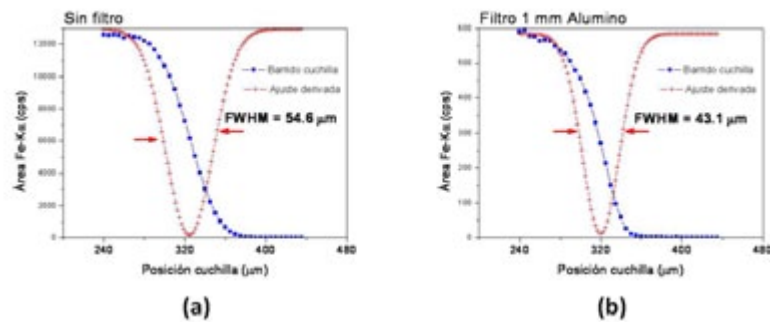


FOTO 4: Fuente: propia; Medida del tamaño del haz de la lente 115MLS03 acoplada al sistema iMOXS, con ánodo de Rh a 50 kV, (a) sin filtro a la salida de la ventana del tubo y (b) con filtro de 1 mm de Al. Las medidas se han realizado mediante barrido lateral sobre el filo de una cuchilla de bisturí de acero.

Por otro lado, con este sistema se están llevando a cabo aplicaciones en Patrimonio Cultural, como el análisis de soldaduras en joyería tartésica. En la FOTO 5 se muestra la medida de un punto

de soldadura de un hilo de oro en una joya. El punto de impacto del haz de rayos X queda determinado mediante la intersección de los haces de los dos microláseres de los que consta el sistema. La vista general de la muestra se aprecia mediante la *webcam* montada en la cabeza de medida (en la foto, abajo a la izquierda), mientras que una visión más precisa de la zona analizada se obtiene mediante la imagen del microscopio (abajo a la derecha). La radiación emitida por la muestra provocada por la excitación de los rayos X del tubo, es recogida por el detector SDD y registrada en forma de espectro de energía. El análisis cuantitativo de los espectros permite obtener la cuantificación elemental de los puntos analizados incluso a nivel de traza (ppm) con gran precisión (2-5%).

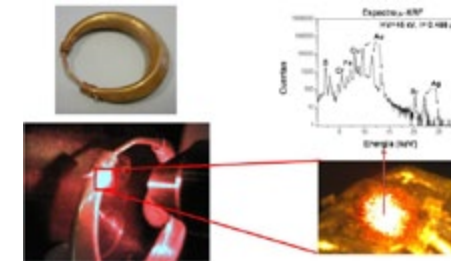


FOTO 5: Fuente: propia; Nota pie de imagen: Medida de un punto de soldadura de un hilo de oro en una joya tartésica.

En la FOTO 6 aparece la medida de los elementos decorativos de uno de los sellos del collar perteneciente al Tesoro del Carambolo. La cuantificación de los distintos puntos analizados en el collar aparece representada en el diagrama ternario Ag-Au-Cu de la derecha de la figura, permitiendo identificar la composición de los diferentes elementos y los posibles puntos de soldadura. El análisis de los puntos de soldadura podría permitir a su vez establecer los métodos de soldadura utilizados para la elaboración de las piezas del tesoro.

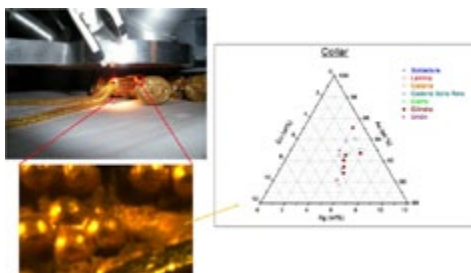


FOTO 6: Fuente: propia; Nota pie de imagen: Medida de los elementos decorativos de uno de los sellos del collar perteneciente al Tesoro del Carambolo. El gráfico ternario representa la cuantificación de los puntos analizados.

#### 4. CONCLUSIONES

El nuevo sistema portátil de micro-fluorescencia de rayos X presentado en este trabajo constituye una herramienta extremadamente útil para las aplicaciones en Patrimonio Cultural debido a su carácter no destructivo, a su gran sensibilidad elemental y a la alta resolución espacial que alcanza, además de contar con la posibilidad realizar las medidas in-situ en el lugar donde se encuentren las piezas, trasladando el sistema en lugar de trasladar éstas, con todo lo que ello suele conllevar (gastos en seguridad, pólizas de seguros, etc.) aún en el caso de ser posible.

#### AGRADECIMIENTOS

Trabajo parcialmente financiado por los proyectos HAR2009-07449 del Ministerio de Ciencia e Innovación y P09-HUM-4544 de la Junta de Andalucía. Los autores agradecen las facilidades prestadas por el Museo Arqueológico de Sevilla, y especialmente a su Directora Dña. Concepción San Martín, por las facilidades prestadas para la realización de los análisis a las piezas que forman el Tesoro de El Carambolo.

#### BIBLIOGRAFÍA

- P.A. PELLA, M. LANKOSZ, Highlights of X-ray spectrometry for microanalysis, *X-ray Spectrom.* 1997; 26: 327-32.  
 IfG Institute for Scientific Instruments GmbH Rudower Chaussee 29/31 D-12489 Berlin ([www.ifg-adlershof.de](http://www.ifg-adlershof.de)).  
 A. BJEUMIKHOV, N. LANQHOFF, J. RABE, R. WEDEIL, A modular system for XRF and XRD applications consisting of a microfocus X-ray source and different capillary optics, *X-ray Spectrom* 2004; 33: 312-16.  
 Design and performance of the X-123 compact X-ray and gamma-ray spectroscopy system, Redus, R. Huber, A. Pantazis, J. Pantazis, T. Sperry, D., Nuclear Science Symposium Conference Record, 2006. IEEE, 3794-7.  
 STANDA, Lithuania, <http://www.standa.lt/> (2010).  
 X-Ray Spectrometry: Recent Technological Advances, K. Tsuji, J. Injunk, R. Van Grieken (Eds.), John Wiley & Sons, Ltd. 2004.