

UNIVERSIDAD NACIONAL DE GENERAL SAN MARTIN  
COMISIÓN NACIONAL DE ENERGÍA ATÓMICA  
INSTITUTO DE TECNOLOGÍA  
"PROF. JORGE A. SABATO"

DISEÑO, FABRICACIÓN, CARACTERIZACIÓN Y  
APLICACIÓN DE DISPOSITIVOS DE ALTO  
CONTRASTE NEUTRÓNICO PARA SU  
IMPLEMENTACIÓN EN INSTRUMENTOS DE  
RADIOGRAFÍA Y TOMOGRAFÍA DE NEUTRONES  
DEL LAHN(\*)

POR LIC. CYNTHIA ESTHER CALLISAYA CHOQUE

DIRECTOR  
DR. JAVIER SANTISTEBAN  
ING. KARINA PIERPAULI

(\*)TESIS PARA OPTAR AL TÍTULO DE MAGISTER EN CIENCIA  
Y TECNOLOGÍA DE MATERIALES

REPÚBLICA ARGENTINA  
2020



A mis padres Felipe y Sofia,  
quienes día a día me motivan a superarme.  
A mi esposo quien me apoyo y  
alentó para continuar, cuando parecía  
que me iba a rendir.



---

## Agradecimientos

Esta tesis de maestría, si bien ha requerido un trabajo tan arduo y mucha dedicación de mi parte y los directores de tesis. Durante el desarrollo de la tesis se evidenció que la magnitud del aporte personal hubiese sido imposible sin la participación de personas e instituciones que han facilitado las cosas para que este trabajo llegue a un feliz término. Por ello, es para mí un verdadero placer utilizar este espacio para expresarles mis sinceros agradecimientos.

En primer lugar, quiero dar mi agradecimiento a la institución que me ha brindado la oportunidad de desarrollar esta investigación, el Instituto de Tecnología Sabato (ITS) ubicada en el Centro Atómico Constituyentes que se dedica a la enseñanza de las ciencias y la tecnología junto a la Universidad Nacional de General San Martín (UNSAM) y la Comisión Nacional de Energía Atómica (CNEA); y al Dr. Ricardo M. Carranza y al Dr. Manuel Iribarren, por permitirme ser parte de esta prestigiosa institución al aceptar mi solicitud de beca.

También agradezco a dos grandes instituciones que sin la colaboración y la experiencia invaluable de ambos, no hubiera sido posible mostrar los buenos resultados de esta tesis. La caracterización de algunos dispositivos fue por medio del instrumento de imágenes del reactor RA-6, del Centro atómico Bariloche en Argentina y fue posible gracias a la colaboración del investigador Julio Marín. La otra parte de caracterización de los dispositivos fue en el instrumento del NIST (por sus siglas en inglés *National Institute of Standards and Technology*) en Gaithersburg, Maryland y fue posible gracias a la colaboración del Dr. Daniel Hussey.

Quiero agradecer de manera especial y sincera al Dr. Aureliano Tartaglione, quién me ha guiado y acompañado en el inicio de la tesis. Debo destacar, su disponibilidad y paciencia que hizo que nuestras discusiones redundaran benéficamente tanto a nivel científico como personal.

Agradezco profundamente a mis directores de tesis: Dr. Javier Santisteban e Ing. Pierpauli por aceptarme para realizar esta tesis de maestría bajo su dirección. Les agradezco el apoyo, la confianza y la capacidad para guiar mis ideas. Ha sido un aporte invaluable, no solamente en el desarrollo de esta tesis, sino también en mi formación como investigadora. Las ideas siempre enmarcadas en su orientación y rigurosidad, han sido la clave del buen trabajo que hemos realizado juntos, el cual no se puede concebir sin la siempre oportuna participación de ellos. Les agradezco también, el haberme facilitado siempre los medios suficientes para llevar a cabo todas las actividades propuestas durante el desarrollo de esta tesis. También es oportuno agradecer a cada uno de los integrantes del grupo LAHN por su amistad el cual esta tesis me permitió ser parte del grupo durante su desarrollo.

El desarrollo de esta tesis ha conllevado diferentes áreas y me ha dado la oportu-

nidad de trabajar con varios grupos de investigación. En ese sentido, quiero expresar mi más sincero agradecimiento a la Dr. Ana Gabriela Leyva por su importante aporte y participación activa en uno de los procesos para el desarrollo de esta tesis. Su participación ha enriquecido el trabajo realizado. A los que componen el departamento de Micro y nanotecnología (DMyNT) del CAC-CNEA y al departamento de física de la materia condensada, gracias por haberme facilitado no sólo los equipos y materiales sino la colaboración en la mayoría de los procesos para el desarrollo de esta tesis.

# Índice de símbolos

- $\sigma_a$  Sección eficaz microscópica de absorción  
 $\sigma_s$  Sección eficaz microscópica de dispersión  
 $\sigma_t$  Sección eficaz microscópica total  
 $\Sigma_t$  Sección eficaz macroscópica total  
 $d$  resolución espacial intrínseca  
 $\gamma$  rayos gamma  
 $x$  ancho del motivo de un patrón  
 $l$  separación entre motivos  
 $x_d = l_d$  ancho o separación del motivo nominal o de diseño  
 $r$  radio de la estrella Siemens  
 $z$  profundidad de la cavidad del sustrato de Silicio  
 $\bar{I}$  Intensidad promedio de un perfil senoidal  
 $T$  Transmisión del material absorbente de neutrones  $Gd_2O_3$   
 $R$  Resolución espacial efectiva



# Índice de contenidos

Índice de símbolos	vii
Índice de contenidos	ix
Índice de figuras	xiii
Índice de tablas	xix
Resumen	xxv
Abstract	xxvii
<b>1. Introducción</b>	<b>1</b>
1.1. Aspectos generales . . . . .	1
1.2. Motivación . . . . .	3
1.3. Antecedentes . . . . .	4
1.4. Marco de trabajo . . . . .	5
1.5. Objetivos . . . . .	5
1.6. Organización de la tesis . . . . .	6
<b>2. Neutron Imaging</b>	<b>7</b>
2.1. Introducción . . . . .	7
2.2. Principio de funcionamiento . . . . .	9
2.3. Coeficientes de atenuación . . . . .	10
2.4. Secciones eficaces . . . . .	11
2.5. Instrumento de imágenes por neutrones . . . . .	14
2.5.1. Descripción general . . . . .	14
2.5.2. La fuente . . . . .	14
2.5.3. Sistema de colimación . . . . .	15
2.5.4. Sistema de detección . . . . .	16
2.6. Instrumento ASTOR . . . . .	18

<b>3. Patrón de alto contraste neutrónico</b>	<b>19</b>
3.1. Calidad de una imagen . . . . .	19
3.1.1. Resolución espacial efectiva . . . . .	20
3.1.2. Concepto de contraste . . . . .	20
3.1.3. Función de Transferencia de Modulación . . . . .	23
3.1.4. Calidad de imagen en <i>Neutron imaging</i> . . . . .	24
3.2. Determinación experimental de la resolución espacial y el contraste . . . . .	25
3.2.1. Patrón de barras . . . . .	26
3.2.2. Patrón estrella Siemens . . . . .	26
3.2.3. Patrón cuadrado . . . . .	27
3.3. Patrón para el instrumento ASTOR . . . . .	28
3.3.1. Requerimientos de los patrones para la determinación de la resolución y el contraste . . . . .	28
3.3.2. Propuesta de patrones . . . . .	29
3.3.3. Materiales . . . . .	30
<b>4. Estrategia de fabricación</b>	<b>33</b>
4.1. Diagrama de flujo de la fabricación . . . . .	33
4.2. Micro-fabricado del sustrato de Silicio . . . . .	35
4.2.1. Proceso para obtener la fotomáscara . . . . .	37
4.2.2. Fotolitografía . . . . .	38
4.2.3. Ataque profundo por iones reactivos (DRIE) . . . . .	40
4.2.4. Caracterización del proceso de Microfabricación y DRIE . . . . .	41
4.3. Síntesis del material absorbente . . . . .	45
4.4. Depósito de $Gd_2O_3$ al sustrato de Silicio . . . . .	46
4.4.1. Tratamiento térmico de sinterización . . . . .	47
4.4.2. Caracterización de los dispositivos ES-PB 5-60 y 50-500 . . . . .	49
4.5. Optimización de los dispositivos . . . . .	51
4.5.1. Recubrimiento con Paraloid B-72 . . . . .	53
<b>5. Caracterización del dispositivo de alto contraste neutrónico</b>	<b>55</b>
5.1. Caracterización por el instrumento <i>Cold Neutron Imaging</i> del NIST . . . . .	55
5.2. Ensayo de neutrografía . . . . .	57
5.3. Adquisición y procesamiento de la imagen . . . . .	57
5.3.1. Método de evaluación de los datos . . . . .	59
5.3.2. Evaluación de perfiles de transmisión . . . . .	61
5.4. Resultados . . . . .	62

---

<b>6. Aplicaciones</b>	<b>65</b>
6.1. Resolución espacial efectiva del instrumento <i>Cold Neutron Imaging Facility</i>	65
6.1.1. Método de borde . . . . .	67
6.1.2. Método del perfil de intensidad . . . . .	67
6.2. Resolución espacial efectiva de la facilidad del reactor RA-6 . . . . .	70
6.2.1. Resolución espacial efectiva en el plano del FOV . . . . .	72
6.2.2. Resolución y contraste de placas centelladoras . . . . .	73
<b>7. Discusión de los resultados</b>	<b>75</b>
7.1. Diseño de los patrones LAHN . . . . .	75
7.2. Fabricación . . . . .	76
7.3. Aplicación . . . . .	77
<b>8. Conclusiones</b>	<b>78</b>
<b>A. Código: intersección y función seno</b>	<b>80</b>
<b>Bibliografía</b>	<b>83</b>
<b>Publicaciones asociadas</b>	<b>89</b>



# Índice de figuras

1.	Patrón LAHN cuadrado . . . . .	xxi
2.	Patrón LAHN ES03 5-60 . . . . .	xxi
3.	Patrón LAHN ES03 10-100 . . . . .	xxi
4.	Patrón LAHN ES03 100-250 . . . . .	xxii
5.	Patrón LAHN ES03 50-500 . . . . .	xxii
6.	Patrón LAHN ES-PB 5-60. . . . .	xxiii
7.	Patrón LAHN ES-PB 10-100. . . . .	xxiii
8.	Patrón LAHN ES-PB 100-250. . . . .	xxiv
9.	Patrón LAHN ES-PB 50-500. . . . .	xxiv
1.1.	(a) Ejemplos de aplicaciones de <i>Neutron Imaging: How neutrons create pictures</i> del PSI. (b)Primer neutrografía obtenida en la instalación del RA-6 del Centro Atómico Bariloche. . . . .	2
1.2.	Esquema del instrumento ASTOR . . . . .	4
2.1.	El principio del sistema de radiografía: un detector de superficie fijado detrás de la muestra se registra la radiación emitida por la fuente, revelando así el efecto de la radiación atenuada dentro de la muestra. . . . .	8
2.2.	El principio del sistema de tomografía. Copyright:E. Lehmann, PSI, Suiza . . . . .	8
2.3.	Interacción de los rayos x y haces de neutrones con un átomo . . . . .	9
2.4.	Esquema que indica los parámetros de un sistema de radiografía. . . . .	9
2.5.	Ley inversa del cuadrado . . . . .	10
2.6.	Esquema de la Ley Beer Lambert . . . . .	11
2.7.	Coeficiente de atenuación másica para neutrones térmicos y fríos, y rayos X, en función del número atómico . . . . .	12
2.8.	Sección eficaz total de neutrones del Li y Gd . . . . .	13
2.9.	Esquema del sistema de obtención imágenes por neutrones. . . . .	14
2.10.	Configuración del colimador de la facilidad NERA para radiografía y tomografía. . . . .	15
2.11.	Tamaño de pixel en función del FOV, para el sistema de una cámara. . . . .	17

3.1. Arreglo perfecto de barras antes (izquierda) y después (derecha) de pasar por un sistema de imágenes de baja resolución. . . . .	19
3.2. Resolución espacial efectiva de una imagen. . . . .	20
3.3. Definición de contraste para una onda cuadrada. . . . .	21
3.4. Contraste de un arreglo de barras. . . . .	21
3.5. Comparación del contraste en el plano del objeto y en el plano de la imagen. . . . .	22
3.6. Degradación del contraste con la reducción de la distancia entre líneas. . . . .	22
3.7. Degradación del contraste con la reducción de la distancia entre líneas. . . . .	23
3.8. Función de transferencia de modulación, representación gráfica. . . . .	24
3.9. Cartilla basada en la norma ISO 12233:2000 para medir resolución. . . . .	25
3.10. Primer patrón de barras USAF 1951 . . . . .	26
3.11. Patrón estrella Siemens y parámetros de su motivo negro. . . . .	27
3.12. Ejemplo de la curva MTF, generada a partir del método de borde para uno de los experimentos presentados en el capítulo 6, e identificación de la frecuencia MTF10. . . . .	28
3.13. Patrón LAHN ES03 50-500 . . . . .	29
3.14. Patrón LAHN ES-PB 100-250. . . . .	31
4.1. Diagrama de flujo de la fabricación del dispositivo de alto contraste neutrónico. . . . .	34
4.2. Diseño de los patrones LAHN, considerando un plano circular de 10 cm de diámetro. . . . .	36
4.3. Procesos de micro-fabricación para obtener el diseño grabado en el sustrato de Si. . . . .	37
4.4. Tipos de fotomáscara . . . . .	37
4.5. La fotomáscara después del proceso (izq.) esquema de la fotomáscara (der.). . . . .	38
4.6. Imagen por microscopio óptico (izq.) y los patrones del DMyNT (der.). . . . .	38
4.7. Secuencia de pasos del proceso de fotolitografía. . . . .	39
4.8. Ataque del silicio por el proceso de Bosch. . . . .	41
4.9. Ejemplo con el dispositivo 1-O1 para medir la profundidad para $x_d = 100\mu m$ . . . . .	42
4.10. Profundidad en diferentes zonas de la oblea $x_d = 100\mu m$ . . . . .	42
4.11. Variables a caracterizar del dispositivo ES-PB 5-60 . . . . .	42
4.12. (a)Esquema del dispositivo ES-PB 5-60 antes y después del corte. (b) Imagen SEM de la forma de las cavidades del dispositivo O4, para $x_d = 5\mu m$ . . . . .	44

4.13. Solución inicial con el polvo de óxido de Gadolinio y ácido nítrico, y solución después de la disolución del óxido de Gadolinio. . . . .	45
4.14. Imágenes SEM del reactivo comercial (izq.) y del mismo después de la síntesis (der.) . . . . .	46
4.15. Proceso de depósito de $Gd_2O_3$ : (a) Suspensión de las partículas en etanol absoluto. (b) Depósito a las cavidades del sustrato de Si (c) Evaporización del etanol con la luz infrarroja y (d) limpieza del material $Gd_2O_3$ excedente con un pedazo de la oblea de Si. . . . .	47
4.16. Etapas de la sinterización . . . . .	48
4.17. Tratamiento térmico de sinterización para el dispositivo de alto contraste neutrónico. Rampa de temperatura (izq.) y fotografía del dispositivo en el horno (der.). . . . .	48
4.18. Imágenes SEM después del TT de sinterización, para la medición de la disminución del espesor del material absorbente en la muestra ES01-A (a) y la disminución a lo largo de $x$ de la muestra ES01-C (b). . . . .	49
4.19. Esquema del dispositivo de alto contraste neutrónico ES01, antes y después del tratamiento térmico de sinterización . . . . .	49
4.20. (a) Fotografía del dispositivo de alto contraste neutrónico ES-PB 50-500. Imágenes por microscopio óptico Leica DM 2700M del dispositivo de barras de $500 \mu m$ (b) y de $50$ a $100 \mu m$ (c). . . . .	50
4.21. Imágenes SEM del dispositivo de alto contraste neutrónico ES-PB 50-500 O4. . . . .	50
4.22. Imágenes SEM del dispositivo de alto contraste neutrónico ES-PB 5-60 O3. . . . .	50
4.23. Estrella Siemens ES01 (izq.), y su imagen obtenida a partir del instrumento de imágenes por neutrones del reactor RA-6(der.). . . . .	51
4.24. Muestras ES01 - A, C, D, E y F: Esquema experimental para neutrografía (izq.), y su imagen obtenida a partir del instrumento de imágenes por neutrones del reactor RA-6(der.). . . . .	52
4.25. Proceso de recubrimiento con la técnica de spin coating para generar una capa fina de paraloid B-72, a. mojado de la superficie b. inicio de la rotación c. durante el proceso gira retirando el exceso para alcanzar el espesor a dicha velocidad s. evaporización del solvente. . . . .	53
4.26. (a) Muestras de Si (100), después del proceso de recubrimiento. (b) Curva de espesor de la capa paraloid B72 en función de la velocidad angular del spinner. . . . .	54
4.27. Dispositivo de alto contraste neutrónico con recubrimiento de paraloid B-72. . . . .	54

5.1. (a) Guía NG-6 de la estación de <i>Neutron Imaging</i> del NIST. (b) Ensayo de neutrografía del dispositivo patrón ES-PB 5-60. . . . .	56
5.2. Dimensiones del dispositivo ES-PB 5-60. . . . .	56
5.3. Normalización de una imagen por neutrones . . . . .	58
5.4. Radiografías por el sistema de imágenes por neutrones del NIST “ <i>Cold Neutron Imaging</i> ” de los dispositivos ES-PB 5-60 O1 y O2. . . . .	58
5.5. Radiografías por el sistema de imágenes por neutrones del NIST “ <i>Cold Neutron Imaging</i> ” de los dispositivos ES-PB 5-60 O3 y O4. . . . .	59
5.6. Ejemplo para obtener datos de intensidades a partir de la imagen por neutrones del dispositivo ES-PB 5-60 de la O4 . . . . .	59
5.7. Gráfica del ajuste senoidal del perfil de intensidades para $x_d = 60\mu m$ . . . . .	60
5.8. Perfil de intensidades de 13 motivos del patrón con tamaño de 1 pixel (a) y de 100 pixeles (b) . . . . .	61
5.9. Radiografía del dispositivo de alto contraste neutrónico O3 - M2. . . . .	62
5.10. Gráfica del ajuste senoidal para $x_d = 10\mu m$ , del dispositivo ES-PB 5-60 O3-M4 . . . . .	63
5.11. Gráfica de transmisión del $Gd_2O_3$ en función de la profundidad de la cavidad del sustrato de Si del dispositivo ES-PB 5-60 O3 - M2. . . . .	64
6.1. Ensayo de neutrografía del dispositivo de alto contraste neutrónico ES-PB 5-60 O3 en el instrumento de <i>Cold Neutron Imaging</i> del NIST. . . . .	65
6.2. Imagen por neutrones de alta resolución del dispositivo de alto contraste neutrónico ES-PB 5-60. . . . .	66
6.3. Sistema MTF sobre la imagen por neutrones del dispositivo patrón. . . . .	67
6.4. Curva MTF en función de la frecuencia espacial, con el ajuste sigmoideal. . . . .	68
6.5. Medición del radio y obtención del perfil de intensidades circular. . . . .	68
6.6. Gráfica de datos del perfil circular de intensidades y su respectivo ajuste senoidal. . . . .	69
6.7. Componentes de la instalación de neutrografía del reactor RA-6-CAB [1]. . . . .	70
6.8. (a) Arreglo experimental del ensayo en el instrumento del reactor RA-6. (b) Imagen normalizada de los cuatro dispositivos O1, O2, O3 y O4, además del patrón cuadrado. . . . .	70
6.9. Transmisión del material absorbente de neutrones $Gd_2O_3$ en función de la profundidad de la cavidad del sustrato de silicio . . . . .	71
6.10. Radiografías del dispositivo ES-PB 50-500: (a) Imagen A en el centro del campo de visión, (b) B en el extremo superior izquierdo (c) C en el extremo superior derecho, (d) D extremo inferior derecho y (e) E en el extremo inferior izquierdo. . . . .	72

---

6.11. Radiografías del patrón ES, PB y cuadrado, en el instrumento del reactor RA-6, con diferentes placas centelladoras: P, Q y R . . . . .	74
A.1. Gráfica del perfil de intensidades, intensidad promedió en función de la longitud de línea del perfil y puntos que se interceptan a la línea de intensidad promedio . . . . .	81
A.2. Grafica del ajuste senoidal del perfil de intensidades para $x_d = 60\mu m$ . . . . .	81
A.3. Grafica del ajuste senoidal del perfil de intensidades para $x_d = 60\mu m$ . . . . .	82



# Índice de tablas

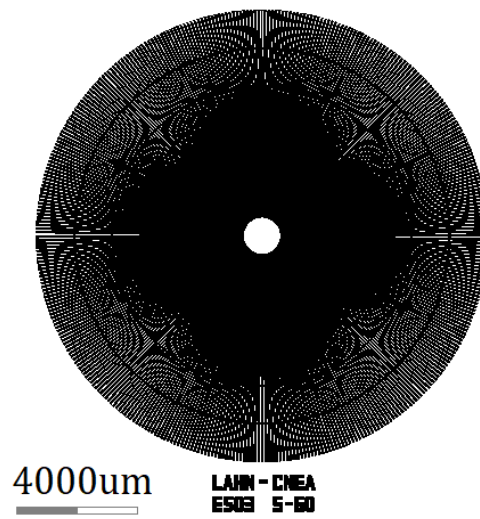
2.1. Reacciones de elementos absorbentes de neutrones y un neutrón . . . . .	16
2.2. Parámetros de diseño principales para ASTOR en la posición de irradiación primera y lejana, incluyendo L, D, flujo de neutrones, campo de visión (FOV) y resolución espacial intrínseca esperada ( $d_l$ ) donde la distancia entre el centellador y objeto es ' $l$ '. . . . .	18
4.1. Profundidad nominal para el proceso DRIE, con respecto a cavidades con un ancho de $5\mu m$ . . . . .	36
4.2. Detalles técnicos del proceso de fotolitografía de las obleas. . . . .	40
4.3. Resumen de los datos de $x$ , $l$ y $z$ , medidos por el perfilómetro óptico del sustrato del dispositivo ES-PB 5-60, de las cuatro obleas O1, O2 O3 y O4. . . . .	43
4.4. Valores calculados de $\bar{x}_p$ , con su error estadístico y porcentual y la diferencia porcentual, para el dispositivo ES-PB 5-60 de las cuatro obleas. . . . .	43
4.5. Valores medidos ( $x_p$ , $z$ ) y la diferencia porcentual entre $x_d$ y $x_p$ , para el dispositivo ES-PB 50-500 O1, O2 O3 y O4. . . . .	44
4.6. Valores medidos ( $x$ y $z$ ) y sus promedios, para el ancho de línea de $x_d = 5\mu m$ , del patrón de barras del dispositivo ES-PB 5-60 O4. . . . .	45
4.7. Metodologías para mejorar la adherencia entre el polvo $Gd_2O_3$ y el sustrato de silicio. . . . .	52
5.1. Parámetros de ajuste senoidal de la gráfica 5.7. . . . .	60
5.2. Variaciones de transmisión en función de $x_d$ . . . . .	62
5.3. Resumen de datos de los anchos $x_n$ y transmisión del material absorbente $T_{Gd_2O_3}$ , caracterizados a partir de imágenes por neutrones (M2) de todos los dispositivos ES-PB 5-60. . . . .	63
5.4. Parámetros de ajuste senoidal de la gráfica 5.10. . . . .	64
6.1. Parámetros de ajuste de la gráfica 6.6 . . . . .	69
6.2. Tabla de datos de transmisión y contraste en el patrón de barras de cada uno de los cuatro dispositivos ES-PB 50-500. . . . .	71
6.3. Cálculo de resolución espacial sobre diferentes puntos del FOV del RA-6 . . . . .	73



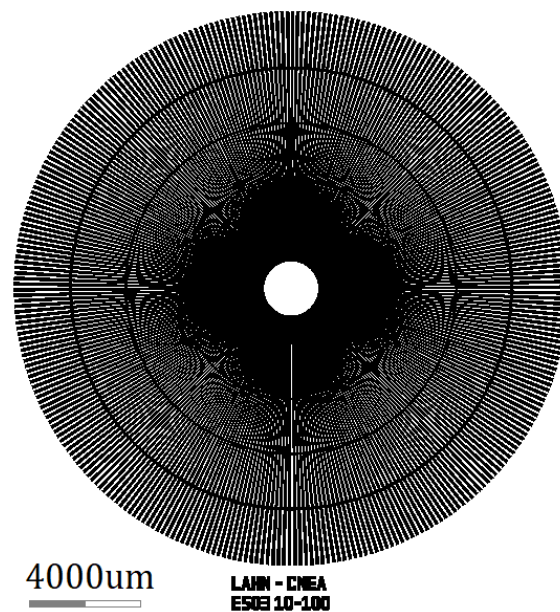
# Patrones LAHN



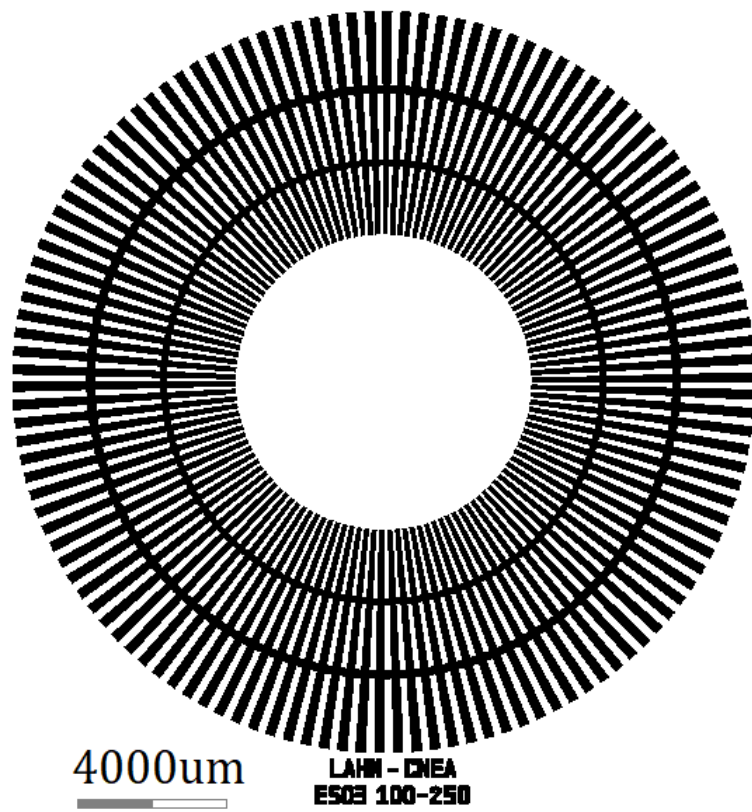
**Figura 1:** Patrón cuadrado LAHN



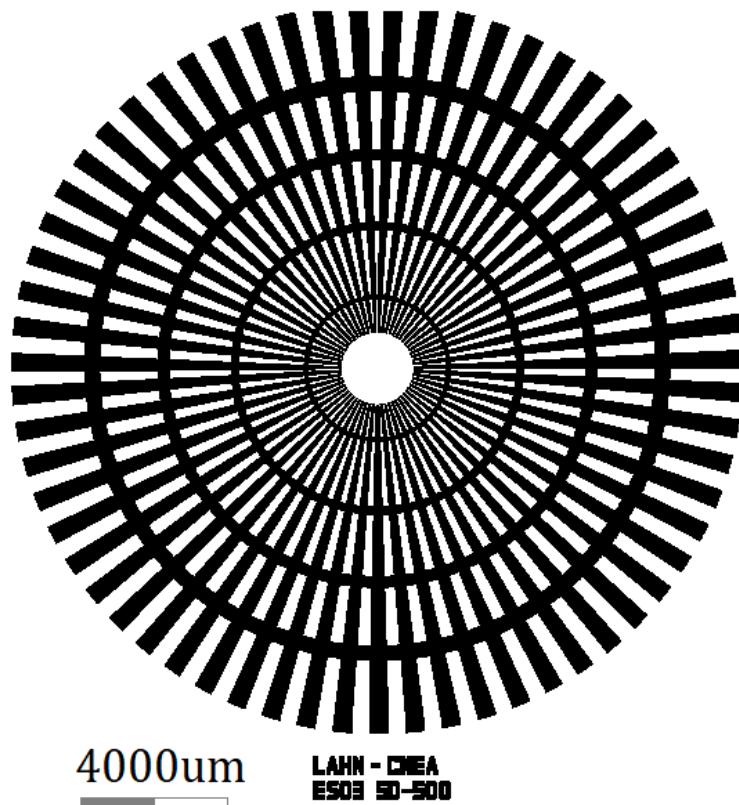
**Figura 2:** Patrón estrella Siemens 03 LAHN con rango de resolución de 5-60  $\mu m$ .



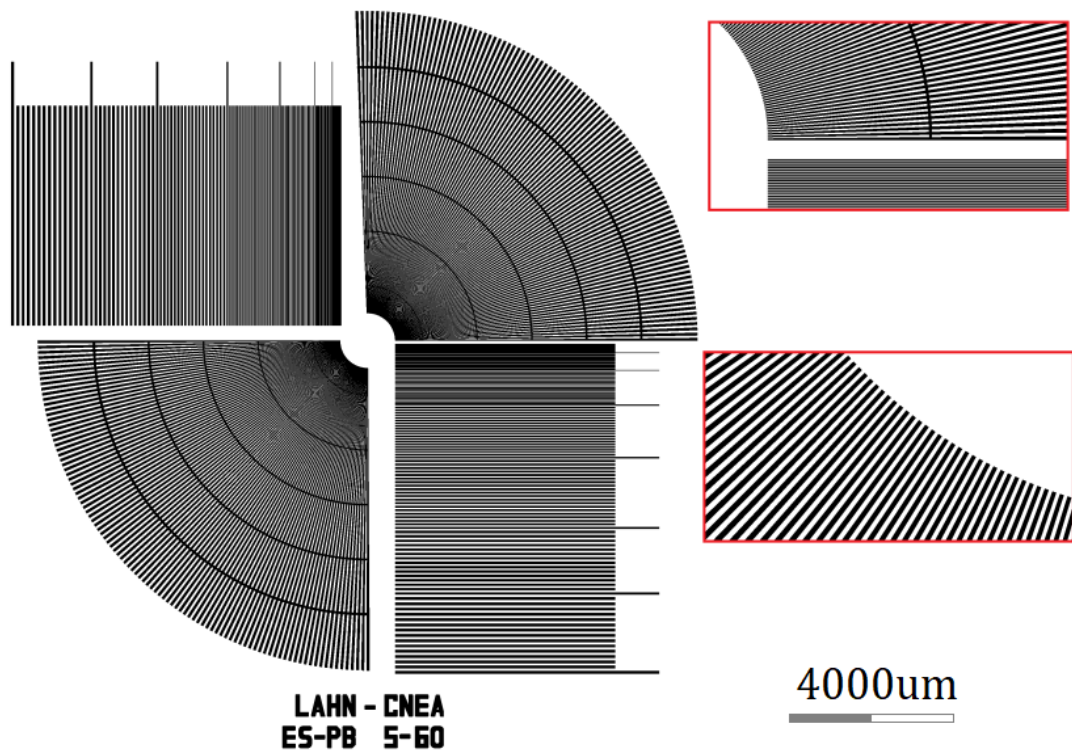
**Figura 3:** Patrón estrella Siemens 03 LAHN con rango de resolución de 10-100  $\mu m$ .



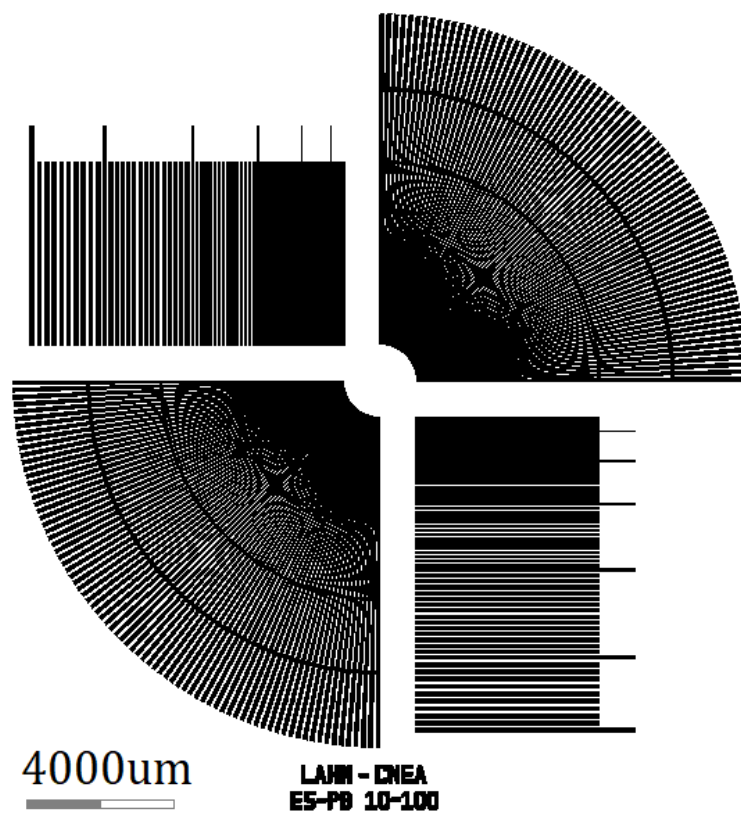
**Figura 4:** Patrón estrella Siemens 03 LAHN con rango de resolución de 100-250  $\mu m$ .



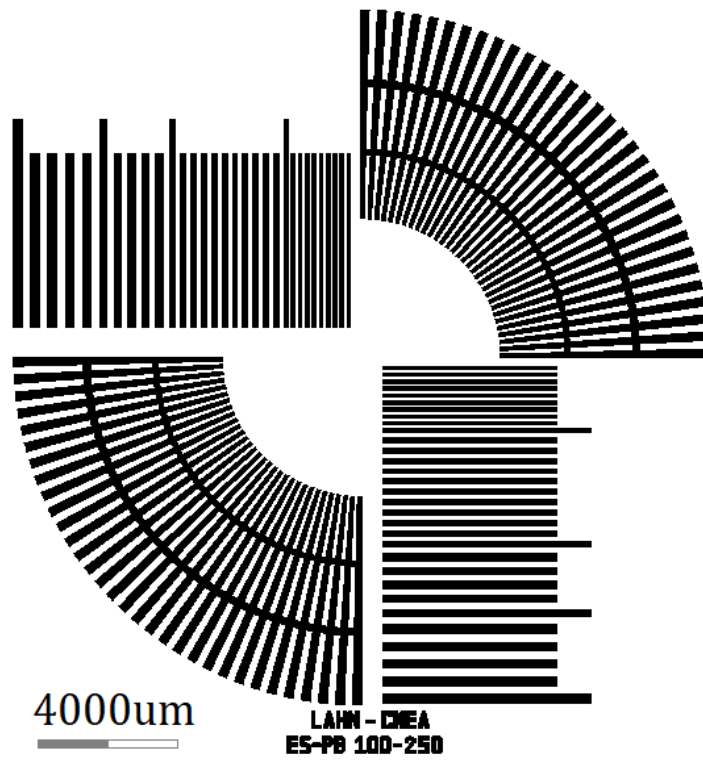
**Figura 5:** Patrón estrella Siemens 03 LAHN con rango de resolución de 50-500  $\mu m$ .



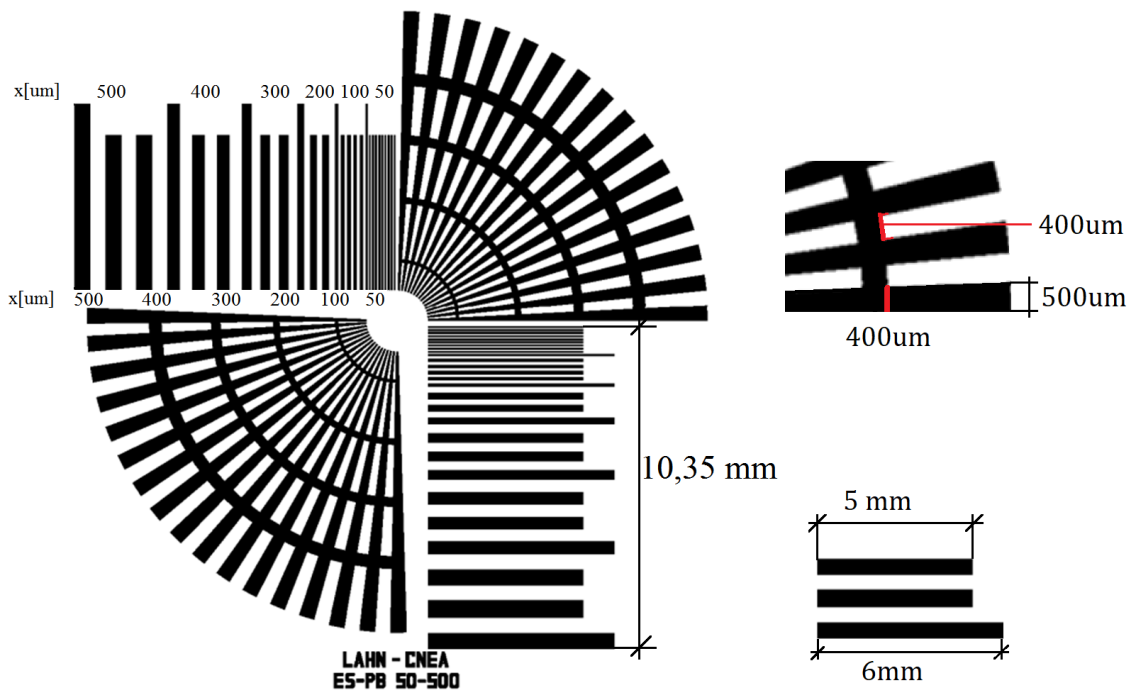
**Figura 6:** Patrón estrella Siemens y de barras LAHN con rango de resolución 5-60  $\mu m$ .



**Figura 7:** Patrón estrella Siemens y de barras LAHN con rango de resolución 10-100  $\mu m$ .



**Figura 8:** Patrón estrella Siemens con de barras LAHN con rango de resolución 100-250  $\mu m$ .



**Figura 9:** Patrón estrella Siemens con patrón de barras LAHN con rango de resolución 50-500  $\mu m$ .

# Resumen

La caracterización de la resolución espacial de un instrumento de imágenes por neutrones permite establecer con precisión los límites experimentales y la confiabilidad de la información generada al analizar las imágenes producidas. La determinación de la resolución real permite además evaluar la eficacia de desarrollos destinados a mejorar la *performance* de este tipo de instrumento.

El objetivo de este trabajo es diseñar, fabricar, caracterizar y aplicar dispositivos de alto contraste neutrónico, que permitan determinar la resolución espacial en el rango de 5 y 500  $\mu m$ . Para conseguir los dispositivos de alto contraste neutrónico se seleccionó como sustrato del material de Silicio ( $\sigma_{Si} = 0,171$  b,  $E=0.03$  eV) y como material absorbente de neutrones el óxido de Gadolinio ( $\sigma_{Gd} = 48890$  b,  $E=0.03$ eV). Se propusieron tres tipos de patrones: barras (PB), estrella Siemens(ES) y cuadrados. Se estableció como estrategia de fabricación utilizar la tecnología de Microfabricación (MEMS, por sus siglas en inglés Micro- Electro-Mechanical Systems), para conseguir los rangos de resolución requeridos para el dispositivo. El mismo pudo desarrollarse íntegramente con las técnicas disponibles en el Departamento de Micro y Nanotecnología y el Departamento de Materia Condensada del CAC.

La eficacia de los distintos dispositivos fabricados para la determinación de la resolución se realizó mediante experimentos realizados en el instrumento de imágenes por neutrones térmicos del reactor RA-6 (Centro Atómico Bariloche), y el instrumento de imágenes por neutrones fríos de la guía NG6 del NIST Centre for Neutron Research (USA). Los resultados obtenidos permitieron establecer la resolución espacial de cada instrumento y la caracterización de los dispositivos hasta el límite de resolución intrínseca del instrumento de la guía NG6 del NIST.

**Palabras clave:** NEUTROGRAFÍA, PATRONES ÓPTICOS, ÓXIDO DE GADOLINIO. NEUTRONES FRÍOS.



# Abstract

The characterization of the spatial resolution of a neutron imaging instrument allows the precise determination of its experimental capabilities and the confidence of the information produced from the analysis of the images produced with it. The determination of the real resolution allows also evaluating the efficacy of specific development devised to improve the performance of neutron imaging instruments.

The aim of the present work is to design, manufacture, characterize, and apply devices of high neutron contrast, capable of determine spatial resolutions within the 5 - 500 $\mu m$  range. For this purpose, we have chosen gadolinium oxide powder as absorbing material ( $\sigma_{Gd} = 48890$  b,  $E=0.03eV$ ), and monocrystalline silicon as a nearly-transparent substrate ( $\sigma_{Si} = 171$  mb,  $E=0.03eV$ ). Three resolution patterns were included in the device: bars (PB), Siemens stars (ES) and squares. MEMS technology was chosen for fabrication as it can effectively deal with the resolution ranges included in the device. The device was entirely produced using the manufacturing and characterization techniques available at the Department of Micro and Nano Technology and the Department of Condensed Matter of Centro Atómico Constituyentes.

The efficacy of the fabricated patterns for the determination of spatial resolution was defined by experiments performed in the thermal neutron imaging beamline of the RA-6 reactor (Centro Atómico Bariloche) and the cold neutron imaging beamline NG6 of the NIST Centre for Neutron Research (USA). The results allowed establishing the spatial resolution of both instruments under different configurations, and the characterization of the test device up to the intrinsic resolution of the NG6 beamline.

**Keywords:** COLD NEUTRON IMAGING, THERMAL NEUTRON IMAGING RESOLUTION CHARTS, GADOLINIUM OXIDE.



# Capítulo 1

## Introducción

*“que una bomba nuclear no sólo era posible, era inevitable. Entonces tuve que tomar pastillas para dormir. Era el único remedio.”*

— James Chadwick

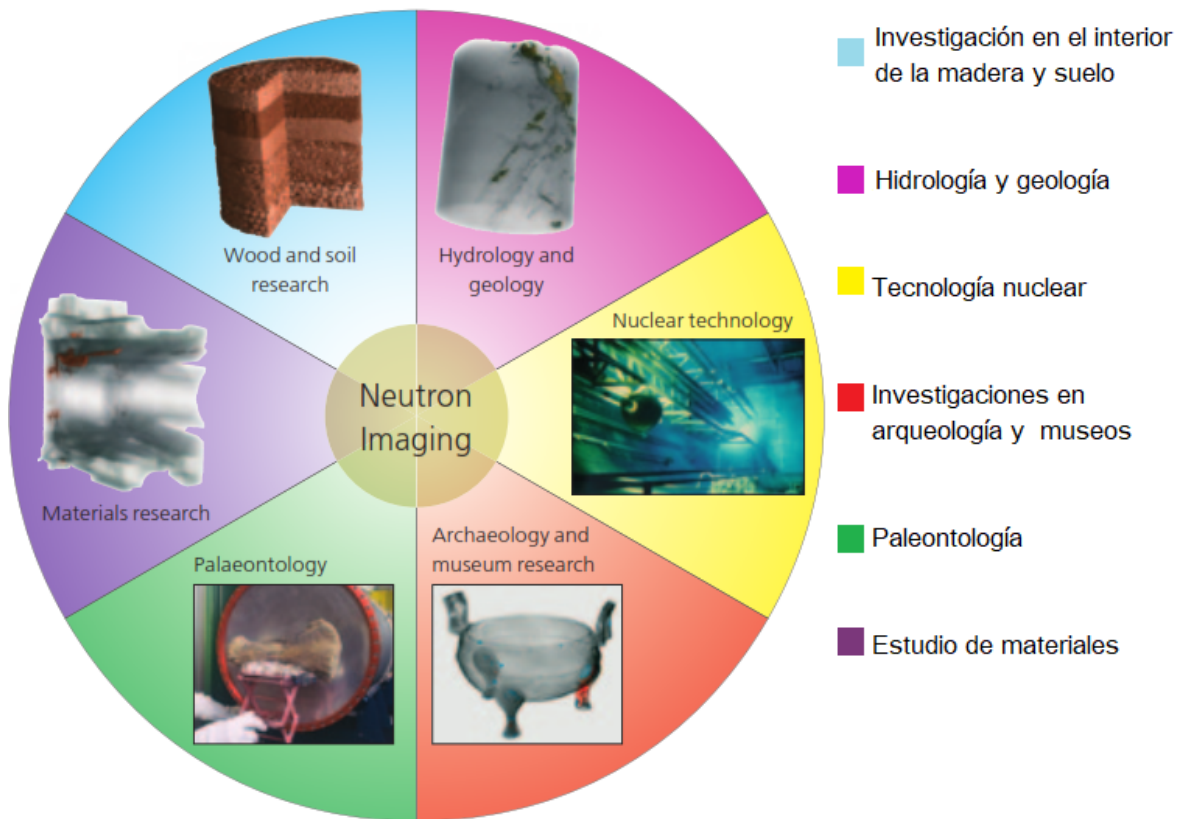
### 1.1. Aspectos generales

El desarrollo de las técnicas neutrónicas se remonta al año 1935 con el trabajo de Hartmut Kallmann y Ernst Kuhn [2]; tan sólo tres años después del descubrimiento del neutrón por James Chadwick en 1932 [3]. Debido a la alta penetración de los neutrones en la materia (del orden de varios centímetros), la técnica de *Neutron Imaging* (NI) ofrece muchas posibilidades para la evaluación no destructiva y no invasiva de objetos tanto in situ como in operando, brindando información no accesible por otras técnicas.

La técnica de imágenes por neutrones comúnmente conocida como NI, es una técnica que evalúa la transmisión de un objeto al ser impactada por un haz de neutrones, para observar de manera no destructiva el interior del mismo en estado estacionario o dinámico. NI aprovecha las características particulares de la interacción del neutrón con la materia, lo que permite aportar información única sobre la estructura microscópica interna del objeto, complementaria a la que se puede obtener con otras técnicas, como por ejemplo la radiografía de rayos X [4].

Las aplicaciones de la técnica de *Neutron Imaging* son variadas y se extienden a múltiples áreas de la ciencia y la tecnología, como se ejemplifica en la Figura 1.1(a) de acuerdo a la experiencia del instrumento de NI del *Paul Scherrer Institut* PSI [5].

Las técnicas de imágenes con rayos-X y con neutrones, son técnicas complementarias utilizadas en I+D. Las técnicas de rayos X se encuentran disponibles en laboratorios de universidades y empresas, y en grandes fuentes de radiación de sincrotrón, con una



(a)



(b)

**Figura 1.1:** (a) Ejemplos de aplicaciones de *Neutron Imaging: How neutrons create pictures* del PSI. (b) Primer neutrografía obtenida en la instalación del RA-6 del Centro Atómico Bariloche.

resolución espacial menor a  $1\mu\text{m}$  y tiempos de colección mucho menores a 1s. Los instrumentos de imágenes de neutrones se encuentran en fuentes de neutrones intensas como reactores de investigación y fuentes de “spallation” a las que se asocian grandes laboratorios de técnicas neutrónicas [6]. Las fuentes más intensas tienen asociados grandes laboratorios de haces de neutrones que incluyen en su suite de instrumentos al menos una línea dedicada a *neutron imaging*. La resolución espacial en los instrumentos más avanzados de NI está actualmente limitada a  $10\mu\text{m}$  (Kaestner et al., 2011; Williams et al., 2012; Tremsin et al., 2012), con tiempos de colección de varios segundos o minutos, pero constantemente se investiga en el desarrollo de nuevas tecnologías para

alcanzar mayor resolución [7] [8].

Las técnicas de imágenes tienen entre sus factores de calidad más importantes la resolución espacial. Tal parámetro está principalmente dado por el grado de colimación del haz incidente sobre el objeto, y por la distancia entre el objeto y el detector. Si bien la óptica que define el haz determina la resolución intrínseca máxima alcanzable en un instrumento, otros componentes del sistema de detección (placa centelladora, espejos, lentes, sensor de luz) tienen importante impacto en la resolución espacial con la cual se obtienen las imágenes. Por lo tanto, la resolución espacial efectiva es un parámetro que es necesario verificar para cada experimento in-situ.

Los instrumentos más modernos de NI se diseñan (o se actualizan) para brindar resoluciones espaciales adaptables a cada aplicación, con un valor de  $30 \mu m$  siendo el más utilizado en la mayoría de las aplicaciones [7] [9] [10] [11]. También existen instalaciones de NI más modestas con instrumentos utilizados para entrenamiento y pruebas de factibilidad, como el instrumento de neutron imaging del reactor RA-6 del Centro Atómico Bariloche, donde se pueden obtener muy buenos resultados con una resolución espacial de alrededor de  $100 \mu m$  [1], según se observa en la Figura 1.1 (b), que muestra la estructura interna de un reloj antiguo de bolsillo.

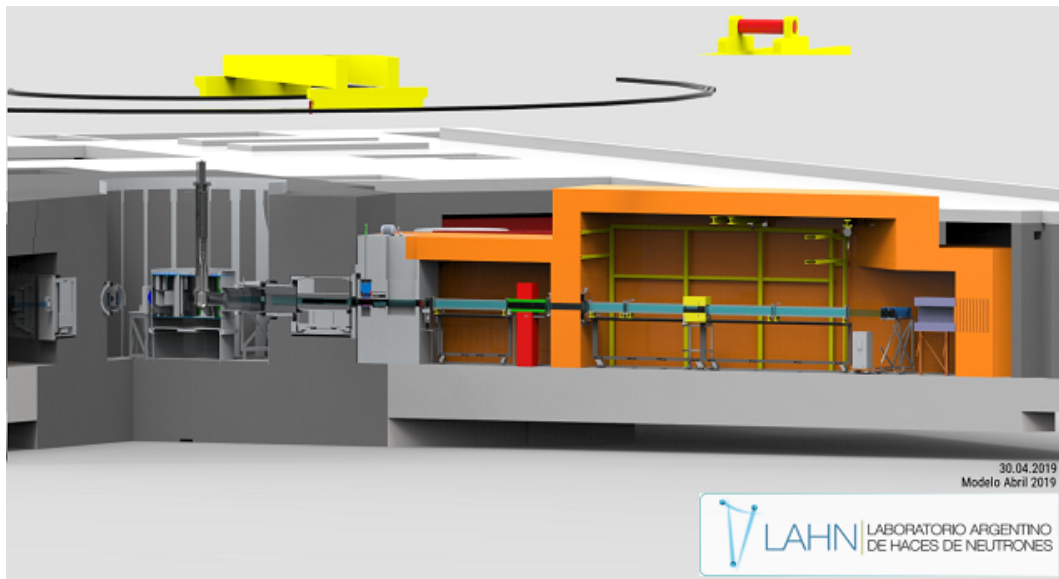
Los patrones son dispositivos validados que se utilizan para contar con una referencia que permita caracterizar y calibrar por comparación directa herramientas e instrumentos, y permitir así determinar objetivamente la resolución de los mismos. Por ejemplo en el caso de la fotografía existen patrones ópticos estandarizados de contraste blanco y negro [12] [13]. Para evaluar la resolución en instrumentos de neutrografía el desarrollo de los patrones impone otros desafíos ya que se necesita utilizar materiales con los que se pueda obtener alto contraste neutrónico minimizando los espesores para estar en el rango de resolución micrométrica.

## 1.2. Motivación

El presente trabajo de tesis tiene como motivación principal abordar los desafíos del desarrollo de dispositivos de alto contraste neutrónico y alta resolución espacial (del orden de unos pocos micrones), debido a que en la actualidad no existe una metodología madura para el desarrollo de este tipo de patrones.

La Comisión Nacional de Energía Atómica (CNEA) impulsa dos proyectos íntimamente relacionados: la construcción del reactor nuclear de investigación multipropósito RA-10 en el Centro Atómico Ezeiza (CAE) que entre sus funciones principales se encuentra la de proveer haces de neutrones térmicos y fríos para aplicaciones en ciencia y tecnología. El proyecto “Laboratorio Argentino de Haces de Neutrones” (LAHN) [14], tiene el fin de montar una instalación experimental de gran escala única en la región, que instrumente los haces de neutrones producidos por el RA-10. Entre los instrumen-

tos de la suite LAHN se encuentra ASTOR (Advanced System for TOMography and Radiography) un instrumento de radiografía y tomografía con neutrones, que será el primer instrumento de imágenes de clase mundial de Argentina y Latinoamérica (ver Figura 1.2). ASTOR permitirá obtener imágenes 2D y 3D (mediante reconstrucciones tomográficas) de piezas o partes de piezas de tamaño pequeño y mediano. Este instrumento tendrá la posibilidad de modificar su resolución espacial debido a cambios de flujo, campo visual y contraste para abordar diversos tipos de aplicaciones, por lo que será útil los patrones que permitan determinar la resolución espacial efectiva en cada caso.



**Figura 1.2:** Esquema del instrumento de imágenes por neutrones del Laboratorio Argentino de Haces de Neutrones LAHN.

### 1.3. Antecedentes

Unos de los patrones más utilizados para la determinación de la resolución espacial en dos dimensiones es lo que se conoce como la estrella Siemens, ya que permite medir la resolución espacial en todas las direcciones del plano de la imagen. En 2007 Grünzweig et al [15] desarrollaron dispositivos uno con el patron estrella Siemens para medir la resolución espacial del instrumento ICON (Imaging with Cold Neutrons) en el rango de 40 a 500  $\mu m$  y el otro con el patron cuadrado tipo grillas para evaluar distorsiones en el sistema de detección. La fabricación de estos dispositivos se realizó mediante técnicas de microfabricación (tecnología MEMS) y utilizaron como material absorbente de neutrones el Gadolinio metálico depositado mediante la técnica de sputtering (Cr/Gd/Cr) al sustrato de oblea de cuarzo ( $SiO_2$ ). El desarrollo de patrones basados en Gd les permitió realizar una caracterización rápida y semi-cuantitativa del

sistema de detección del instrumento.

En 2015 Trtik et al [8] desarrollaron un patrón mejorado de la estrella Siemens en base a Gd para medir la resolución espacial hasta  $6 \mu m$ . Esta vez propusieron utilizar la técnicas de FIB milling (Focus Ion Beam Milling) en lugar de la fotolitografía y el ataque químico para definir el patrón de Gd en la zona de mayor resolución [12] [13].

Finalmente, en 2018 Gustschin et al [16] presentaron el desarrollo de grillas de difracción de neutrones que sirven para realizar la técnica de interferometría de neutrones por rendijas (nGI, por sus siglas en inglés) [17]. Si bien éstos no son patrones para medir resolución espacial, son dispositivos de alto contraste neutrónico y las dimensiones de trabajo se encuentran dentro del rango de interés de  $\sim 6 \mu m$ . Este trabajo presenta un método alternativo de fabricación con ventajas comparativas respecto de los trabajos anteriores. El desarrollo de estos dispositivos también utiliza tecnología MEMS, pero esta vez la estrategia consiste en generar canales sobre un sustrato de silicio y rellenarlo con Gd metálico en forma de polvo como material absorbente, mediante la técnica de moldeo por suspensión de partículas.

## 1.4. Marco de trabajo

Esta tesis se enmarca dentro del Proyecto de desarrollo de instrumentos y dispositivos para el Laboratorio Argentino de Haces de Neutrones – CNEA en general, y en particular en el contexto del desarrollo de dispositivos y líneas de investigación relacionadas al diseño del instrumento de tomografía con neutrones ASTOR. El cual fue posible por medio de la beca del Instituto de Tecnología Jorge A. Sábato (CNEA-UNSAM), destinada al cumplimiento de estudios en ciencia y tecnología de materiales para optar al título de Magister. Con lugar de trabajo en el Departamento Administración Haces de Neutrones del RA-10 – GAIyANN (CAC-CNEA).

## 1.5. Objetivos

El objetivo general del trabajo es diseñar, fabricar, caracterizar y aplicar en un instrumento de imágenes por neutrones, un dispositivo de alto contraste neutrónico que permita determinar la resolución espacial entre  $\sim 5$  y  $500 \mu m$ .

El desarrollo de los patrones involucra el desafío de diseñar un patrón capaz de ofrecer un alto contraste al paso de neutrones, sobre un rango amplio de resoluciones, utilizando materiales que presenten diferencias grandes de absorción neutrónica. Para llevar adelante la propuesta, se establecieron los siguientes objetivos específicos:

1. Realizar una revisión bibliográfica acerca de la técnica de Neutron Imaging, materiales absorbentes de neutrones, determinación de la calidad de imágenes, e

instrumento ASTOR.

2. Definir los requerimientos funcionales del patrón de resolución, en base a las necesidades típicas de los instrumentos de imágenes con neutrones en general, y del instrumento ASTOR en particular.
3. Estudiar los procesos de la tecnología MEMS como fotolitografía y micro-maquinado, considerando los equipos disponibles en la sala limpia del Centro Atómico Constituyentes CAC-CNEA. Para poder definir los procesos de fotolitografía y micro-maquinado con el que se pueda obtener el grabado del diseño de los patrones sobre un sustrato y además estudiar las técnicas de depósito del material absorbente de neutrones al sustrato.
4. Proceder a la fabricación del patrón en el laboratorio de micro y nano fabricación, y caracterizarlo con las técnicas disponibles en el CAC, usando la experiencia práctica adquirida para optimizar el patrón y su proceso de fabricación.
5. Caracterizar neutrónicamente el patrón en un instrumento de imágenes por neutrones de alta resolución.
6. Utilizar el patrón para caracterizar el instrumento de imágenes por neutrones del reactor RA-6 del CAB.

## 1.6. Organización de la tesis

Esta tesis está organizada de la siguiente manera: el capítulo 2 introduce los conceptos básicos de la técnica de imágenes por neutrones, el capítulo 3 introduce las metodologías para la determinación de la resolución espacial, junto a los requerimientos que debe cumplir el dispositivo de alto contraste neutrónico, el capítulo 4 explica la estrategia de fabricación del dispositivo, el capítulo 5 muestra los resultados de su caracterización mediante ensayos de neutrografía, el capítulo 6 muestra sus aplicaciones junto a la comparación de las diferentes metodologías para la determinación de la resolución espacial y finalmente el trabajo culmina con la discusión de resultados (capítulo 7) y conclusiones (capítulo 8).

# Capítulo 2

## Neutron Imaging

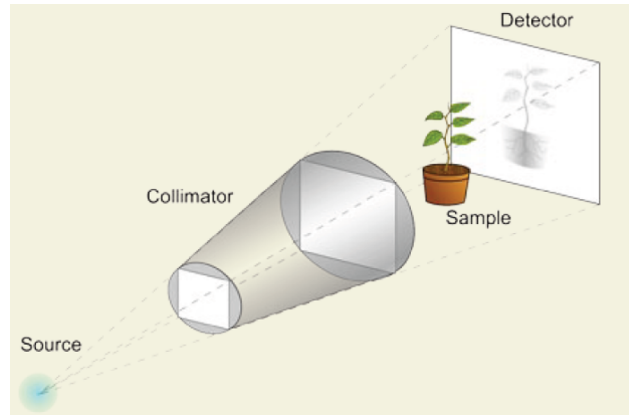
Este capítulo describe de manera resumida los principios físicos de la técnica de imágenes por neutrones o “*neutron imaging*”, incluyendo detalles técnicos de los instrumentos de imágenes por neutrones que impactan sobre la resolución espacial, proporcionando conceptos útiles para entender el presente trabajo. En particular, se detallan los requerimientos de resolución espacial del futuro instrumento de imágenes ASTOR que será instalado en el LAHN.

### 2.1. Introducción

Las técnicas basadas en la obtención de imágenes utilizando radiación, o *radiografías*, utilizan la capacidad de esa radiación de transmitirse o atravesar en mayor o menor grado una muestra o partes de la misma. La forma más difundida de radiografía, es la radiografía médica de rayos X, así como la tomografía computarizada (TC) que es una reconstrucción 3 D de imágenes radiográficas. Las radiografías por neutrones o *neutrografías* se utilizan en I+D (Investigación y desarrollo), y poseen el mismo principio de funcionamiento que las técnicas de rayos X, pero con algunas particularidades por la diferente interacción de los neutrones y rayos X con la materia.

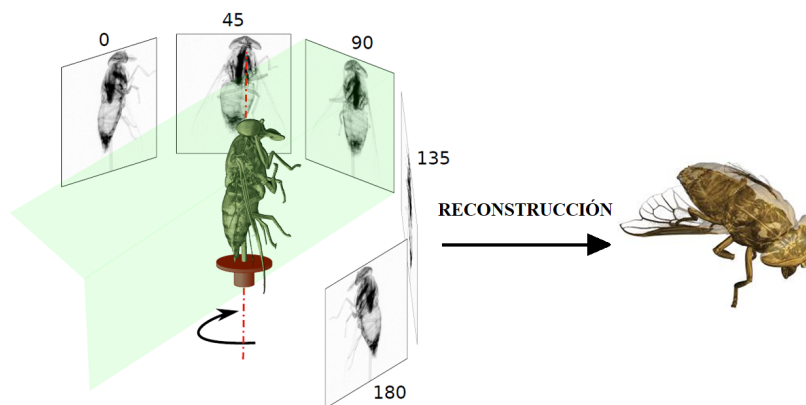
La proyección de un haz colimado de radiación incidente, luego de atravesar la muestra, queda impreso por algún método químico o electrónico/digital, según se ilustra en la Figura 2.1. Además de una fuente de radiación (equipo de rayos X o fuente de neutrones), se precisa un colimador a través del cual se forman haces paralelos antes de llegar al objeto. El detector detrás de la muestra proporciona una imagen bi-dimensional de la radiación que el objeto o muestra habrá atenuado en mayor o menor grado. La información sobre las características internas o las estructuras de la muestra se puede obtener de esta manera sin destruirla en el proceso. En todos los casos se aprovecha algún tipo de interacción de la radiación con la materia, que permita convertir la incidencia de la radiación incidente en un registro más o menos permanente

que pueda ser luego almacenado físicamente o en forma de registro digital.



**Figura 2.1:** El principio del sistema de radiografía: un detector de superficie fijado detrás de la muestra se registra la radiación emitida por la fuente, revelando así el efecto de la radiación atenuada dentro de la muestra.

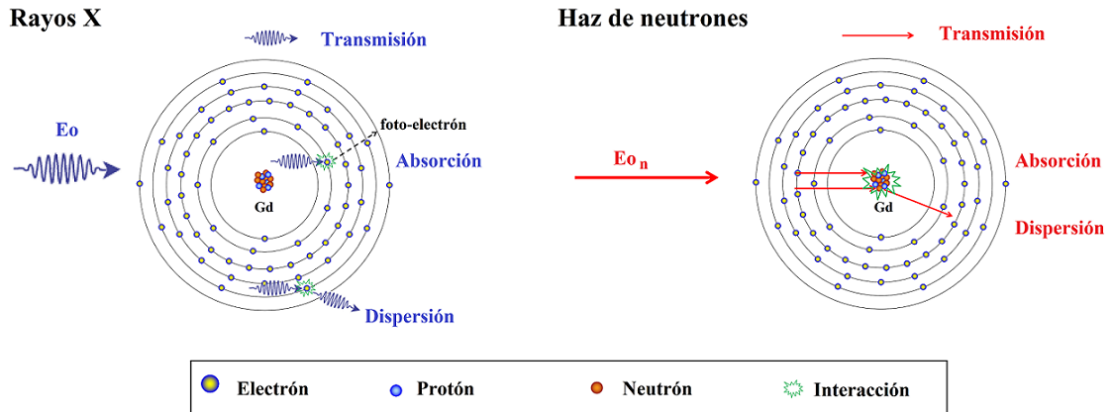
La técnica de tomografía realiza una reconstrucción digital de un cuerpo tridimensional a partir de un cierto número de radiografías, que proveen proyecciones bidimensionales a diferentes ángulos entre  $0^\circ$  y  $180^\circ$ , mediante el post-procesamiento matemático complejo de las imágenes obtenidas, ver Figura 2.2. La diferencia principal consiste entre la tomografía de rayos X y la de neutrones es que en ésta última no es posible hacer rotar la fuente alrededor del objeto, como ocurre con los rayos x en la tomografía medicinal. Por esto el haz de neutrones y el detector permanecen fijos y se hace rotar el objeto.



**Figura 2.2:** El principio del sistema de tomografía. Copyright:E. Lehmann, PSI, Suiza

Los neutrones interactúan con la materia de manera diferente que los rayos X, por lo tanto, las radiografías basadas en neutrones son complementarias a las basadas en rayos X. Los neutrones son partículas sin carga, pero tienen un momento magnético [18] y son atenuados débilmente por muchos metales comunes pero interactúan fuertemente con algunos elementos ligeros [19] [20]. En la Figura 2.3, se compara esquemáticamente la interacción de un haz de rayos X y un haz de neutrones con un átomo. Los rayos X

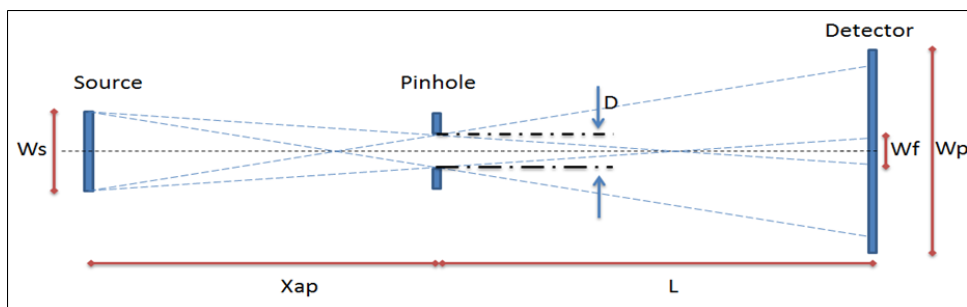
interactúan con los electrones de la capa electrónica del átomo a diferencia del haz de neutrones que interactúa directamente con el núcleo del átomo.



**Figura 2.3:** Interacción de los rayos X (izq.) o haces de neutrones (der.) con un átomo (Ej.: Átomo de Gd).

## 2.2. Principio de funcionamiento

La óptica neutrónica de un instrumento convencional de radiografía de neutrones es relativamente simple. Se trata de observar con un detector 2D, la mayor parte de una fuente de neutrones, a través de un iris (pinhole). El diámetro del iris y la distancia desde este al detector, definen el grado de colimación del haz y el tamaño del área máxima iluminada. La Figura 2.4 permite ver los parámetros geométricos básicos involucrados.



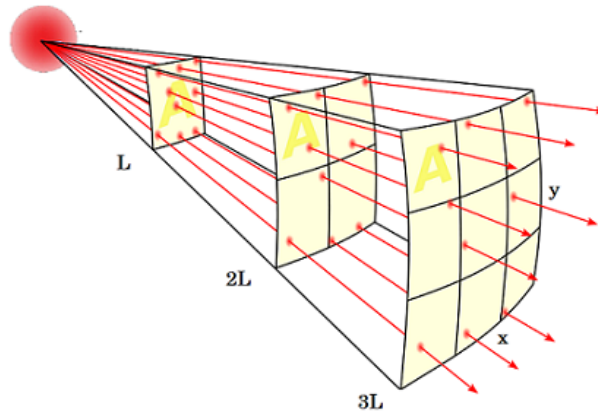
**Figura 2.4:** Esquema que indica los parámetros de un sistema de radiografía.

La divergencia del haz está definida por el diámetro  $D$  y la distancia  $L$  desde éste a la pantalla detectora. El valor del cociente  $(L/D)$  es uno de los parámetros principales que se utilizan para describir un instrumento de NI, ya que su valor establece el grado de colimación del haz. Se busca que los neutrones alcancen el detector definiendo un haz con la menor divergencia posible, lo que equivale a valores grandes de  $L/D$ . El grado de colimación o  $L/D$  incide directamente en la resolución espacial intrínseca que

es posible lograr con un instrumento. Esa resolución dependerá en buena parte de la distancia entre la muestra y el detector. Si esa distancia es  $l$ , la resolución espacial intrínseca  $d$  estará dada por:

$$d = \frac{l}{L/D} \quad (2.1)$$

Un haz bien colimado (baja divergencia) es un requisito importante para lograr alta resolución espacial. Sin embargo, una alta colimación resulta en una reducción del flujo incidente sobre el detector, que cae con la ley de la inversa del cuadrado de la distancia.



**Figura 2.5:** Ley inversa del cuadrado

Por esto, al aumentar la relación de colimación el flujo disminuye en forma cuadrática con  $L/D$ , lo que requerirá un tiempo mayor de exposición del objeto a la radiación.

El área de máxima iluminación es el área del detector que es iluminada por todos los puntos de la fuente, y está representada como ( $W_f$ ) en la Figura 2.4. La penumbra, es la región del detector donde la iluminación decrece desde el valor máximo hasta cero, y se extiende desde  $W_f$  hasta el extremo de la zona identificada por  $W_p$ . El campo de visión del instrumento (FOV, Field of View) [21] se define como el área útil para la adquisición de imágenes. El criterio para definirlo varía, pero en general incluye el área de máxima iluminación y parte de la penumbra.

### 2.3. Coeficientes de atenuación

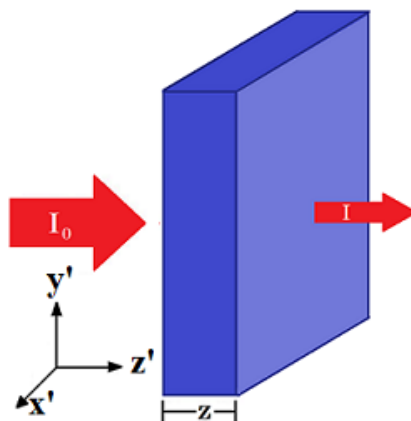
La magnitud central en la técnica de NI es la transmisión del objeto (ver Figura 2.6), y se evalúa a partir del cociente entre la señal  $I$  medida por el detector cuando el objeto se interpone en el haz, con la señal  $I_0$  registrada cuando se retira el objeto, es decir con el haz directo:

$$Tr = \frac{I}{I_0} \quad (2.2)$$

Debido a su baja probabilidad de interacción con la materia, la transmisión de un haz paralelo de neutrones (o rayos X) a través de una muestra de espesor  $z$  puede ser descrita por la Ley de Beer Lambert 2.3

$$Tr(z) = \exp^{-\Sigma z} \quad (2.3)$$

El parámetro  $\Sigma$  es el coeficiente de atenuación lineal, tiene unidades de  $cm^{-1}$ , y en principio depende la energía de los neutrones (o rayos X) incidentes. Para comparar la atenuación producida por materiales en distintos estados de agregación (gas, líquido, sólido) se define el coeficiente de atenuación másica como el cociente entre el coeficiente de atenuación y la densidad  $\Sigma/\rho$ .

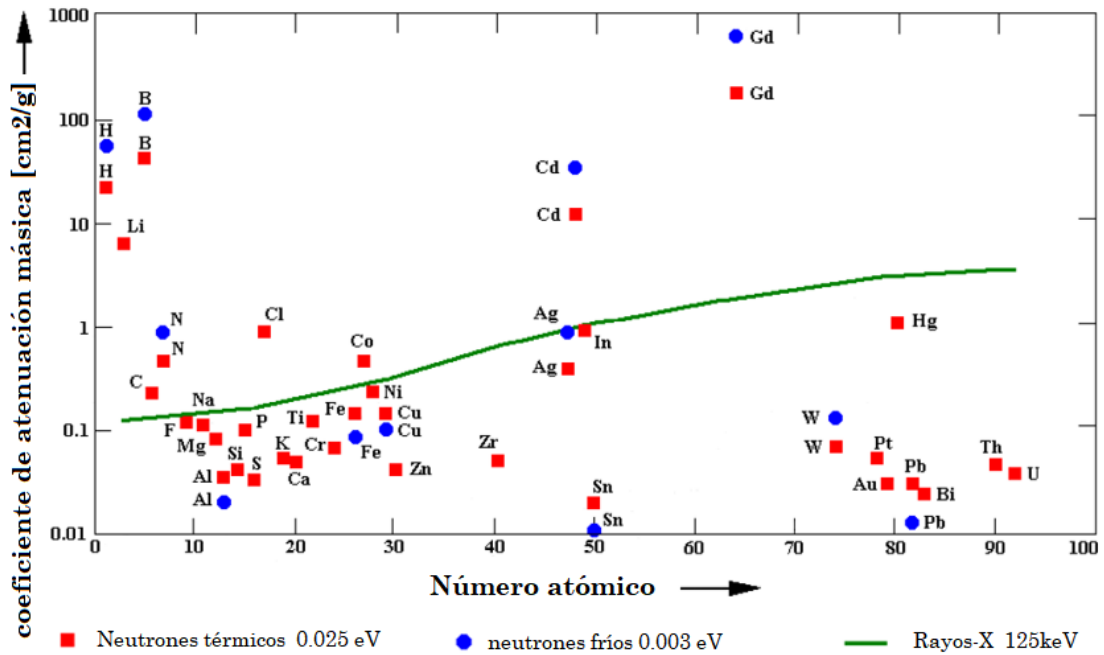


**Figura 2.6:** Representación esquemática de la Ley de Beer Lambert

La Figura 2.7 compara los coeficientes de atenuación másica de los distintos elementos químicos para neutrones térmicos, neutrones fríos, y rayos X de 125 keV. En la misma se aprecia que los neutrones no poseen una dependencia clara con el número atómico, y que varios elementos livianos (H, B, Li) atenúan fuertemente los neutrones, en tanto muchos elementos pesados (W, Pb, Bi) son relativamente transparentes a ellos. La Figura muestra además que los elementos H, B, Li, Cd y Gd poseen muy alta atenuación, por lo que podrían utilizarse para conseguir alto contraste, o como detectores de neutrones.

## 2.4. Secciones eficaces

En el campo de la física de neutrones,  $\Sigma$  es denominado sección eficaz macroscópica, ya que a partir de esta magnitud es posible definir la sección eficaz microscópica (total)  $\sigma_t$  de cada una de las unidades microscópicas que componen el material (átomos,



**Figura 2.7:** Coeficiente de atenuación másica para neutrones térmicos y fríos, y rayos X, en función del número atómico

moléculas, celda unidad de estructura cristalina, etc ) por 2.4.

$$\sigma_t = \frac{\Sigma A}{N_a \rho} \quad (2.4)$$

donde  $\rho$  es la densidad del material,  $A$  peso atómico de la unidad microscópica (átomo, molécula, etc), y  $N_a$  el número de Avogadro. La sección eficaz microscópica de scattering de un átomo puede interpretarse como el área efectiva que ofrece el núcleo del átomo a un neutrón incidente, por eso sus valores típicos son microscópicos, del orden de  $10^{-24} \text{cm}^2$ ). A ese valor se le llama barn, ( $1 \text{barn} = 10^{-24} \text{cm}^2$ ) y el símbolo con la que se representa la sección eficaz microscópica es  $\sigma_T$ .

La sección eficaz microscópica depende de la energía del neutrón, y para distintos materiales puede ser evaluada a partir de las secciones eficaces microscópicas de los átomos individuales, y el conocimiento de la estructura y dinámica microscópica del material. Como los neutrones interactúan con los núcleos, la sección eficaz es diferente para los distintos isótopos de un mismo elemento. Valores de  $\sigma_t$  para los distintos elementos químicos pueden encontrarse en tablas y bases de datos.

La sección eficaz microscópica representa la probabilidad de que un neutrón sea removido del haz incidente, al ser absorbido o dispersado por un núcleo. Cuando un neutrón es absorbido por un núcleo, el mismo puede emitir radiaciones (alfa, beta, gamma) y/o fisionarse. Por otro lado cuando un núcleo dispersa un neutrón, conserva el mismo número de protones y neutrones que tenía antes de la interacción. Para diferenciar estos dos procesos  $\sigma_T$  se escribe en términos de dos componentes, una de

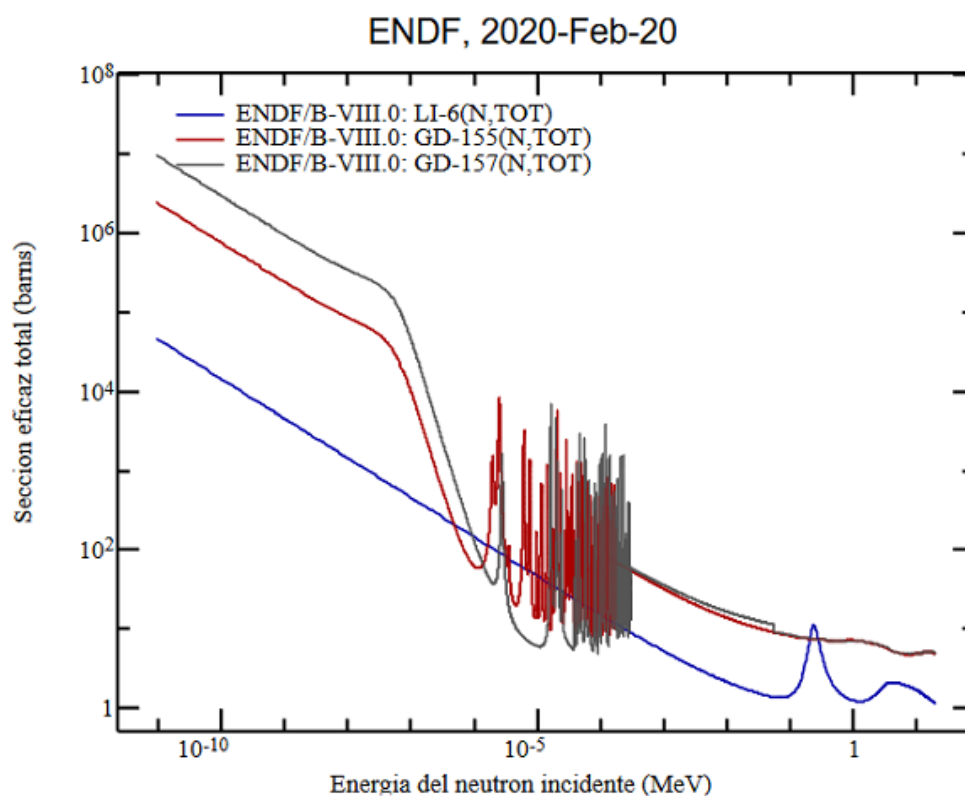
dispersión ( $\sigma_s$  scattering), y una de absorción ( $\sigma_a$ ):

$$\sigma_t = \sigma_s(E) + \sigma_a(E) \quad (2.5)$$

Para neutrones térmicos y fríos, la sección eficaz microscópica de absorción posee una dependencia simple con la energía:

$$\sigma_{abs}(E) = \sigma_{abs-th} \sqrt{\frac{E_{th}}{E}} \quad (2.6)$$

Donde  $\sigma_{abs-th}$  es la sección eficaz microscópica de absorción para neutrones incidentes con una energía de 0.025 eV, (energía correspondiente al máximo del espectro de neutrones termalizados en un moderador a temperatura ambiente). Para neutrones de energías mayores a 1 eV,  $\sigma_a$  presenta resonancias a energías bien definidas, según se observa en la Figura 2.8 para los isótopos  ${}^6\text{Li}$ ,  ${}^{155}\text{Gd}$  y  ${}^{157}\text{Gd}$  para neutrones incidentes con energías entre  $10^{-6}$  eV a 100 MeV. También es posible observar en la figura el comportamiento  $1/\sqrt{E}$  dado por la Ec. 2.6.



**Figura 2.8:** Secciones eficaces total de neutrones del isótopo  ${}^6\text{Li}$ ,  ${}^{155}\text{Gd}$  y  ${}^{157}\text{Gd}$  [22].

## 2.5. Instrumento de imágenes por neutrones

### 2.5.1. Descripción general

Las neutrografías se obtienen a partir de un instrumento que funciona bajo el principio de funcionamiento explicado en la sub-sección 2.2, donde los elementos principales para la medida de la calidad de las imágenes son la resolución espacial y la resolución temporal (limitada por la exposición y el tiempo de lectura). Ambos elementos se encuentran definidos en la práctica por tres componentes principales del instrumento: la fuente, el sistema de colimación y el sistema de detección, ilustradas esquemáticamente en la Figura 2.9, los cuales se describen a continuación.

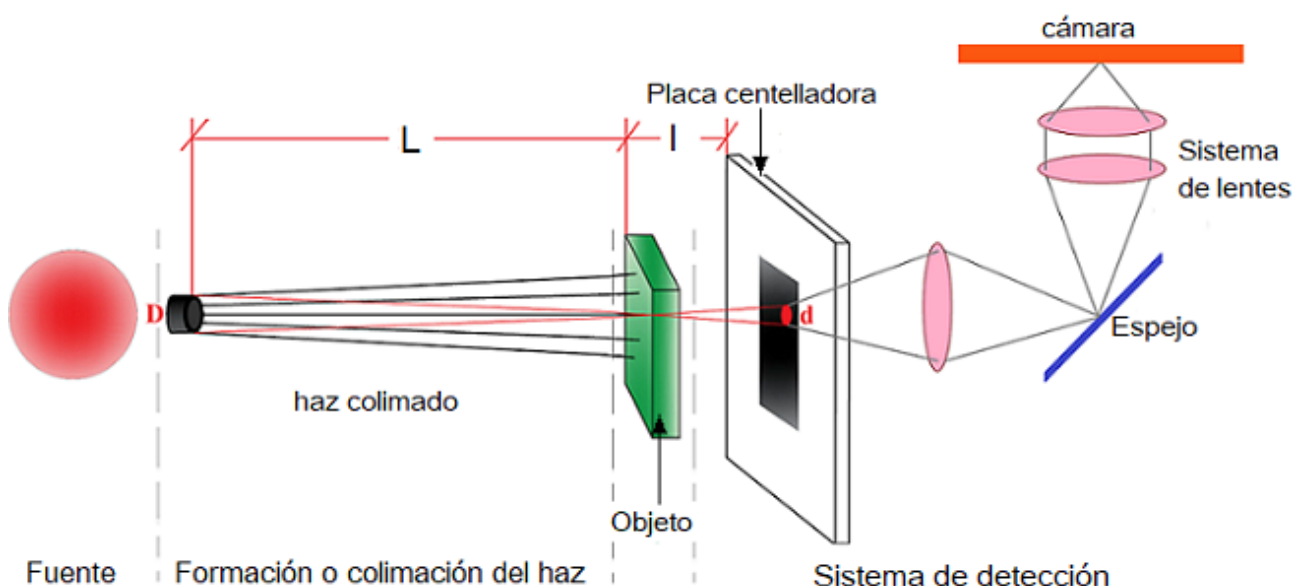


Figura 2.9: Esquema del sistema de obtención imágenes por neutrones.

### 2.5.2. La fuente

Los instrumentos de *Neutron Imaging* (NI) necesitan haces con un flujo mínimo de  $10^6 n/cm^2 s$ . Estos pueden producirse en reactores nucleares por reacciones de fisión, o en una variedad de aceleradores de protones, deuterones, electrones, mediante proceso de espalación (*spallation*) [23]; de emisión de neutrones por excitación fotonucleares [24], o por reacciones nucleares con energías de umbral relativamente bajas, por ejemplo:  $^2H + ^2H \rightarrow ^3He + ^1n (+3,26MeV)$ ,  $^2H + ^3H \rightarrow ^4He + ^1n (+17,6MeV)$  [25].

Aproximadamente el 80 % de los instrumentos de NI del mundo se encuentran ubicadas en reactores nucleares de investigación [26] [27]. Existen además unos pocos instrumentos de NI en fuentes pulsadas de espalación que permiten implementar técnicas de contraste basadas en la discriminación de la energía de los neutrones por la

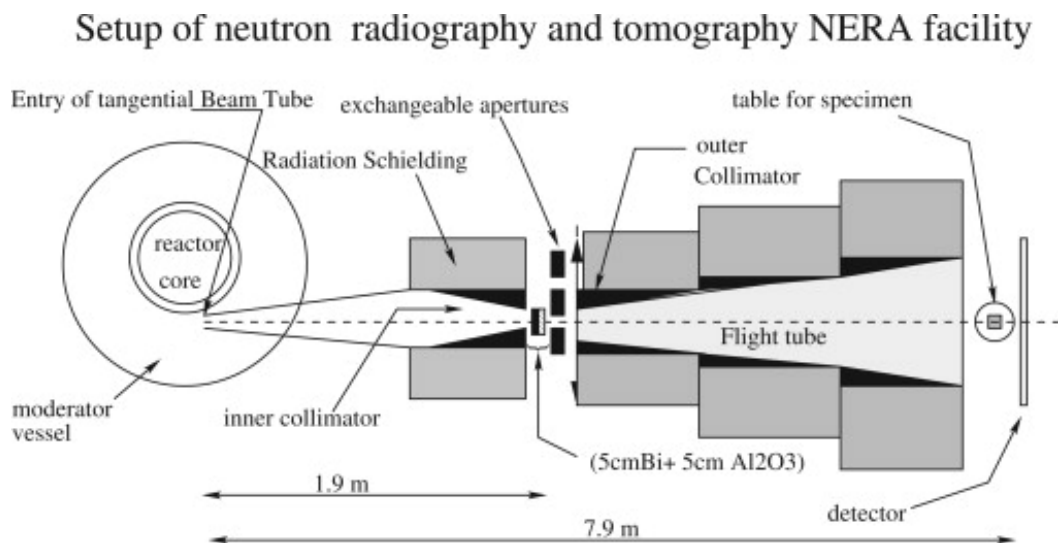
técnica de tiempo de vuelo *spallation*, como por ejemplo en ISIS (Reino Unido), SNS (EEUU), y J-Parc (Japón).

Los reactores producen neutrones a partir del proceso de fisión nuclear, una reacción física mediante el cual se parte el núcleo de un átomo. Después de la fisión del núcleo atómico se obtienen dos fragmentos con una masa casi igual a la mitad de la masa original más dos o tres neutrones de alta energía (MeVs). Los neutrones producidos en la fisión interactúan con otros núcleos provocando una reacción en cadena. Para utilizarlos como herramienta de caracterización, los neutrones producidos en la fisión deben ser moderados (hasta energías de meV), extraídos del moderador y colimados en forma de haces ( $< 1$  grado), y transportados hacia el instrumento.

Los instrumentos de imágenes utilizan generalmente neutrones térmicos (alrededor de 25 meV) o fríos (alrededor de 3 meV), ya que en estos rangos de energía se obtiene buen contraste en la mayoría de los materiales de interés.

### 2.5.3. Sistema de colimación

Como se describió en la sección 2.2 en la mayoría de los instrumentos las imágenes se producen a partir de una abertura pequeña que debe ver toda la extensión de la fuente, y al mismo tiempo evitar el ingreso de neutrones que provengan de otras direcciones. Esto se consigue por medio de colimadores, que definen simultáneamente el tamaño de la abertura (D), y el área efectiva de la fuente que ilumina al sistema de detección. Estos son usualmente componentes masivos con una geometría convergente divergente como la que se muestra en la Figura 2.10 [28].



**Figura 2.10:** Configuración del colimador de la facilidad NERA para radiografía y tomografía.

### 2.5.4. Sistema de detección

El sistema de detección tiene influencia directa en la resolución real del instrumento, por este motivo se realizan constantes esfuerzos para conseguir mayor eficiencia, resolución espacial y temporal, rango dinámico y linealidad de la señal registrada con el flujo incidente de neutrones [8]. En este caso, se va a analizar un sistema de detección digital (ver Figura 2.9) compuesto por una placa centelladora, un espejo y una cámara digital, ya que este es uno de los sistemas más utilizados en la actualidad.

#### Placa centelladora

Los neutrones son partículas sin carga y por lo tanto, no pueden causar ionización directa. El proceso de detección de neutrones ocurre a través de reacciones nucleares, basadas en absorción, dispersión o fisión. La Tabla 2.1 proporciona un resumen de las reacciones dentro de los materiales adecuados para los procesos de detección de neutrones. Donde  $ICe^-$  son los electrones de conversión interna y  $\gamma's$  son los gammas rápidos con un rango de energía entre los 79,5 y 6750,1 keV

Reacción	Producto de la reacción
${}^3He + {}^1n$	$\implies {}^3He + {}^1p + 0,77MeV$
${}^6Li + {}^1n$	$\implies {}^3H + {}^4He + 4,79MeV$
${}^{10}B + {}^1n$	$\implies {}^7Li + {}^4He + 2,78MeV(7\%)$ $\implies {}^7Li^* + {}^4He + 2,30MeV(93\%)$
${}^{155}Gd + {}^1n$	$\implies {}^{156}Gd + \gamma's + ICe^- + 7,9MeV$
${}^{157}Gd + {}^1n$	$\implies {}^{158}Gd + \gamma's + ICe^- + 8,5MeV$

**Tabla 2.1:** Reacciones de elementos absorbentes de neutrones y un neutrón

El método de centelleo para la detección de neutrones, se basa en la absorción de neutrones por núcleos con altas secciones eficaces y el registro de la luz (centelleo), que emite el material en que están inmersos estos núcleos en respuesta a la radiación secundaria generada (gammas o partículas cargadas). En la actualidad los centelladores más utilizados para la detección de neutrones se basan en Li y en Gd.

Los centelladores basados en Li utilizan Li enriquecido en  ${}^6Li$ . Este isótopo ofrece una alta sección eficaz de absorción, según se observa en la Figura 2.8 ( $\sigma_a=940$  barn). Los centelladores cerámicos ( $ZnS(Ag)/{}^6LiF$ ), dopados con Ag como activador, ofrecen un mejor rechazo a los rayos gamma porque tienen una salida de luz mayor que cualquier otro centellador [29].

Los centelladores en base a oxisulfuro de Gadolinio (comúnmente denominado GADOX) originalmente utilizados para imágenes de rayos-X han comenzado a utilizarse hace alrededor de 10 años [19]. El gadolinio tiene mayor sección eficaz absorción que el litio, lo que permite producir placas centelladoras más delgadas, permitiendo una mayor resolución espacial, en particular cuando se usan neutrones fríos (por ejemplo, el GadOx P43 varía de 7 a 20  $\mu\text{m}$  de espesor).

### Espejo - cámara

El conjunto centellador-espejo-cámara se encuentran en una caja hermética al ingreso de la luz. La luz emitida por la placa centelladora incide sobre el espejo, que refleja la imagen en un ángulo de 90 grados, hacia un sistema óptico que la proyecta en una cámara digital. Esto se realiza para evitar la irradiación de los componentes electrónicos en el haz directo de neutrones (y gamma). El acople de la placa centelladora con la cámara digital (sCCD o sCMOS [30], [31]) es excelente en cuanto a rango dinámico y relación señal-ruido. La óptica que proyecta la imagen en la cámara debe adaptarse en función del tamaño del campo visual de interés de cada estudio.

El estudio de objetos con tamaños (campos visuales) muy diferente puede requerir el uso de distintos sistemas de detección, con combinaciones de centelladores y cámaras optimizadas para cada aplicación. La Figura 2.11 brinda detalles de los distintos sistemas de detección implementados en Neutron Imaging Group de PSI [6], desde el sistema MAXI para objetos grandes (hasta 40 cm FOV), hasta hasta el neutron-Microscope (5–10 mm FOV).

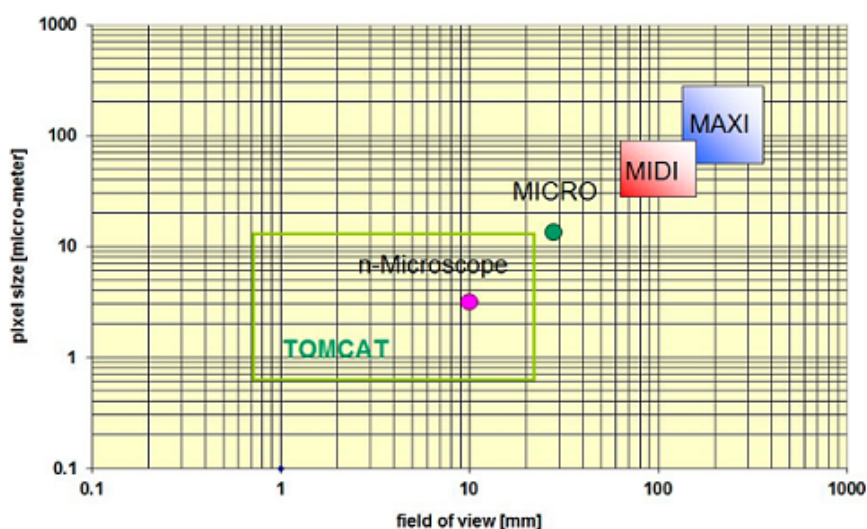


Figura 2.11: Tamaño de pixel en función del FOV, para el sistema de una cámara.

## 2.6. Instrumento ASTOR

ASTOR, el instrumento que de imágenes ue será instalado en el Laboratorio Argentino de Haces de Neutrones en el Centro Atómico Ezeiza, usará un haz de neutrones fríos del reactor de investigación multipropósito RA-10, de 30 MW de potencia. Los neutrones producidos serán moderados mediante una fuente fría (deuterio líquido), proporcionando neutrones fríos. ASTOR está diseñado para tener varias opciones de colimación del haz, para permitir a los usuarios elegir entre opciones de alto flujo/baja resolución y bajo flujo/alta resolución. La Tabla 2.2 muestran los principales parámetros de diseño para ASTOR, el cálculo de su respectiva resolución intrínseca (a partir de la ecuación 2.1 ) y los resultados de la simulación del flujo de neutrones y FOV para obtener distintas opciones de colimación [32].

L/D	L[cm]	D[cm]	FOV[ $cm^2$ ]	Flujo [ $n/cm^2s$ ]	$d_{10cm}[\mu m]$	$d_{1cm}[\mu m]$
194	660	3.4	13x13	$2 \times 10^8$	515	52
475	570	1.2	12x12	$3 \times 10^7$	211	21
950	570	0.6	12x12	$7 \times 10^6$	105	11
:						
:						
400	1360	3.4	23x23	$4 \times 10^7$	250	25
1058	1270	1.2	25x25	$6 \times 10^6$	95	9
2116	1270	0.6	27x27	$1 \times 10^6$	47	5

**Tabla 2.2:** Parámetros de diseño principales para ASTOR en la posición de irradiación primera y lejana, incluyendo L, D, flujo de neutrones, campo de visión (FOV) y resolución espacial intrínseca esperada ( $d_l$ ) donde la distancia entre el centellador y objeto es 'l'.

# Capítulo 3

## Patrón de alto contraste neutrónico

*“No venderé el futuro para obtener ganancias a corto plazo.”*

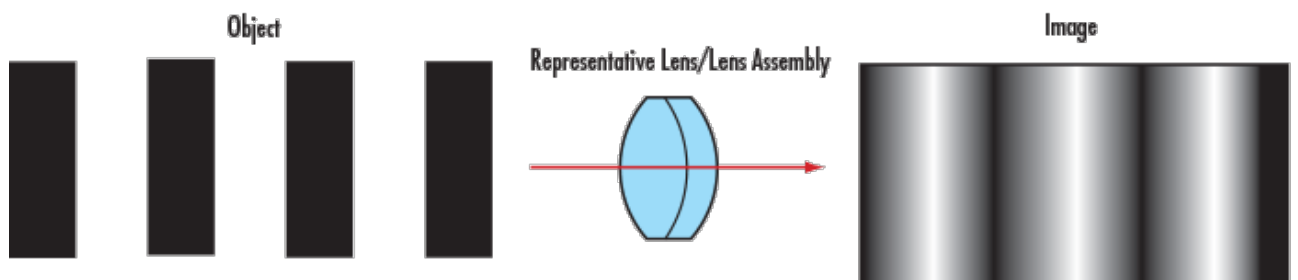
— Werner Von Siemens

Este capítulo introduce los parámetros principales que definen la calidad de una imagen (resolución y contraste), y describe los distintos patrones que se utilizan en la industria fotográfica para caracterizar los sistemas de imágenes ópticas, con el fin de elegir los más adecuados para el diseño de un dispositivo de alto contraste neutrónico capaz de medir la resolución de instrumentos de imágenes por neutrones.

### 3.1. Calidad de una imagen

La imagen de un objeto nunca es una representación perfecta del mismo. Por ejemplo, la figura debajo representa la imagen de un patrón de barras negras y blancas perfectas producidas por un sistema de imágenes con baja calidad. Los límites entre las zonas negras y blancas se borronan, dando origen a una variedad de intensidades.

Para describir el desempeño de un sistema de imágenes se debe definir dos parámetros importantes: la resolución y el contraste.

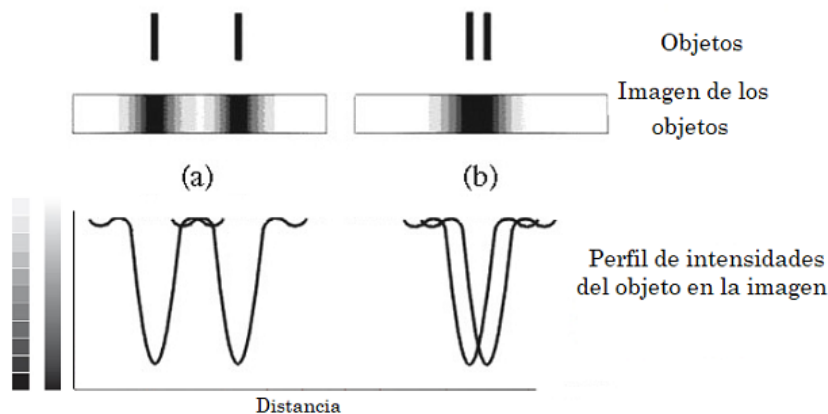


**Figura 3.1:** Arreglo perfecto de barras antes (izquierda) y después (derecha) de pasar por un sistema de imágenes de baja resolución.

### 3.1.1. Resolución espacial efectiva

La resolución espacial es la máxima capacidad de distinguir entre objetos o partes de un objeto que puede ser resuelto por un sistema de imágenes.

La resolución espacial es una cantidad escalar y puede expresarse en términos de pares de línea por unidad de longitud, o en términos de la distancia mínima entre líneas. Así, tiene unidades de frecuencia espacial (ej: pares de líneas por mm) o de longitud (ej:  $\mu\text{m}$ ). La resolución espacial puede depender de la dirección del arreglo de líneas, por lo que puede definirse una resolución espacial vertical u horizontal de manera independiente, o en cualquier dirección en el plano de la imagen. A modo de ejemplo en la parte superior de la Figura 3.2 se muestran dos pares de líneas (a) y (b), separados por distancias diferentes. Debajo de cada par se muestran las correspondientes imágenes que produciría un sistema de imágenes, y debajo de éstas, los perfiles lineales de intensidades. En el caso (a) la separación de los dos objetos es tal que los mismos se distinguen claramente en la imagen, y el perfil presenta dos valles separados, correspondientes a cada elemento del par. Es decir, el sistema de imágenes logra resolver la separación de los objetos. En el caso (b) en cambio, la distancia entre los dos objetos es menor que en el caso anterior, y el sistema no llega a separar los dos elementos, y el perfil de intensidades presenta un solo valle. De esta forma, definimos la resolución espacial efectiva del sistema de imágenes como la mínima distancia entre dos objetos que se logra distinguir en las imágenes de manera confiable.



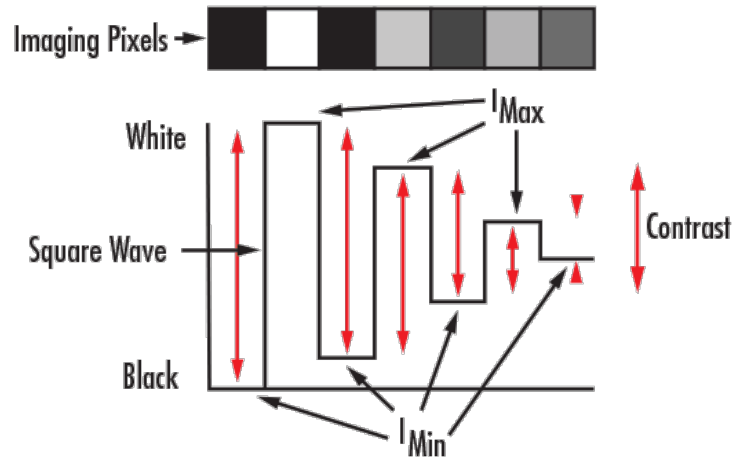
**Figura 3.2:** Concepto de resolución espacial efectiva de una imagen.

### 3.1.2. Concepto de contraste

El contraste es una cantidad relativa y es el segundo parámetro que cuantifica la calidad de una imagen. De manera general se puede decir que a mayor contraste entre un objeto y el fondo, mayor será visibilidad del mismo y la capacidad de resolverlo.

Consideremos un arreglo de barras de distintos niveles de grises, y normalicemos su intensidad asignando un valor máximo a las barras blancas y un valor mínimo a

las barras negras, según se observa en la Figura 3.3. El perfil de intensidad asociado corresponderá a una onda cuadrada, que cambia en amplitud según el nivel de gris de las barras.

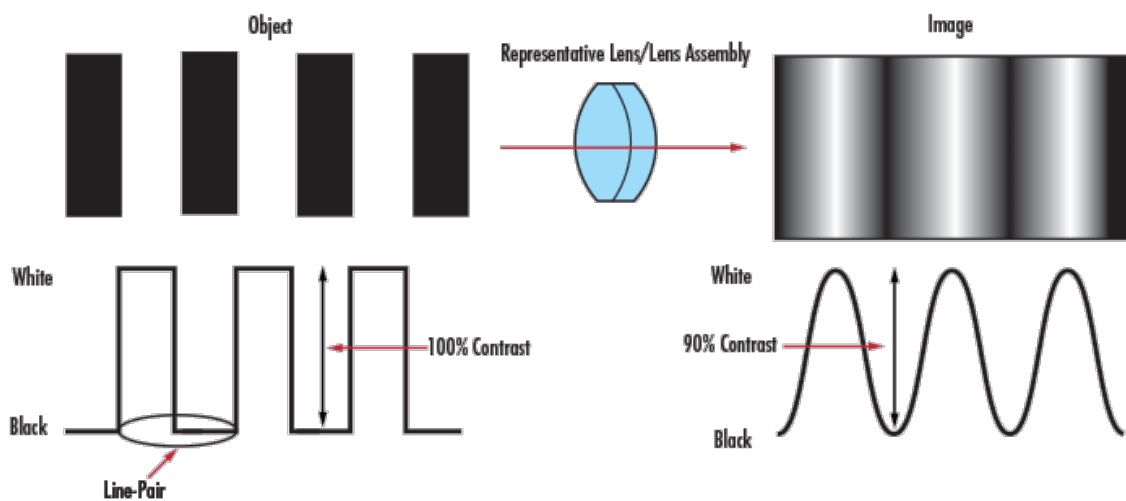


**Figura 3.3:** Definición de contraste para una onda cuadrada.

El contraste se define matemáticamente por:

$$C = \frac{I_{max} - I_{min}}{I_{max} + I_{min}} \quad (3.1)$$

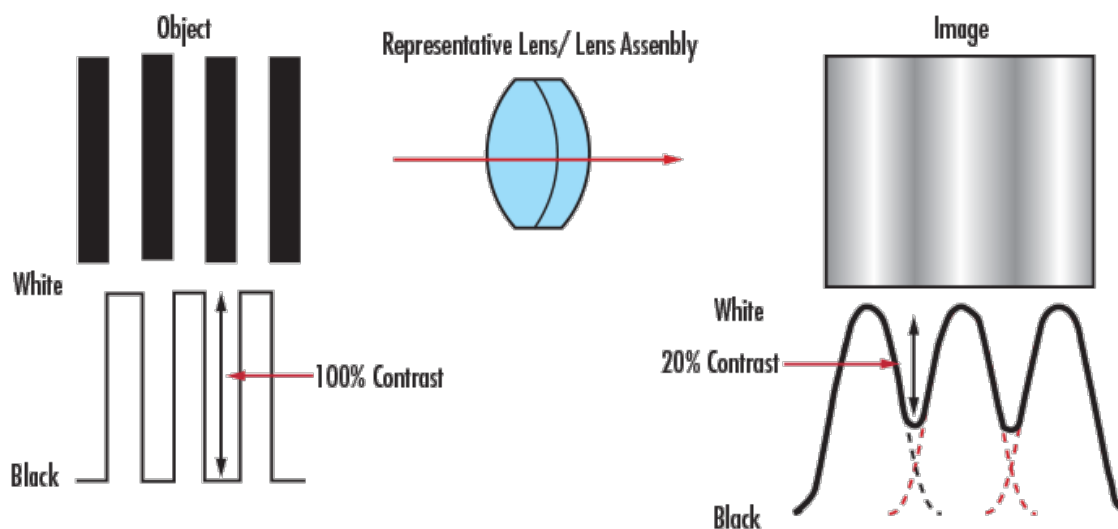
Aplicando este concepto al ejemplo de la Figura 3.1, podemos comparar los perfiles de intensidad del arreglo de barras antes y después de pasar por el sistema de imágenes. El contraste o modulación puede definirse como la capacidad del sistema de transferir las intensidades máxima y mínima del arreglo de barras del plano del objeto al plano de la imagen.



**Figura 3.4:** Contraste de un arreglo de barras.

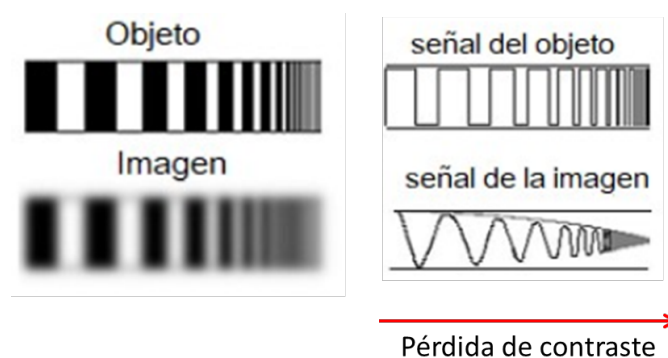
Para entender la relación entre contraste y calidad de imagen, consideremos que usamos el mismo sistema de imágenes para producir una imagen de un arreglo de

barras menos separadas, es decir con una mayor frecuencia de pares de líneas. La Figura 3.5 muestra que al aumentar la frecuencia de líneas, disminuye el contraste de la imagen.



**Figura 3.5:** Comparación del contraste en el plano del objeto y en el plano de la imagen.

Este efecto está siempre presente cuando observamos patrones de línea con distinta frecuencia espacial y con un sistema de resolución espacial fija. Como se observa en la Figura 3.6, a medida que disminuye el espaciado entre líneas del objeto (es decir, aumenta la frecuencia), resulta cada vez más difícil para el sistema transferir en forma eficiente el contraste. Es decir, para que la imagen aparezca bien definida, el negro debe ser realmente negro y el blanco realmente blanco, con una mínima cantidad de gris entre ellos.



**Figura 3.6:** Degradación del contraste con la reducción de la distancia entre líneas.

No se debe confundir este efecto del sistema completo de imágenes, con la capacidad de un sensor de representar el contraste, especificado en términos de bits (8, 12, 16, 20, 32, etc) en sensores digitales, y en términos de decibeles en sensores analógicos.

### 3.1.3. Función de Transferencia de Modulación

La Función de Transferencia de Modulación (MTF) es una herramienta utilizada por diseñadores para comparar el desempeño de distintos sistemas de imágenes, incorporando la resolución y el contraste en un solo parámetro. La MTF es una medida de la capacidad de un sistema de transferir el contraste del plano del objeto al plano de la imagen para una dada resolución.

Formalmente, la MTF se define como el módulo de la transformada de Fourier bi-dimensional de la imagen que produce el sistema de una fuente puntual (referida usualmente como PSF, por Point Spread Function). Así, la MTF es una función que describe la capacidad del sistema para transmitir el contraste para distintas frecuencias espaciales, según se observa en las Figura 3.7-(a), correspondiente a un sistema optimizado ideal con una pupila circular, limitado sólo por efectos de difracción. La MTF fue producida a partir de la transformada de Fourier de la imagen 3.7-(b), correspondiente a una fuente puntual. La MTF decrece de forma gradual con la frecuencia espacial, hasta que alcanza el límite dado por la difracción para aproximadamente 500 ciclos por mm, o un período de  $2\ \mu\text{m}$ , que podría considerarse la resolución espacial del sistema. De esta forma, la MTF abre la posibilidad de definir la resolución del sistema en el espacio de frecuencia espacial, es decir el espacio recíproco de la longitud. Por otro lado, la imagen en 3.7-(c) corresponde a un patrón que permite establecer esta la resolución en forma directa sin necesidad de una fuente puntual.

Las figuras 3.7-(d), (e) y (f) muestran para el mismo sistema de imágenes el efecto de un mal enfocado sobre la MTF, la imagen de la fuente puntual, y la imagen del patrón, respectivamente. En las imágenes se aprecia que la resolución es ahora de  $4\ \mu\text{m}$ , que se refleja en la MTF en cero contraste para  $\sim 250$  ciclos por mm.

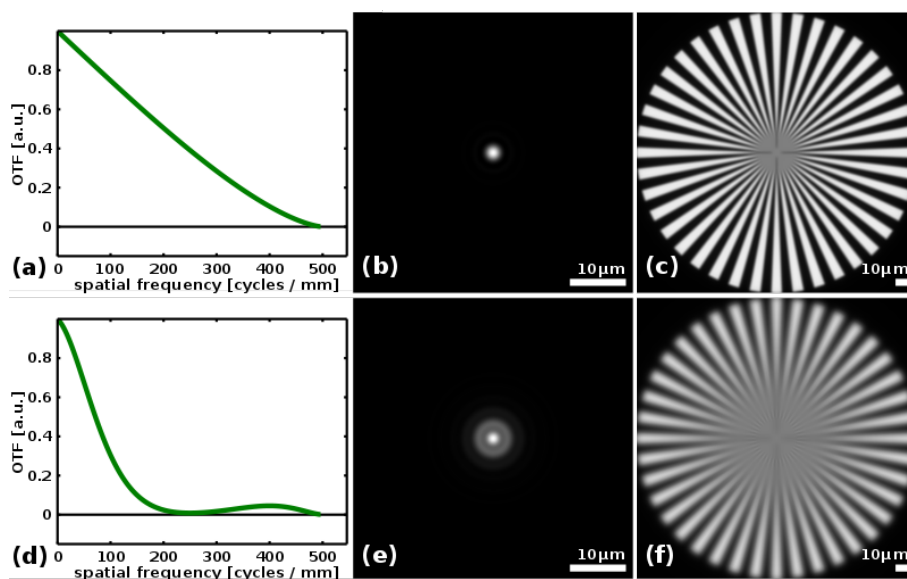
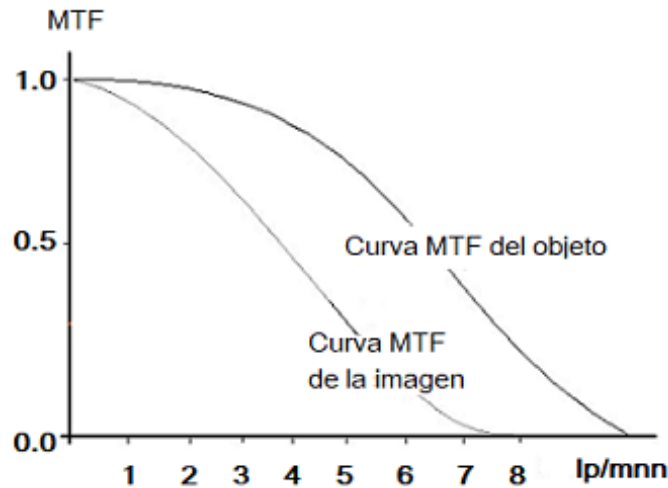


Figura 3.7: Degradación del contraste con la reducción de la distancia entre líneas.

Como experimentalmente muchas veces no es eficiente o posible tomar la imagen de una fuente puntual aisladas, la MTF medida en la práctica corresponde al cociente de la MTF de la imagen en el plano del objeto, con la MTF de la imagen producida por el sistema, según se muestra en la Figura 3.8.



**Figura 3.8:** Función de transferencia de modulación, representación gráfica.

Resulta más práctico utilizar funciones de transferencia normalizadas dada por la ecuación 3.2 de modo que la MTF igual a 1 indica que el sistema de imagen transfiere la amplitud completa, mientras que un valor de MTF de 0 indica que no se transfiere ninguna señal. Por lo tanto, la MTF es un número entre 0 y 1 ó entre 0 y 100 %.

$$MTF = \frac{C}{C_0} \quad (3.2)$$

Donde  $C_0$  es la modulación o contraste de una señal del objeto y  $C$  el cambio en la señal a través del sistema de imágenes.

### 3.1.4. Calidad de imagen en *Neutron imaging*

Los factores considerados para alcanzar una alta resolución y un buen contraste en las imágenes por neutrones son muchos. Entre ellos podemos destacar: la homogeneidad y tamaño de la fuente, la relación de colimación, la eficiencia de la placa centelladora, el rango dinámico y la relación señal/ruido del sistema de detección, la óptica entre el centellador y la cámara, el número y tamaño de los píxeles, así como problemas de alineación y/o manufactura del sistema en su conjunto [8] [33] [34] [35].

Por estos a través de los múltiples aspectos mencionados, cada uno de los componentes del instrumento tiene influencia sobre la calidad de la imagen final, y es entonces muy difícil en la práctica calcular la resolución espacial real del sistema por lo que en efecto, debe ser determinada experimentalmente. Como veremos en la sección siguiente,

la forma más efectiva para la determinación de la resolución espacial real del sistema es por medio de patrones diseñados específicamente para este fin. Sin embargo, vale mencionar que la resolución intrínseca dada por la Ecuación 2.1 resulta muy útil para conocer la resolución espacial máxima que puede alcanzar el instrumento. Por ejemplo, sabemos que la resolución de un sistema de imágenes digital no está solo determinada por la óptica, sino también por el número de píxeles, o más exactamente por la separación entre ellos. De acuerdo al teorema de muestreo de Nyquist y Shanon, para ajustarse a la resolución óptica del sistema, los píxeles deben estar separados por una distancia igual a la mitad de la resolución óptica del sistema, por lo que el valor de la resolución intrínseca nos permitirá definir el tamaño de pixel y/o la óptica que proyecte los fotones reflejados por el espejo en la cámara digital.

### 3.2. Determinación experimental de la resolución espacial y el contraste

La evaluación de la calidad de imagen a partir de patrones es común para cámaras fotográficas debido a la alta demanda de estos equipos. En fotografía está muy extendida la medición de la resolución espacial y otros parámetros ópticos por medio de software comercial que implementa normas internacionales y patrones estándar. Dichos software analizan las imágenes tomadas de una cartilla que incluye diversos patrones en las distintas zonas del campo visual del equipo, e implementan diversos métodos para la determinación de la resolución de forma automática o semi-automática, por medio de la evaluación de la MTF. La norma más utilizada para cámaras fotográficas electrónicas que producen imágenes fijas es la norma ISO 12233 [36], un ejemplo de una cartilla basada en esta norma [12] se ilustra en la Figura 3.9.

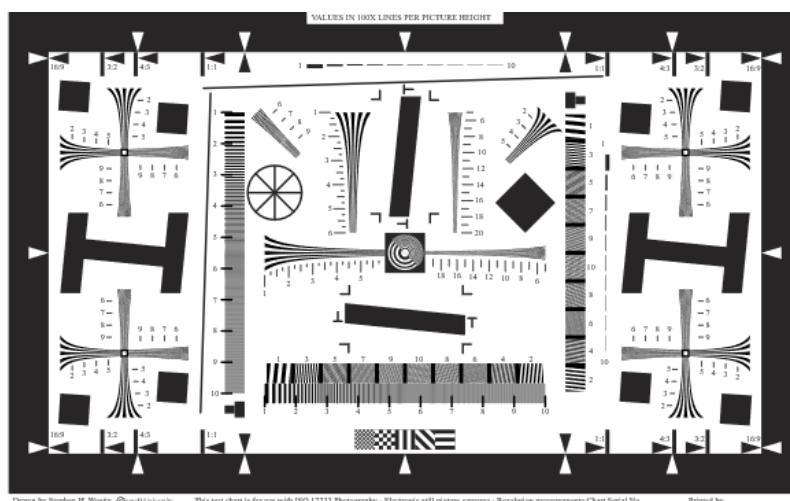


Figura 3.9: Cartilla basada en la norma ISO 12233:2000 para medir resolución.

A continuación se presentan los patrones más utilizados para la determinación de la resolución:

### 3.2.1. Patrón de barras

Este patrón ha sido definido originalmente en 1951 por la norma MIL-STD-150A USAF (US Air Force), y se ha utilizado con frecuencia para realizar pruebas de resolución óptica en microscopía. El patrón está formado por varios grupos, con cada grupo conteniendo 6 elementos, y cada elemento consta de tres barras (ver Figura 3.10). La separación de estos elementos está definida por una serie de pasos logarítmicos estandarizados en el rango de frecuencia espacial de 0.250 a 912.3 de pares de líneas por milímetro (lp/mm). La resolución se obtiene identificando el elemento más pequeño que puede ser resuelto por el sistema, y la resolución se obtiene a partir de la siguiente ecuación:

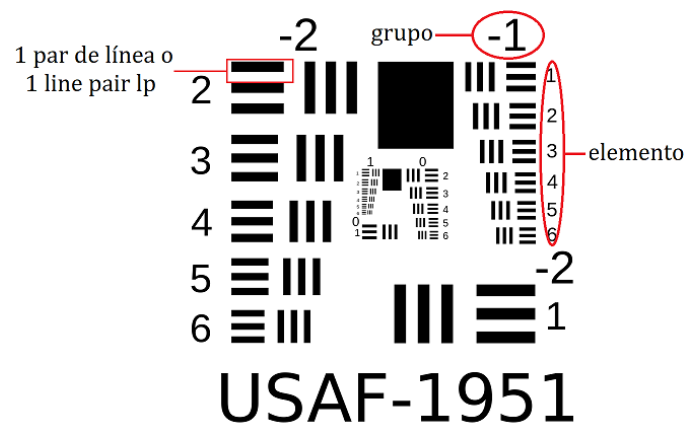


Figura 3.10: Primer patrón de barras USAF 1951

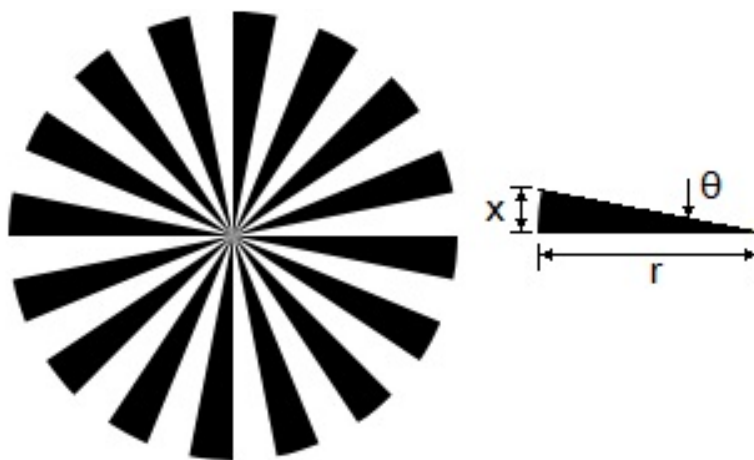
### 3.2.2. Patrón estrella Siemens

La estrella Siemens es un patrón usado comúnmente para verificar la calidad de los sistemas de imágenes ópticas, es decir, instrumentos ópticos, impresoras y pantallas. La estrella Siemens es un círculo con sectores alternos de blanco y negro, según se observa en la Figura 3.11. Fue desarrollado por la empresa Siemens & Halske AG (hoy Siemens AG) en la década de 1930 para probar lentes de cámaras de película estrecha desarrolladas por la empresa. El motivo de la estrella de Siemens es un elemento triangular que contiene todas las frecuencias espaciales (aumentando hacia el centro) y en todas las direcciones. La estrella Siemens contiene  $N$  motivos blancos y  $N$  motivos negros cada uno con un ángulo de  $180/N$  o  $\pi/n$  que ubicados en forma radial. Según se representa en la Figura 3.11, a una distancia desde el centro  $r$  se tiene el arco de

longitud  $x$ , definido por la ecuación:

$$x = r\theta = \frac{r\pi}{n} \quad (3.3)$$

La forma en la que determina la resolución de la imagen utilizando este patrón es a partir de la Ecuación 3.3 para el valor de radio mínimo ( $r_{min}$ ) al cual se puede distinguir la separación de los motivos. Este tipo de geometría es la más compleja, sin embargo, como se presentó en la Figura 3.9, permite medir la resolución espacial en cualquier dirección de la imagen mediante una lectura rápida de la imagen.



**Figura 3.11:** Patrón estrella Siemens y parámetros de su motivo negro.

### 3.2.3. Patrón cuadrado

Es el patrón con la geometría más sencilla, un patrón estándar que permite determinar la resolución espacial en dos direcciones. Además, este patrón permite realizar un análisis altamente automatizado mediante el MTF y el método de borde, para calcular la resolución a partir del contraste en la imagen. La norma ISO 12233 presenta la metodología general para la medición de MTF basada en esta técnica (Jespers, 1976).

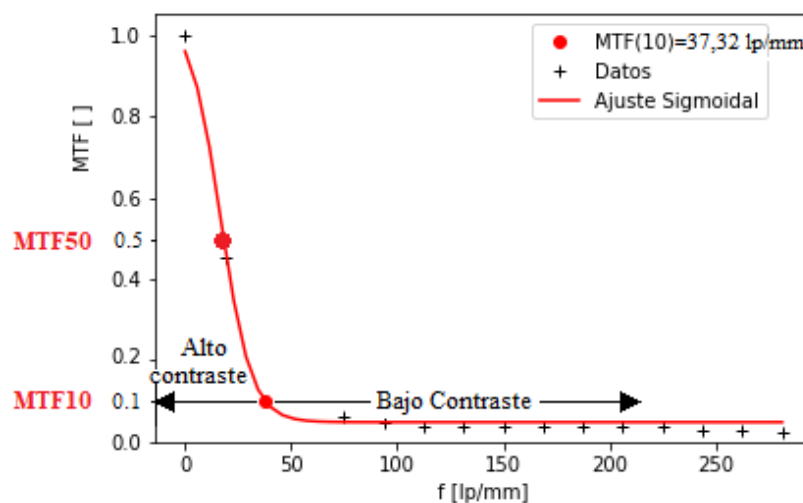
#### Método de borde

El método de borde consiste en obtener imágenes de un borde vertical del cuadrado (o de una barra gruesa) a fin de obtener la MTF que brinda la respuesta de frecuencia espacial horizontal del sistema. Las ventajas de este método son la simplicidad y la disposición mínima requerida durante la fase experimental, a costa de una cierta complejidad en el tratamiento de análisis posterior.

El método evalúa primero el perfil lineal de intensidades al atravesar el borde del cuadrado, al que se denomina comúnmente la función de dispersión de borde o ESF, por sus siglas en inglés (Edge Spread Function). La derivada espacial de la ESF da como origen la función de dispersión de línea o LSF (por Line Spread Function). La

curva MTF se calcula evaluando la transformada de Fourier de la LSF (Estribau y Magnau, 2004). La resolución espacial efectiva se determina de forma equivalente a lo descrito en la sección “Modulation Transfer Function”, pero en este caso para evaluar la resolución se evalúa la frecuencia para la cual la MTF cae al valor de 0.1 (MTF10), según se indica esquemáticamente en la Figura 3.12. A partir de este valor, la resolución espacial  $R$  del sistema se calcula en mm mediante la siguiente expresión:

$$R_{SE} = \frac{1}{2 * MTF10} [mm] \quad (3.4)$$



**Figura 3.12:** Ejemplo de la curva MTF, generada a partir del método de borde para uno de los experimentos presentados en el capítulo 6, e identificación de la frecuencia MTF10.

### 3.3. Patrón para el instrumento ASTOR

#### 3.3.1. Requerimientos de los patrones para la determinación de la resolución y el contraste

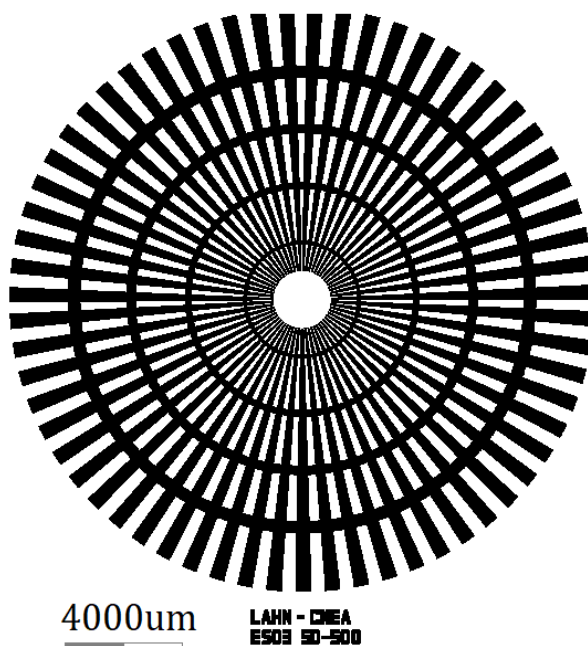
Un patrón de alto contraste neutrónico para el sistema de imágenes por neutrones debe cumplir los siguientes requerimientos:

- El tamaño del patrón debe ajustarse al FOV del instrumento.
- El patrón debe ser capaz de determinar un amplio rango de resoluciones, en el caso del ASTOR el instrumento de alta resolución requerirá resolver hasta  $5 \mu m$  (ver Tabla 2.2).
- El patrón debe ofrecer un alto contraste neutrónico, es decir, debe presentar alternativamente zonas totalmente opacas al paso de neutrones, y zonas totalmente transparentes a ellos.

### 3.3.2. Propuesta de patrones

Como resultado de todas las consideraciones presentadas en este capítulo y para responder a estos requerimientos, se propone desarrollar para el instrumento ASTOR un dispositivo (o cartilla) que contenga un conjunto de patrones estrella Siemens y de barras, que cubran el rango de 5-500  $\mu m$ , a fin de determinar la resolución a través de una evaluación cualitativa de las imágenes, junto a un patrón cuadrado que permita implementar las técnicas basadas en la MTF. Se propone dividir los patrones de lectura directa en 5 intervalos de resolución: 5 a 60  $\mu m$ , 10 a 100  $\mu m$ , 100 a 250  $\mu m$  y de 50 a 500  $\mu m$ , cada uno con una dimensión total de entre 1 y 2cm. Estas dimensiones permitirán colocar varios dispositivos en diferentes posiciones del FOV de ASTOR, a fin de caracterizar la homogeneidad de la resolución espacial. Los patrones propuestos son los siguientes:

#### Patrón estrella Siemens



**Figura 3.13:** Diseño de los patrones estrella Siemens propuestos para ASTOR, en este caso para medir resoluciones en el rango 50-500  $\mu m$ .

Se proponen cuatro patrones de estrellas Siemens de distintos número de motivos  $N$ , a fin de medir la resolución espacial en distintos rangos: (i) 5-60  $\mu m$ , (ii) 10-100  $\mu m$ , (iii) 100-250  $\mu m$  y de (iv) 50-500  $\mu m$ . A diferencia de la estrella Siemens convencional, los patrones que utilizaremos estarán graduados además mediante anillos concéntricos, según se aprecia en la Figura 3.13. El diseño de los patrones propuestos se muestra en las Figuras 2, 3, 4 y 5 al inicio de esta tesis. Estos patrones serán codificados como ES03 junto al intervalo que define su rango de resoluciones. Así los patrones de ES03

5-60, ES03 10-100, ES03 100-250 y ES03 50-500  $\mu m$ ; tienen 393, 314, 126 y 63 motivos, respectivamente. Todas las estrellas tienen diámetros de 2cm, a excepción de ES03 5-60 que tiene un diámetro de 1.5 cm. Definidos el número de motivos  $N$  y el radio  $R$ , es posible escribir el ancho del motivo en función del radio para los diferentes patrones:

$$x_{5-60} = \frac{r}{125} \quad (3.5)$$

$$x_{10-100} = \frac{r}{100} \quad x_{100-250} = \frac{r}{40} \quad (3.6)$$

$$x_{50-500} = \frac{r}{20} \quad (3.7)$$

### Patrón cuadrado

Corresponde a un patrón cuadrado de 1cm de lado (ver figura 1 al inicio de esta tesis), para medir la resolución espacial de manera automática por medio del método de Borde. Permite además medir el contraste  $C(0)$  y la densidad del material absorbente utilizado para fabricar el dispositivo. Por este motivo se codifica este patrón como “Densidad”.

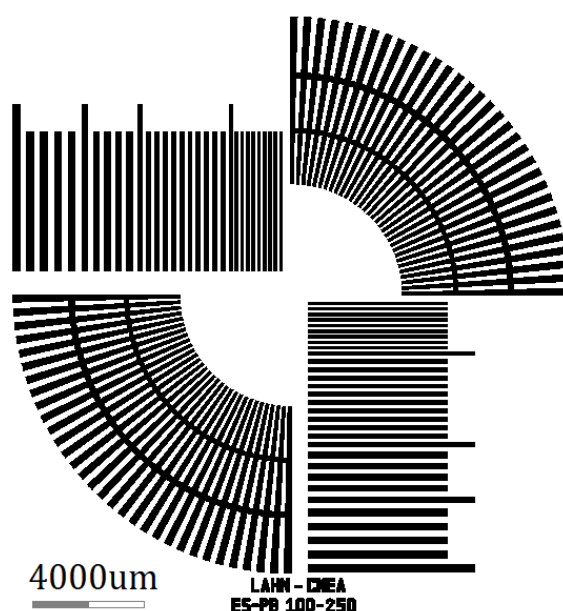
### Patrón estrella Siemens / patrón de barras

Es un patrón mixto que combina un patrón estrella Siemens y un patrón de barras. Según se observa en la Figura 3.14, consiste en dos cuartos de estrella Siemens 03 y dos patrones de barras, a fin de medir la resolución horizontal y vertical de manera independiente. Como se observa en la figura, el patrón de barras contiene indicadores con un largo de 6mm, que se corresponden con los indicadores del patrón estrella Siemens. Se proponen cuatro diseños, con distinto número de motivos  $N$  y de separación entre barras, para medir la resolución en los rangos: : (i) 5-60  $\mu m$ , (ii) 10-100  $\mu m$ , (iii) 100-250  $\mu m$  y de (iv) 50-500  $\mu m$ , que se muestran en las Figuras 6, 7, 8 y 9.

### 3.3.3. Materiales

Los objetos patrón para radiografías con rayos X generalmente están fabricados de estructuras de plomo u oro porque ofrecen un alto contraste para este tipo de radiación. Los mismos no pueden usarse para neutrones debido a la baja absorción neutrónica de estos materiales. Por esto, se necesitan definir otros materiales para obtener un alto contraste neutrónico en capas delgadas.

Para el material transparente, elegimos el silicio, por su transparencia neutrónica, y por las posibilidades que ofrece para la fabricación de microdispositivos, según se describe en el capítulo siguiente.



**Figura 3.14:** Diseño de los patrones compuestos estrella Siemens/patrón de barras propuestos para ASTOR, en este caso para medir resoluciones en el rango 100-250  $\mu m$ .

Por otro lado, el gadolinio (Gd) es el candidato por excelencia para el absorbente, ya que tiene la sección eficaz de captura de neutrones térmicos más alta de todos los elementos de la tabla periódica.

El Gadolinio natural ( $Z=64$ ) es una mezcla de 6 isótopos estables ( $^{154}Gd$ ,  $^{155}Gd$ ,  $^{156}Gd$ ,  $^{157}Gd$ ,  $^{158}Gd$  y  $^{160}Gd$ ). Dos isótopos de Gd son responsables por la muy alta sección eficaz de absorción: Por ejemplo para captura de neutrones térmicos ( $E = 25meV$ )  $^{155}Gd$  con  $\sigma_{^{155}Gd} = 60800b$  y una abundancia isotópica del 14,8%; y  $^{157}Gd$  con  $\sigma_{^{157}Gd} = 253929b$  y una abundancia isotópica del 15,65%. ; provocando que el Gd natural posea una alta sección eficaz de captura neutrónica ( $\sigma_{Gd} = 48890 b$ ). Las reacciones de estos isótopos se presentó en la Tabla 2.1.

El Gadolinio proviene del mineral Gadolinita (llamado así en honor a un químico y geólogo Finlandés Johan Gadolin). También se obtiene del óxido de Gd (Gadolinia) y otros minerales como la Monazita y la Bastnasita. Los procesos de obtención se basan en técnicas de intercambio iónico y extracción con solvente. El Gd metálico en estado puro, como sucede con otras tierras raras, posee un color blanquecino y cierto brillo metálico; y es maleable y dúctil. A temperatura ambiente cristaliza con estructura hexagonal compacta (fase  $\alpha$ ) y a los  $1235^{\circ}C$  la fase  $\alpha$  se transforma en una fase cúbica centrada en el cuerpo ( $\beta$ ). La temperatura de fusión es de  $1312^{\circ}C$ .

La forma en la que se encuentra comúnmente disponible el gadolinio es principalmente en forma de micropartículas de óxido de gadolinio,  $Gd_2O_3$ , debido a sus muchas aplicaciones. Entre ellas se encuentra su uso en la fabricación de detectores para producir imágenes de rayos-X de alta resolución, y como material absorbente de neutrones en placas centelladoras [37][38]. Este compuesto al contener gadolinio también ofrece

un alta sección eficaz neutrónico.

El compuesto  $Gd_2O_3$  se presenta en polvo, sin forma, entonces es conveniente usar otro material poco absorbente de neutrones como sustrato que sea posible copiar los patrones elegidos y contenga al polvo. Considerando las dimensiones del dispositivo y el rango de resoluciones esperados, la metodología adecuada para copiar el patrón sobre el sustrato de silicio, es la tecnología MEMS. El silicio con sección eficaz de captura para neutrones térmicos de  $\sigma_{Si} = 171$  mb y de espesor de 0.5mm, es prácticamente transparente al haz de neutrones, debido a que presenta un coeficiente de atenuación másica de neutrones muy bajo, como se observa en la Figura 2.7.

# Capítulo 4

## Estrategia de fabricación

En el presente capítulo se explica el flujo de procesos seleccionado para el desarrollo de los dispositivos LAHN, también se describe brevemente cada uno de los procesos de fabricación involucrados para los materiales seleccionados. Como se menciona en el capítulo anterior como sustrato el silicio y como material absorbente de neutrones el óxido de gadolinio  $Gd_2O_3$ , de esta manera se propone obtener alto contraste neutrónico.

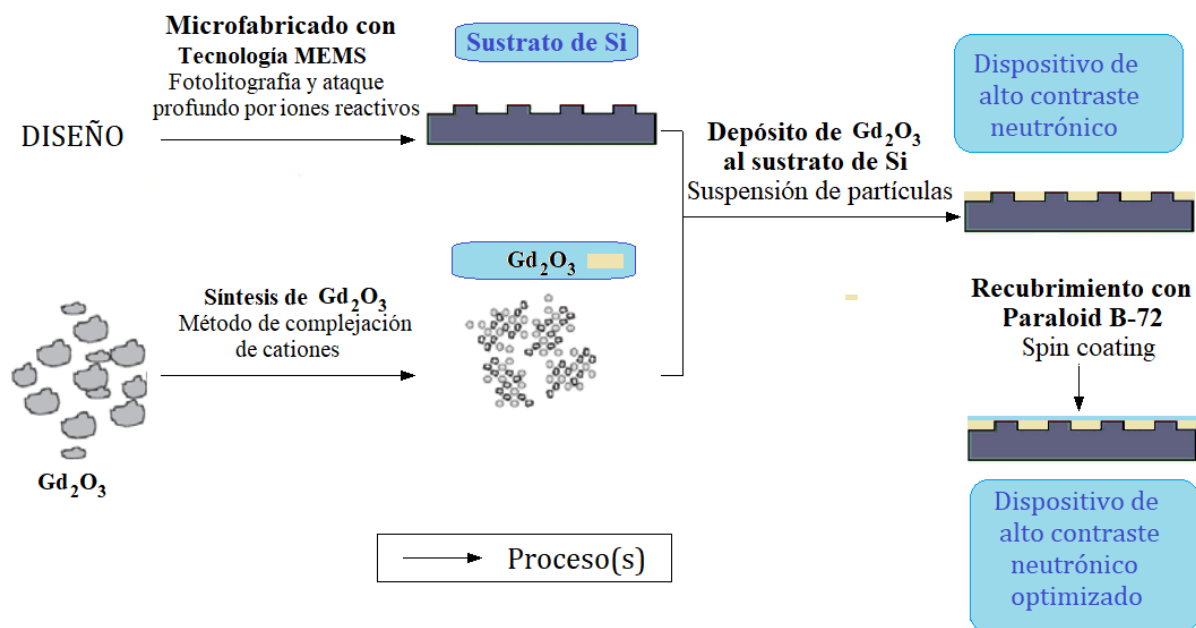
### 4.1. Diagrama de flujo de la fabricación

Considerando que las dimensiones de los patrones varían de 5 a 500  $\mu m$ , la tecnología más conocida para resolver a escala micrométrica es la tecnología utilizada para los Sistemas Micro-Electromecánicos o *MEMS* (por sus siglas en inglés *Micro-Electro-Mechanical Systems*). Esta tecnología permite utilizar e integrar en un dispositivo una amplia variedad de materiales, como: el silicio, polímeros, cerámicos y metales, obteniéndose gran versatilidad en el diseño y su desarrollo. Un aspecto importante para la fabricación de dispositivos utilizando tecnología MEMS es establecer un flujo de procesos robusto, bien caracterizado que garantice reproducibilidad. En este, sentido es relevante seleccionar materiales y procesos de fabricación compatibles estableciendo los pasos de caracterización necesarios para garantizar los resultados esperados. El silicio monocristalino se utilizó como sustrato ya que las técnicas y procesos de micro-fabricación están muy desarrolladas para este material, debido a su amplia utilización industrial para el desarrollo de circuitos integrados. Además como se muestra en la gráfica 2.7 del capítulo 2 el Silicio es prácticamente transparente a los neutrones y es un material muy abundante en la naturaleza, de bajo costo. El Silicio monocristalino se puede conseguir de muy alta pureza en forma de obleas de diferentes diámetros y espesores, en particular debido a las características técnicas de los equipos disponible en la CNEA proponemos trabajar con obleas pulidas en un sola cara (SSP), con orientación cristalina (100) de 99.999999% de pureza, de 10 cm de diámetro y 500  $\mu m$  de

espesor.

El Gadolinio en cambio es altamente absorbente de neutrones, se puede conseguir comercialmente como metal o como óxido  $Gd_2O_3$  en polvos de distinta granulometría, se puede integrar de esta manera al flujo de procesos de fabricación sin inconvenientes, en este caso se propone utilizar el  $Gd_2O_3$  en polvo cuyas partículas poseen una distribución de tamaño entre 1,7 a 9  $\mu m$  según su caracterización por medio de microscopía electrónica de barrido *SEM* (por sus siglas en inglés *Scanning Electron Microscope*) .

Partiendo de estos dos materiales se propone el flujo de procesos que se ilustra en la figura 4.1



**Figura 4.1:** Diagrama de flujo de la fabricación del dispositivo de alto contraste neutrónico.

En un primer paso se acondicionan los materiales a ser utilizados, el silicio debe someterse a un proceso de limpieza mediante el cuál se elimina de su superficie cualquier material que pudiera interferir en la adecuada definición de las estructuras del diseño. Mientras, para el  $Gd_2O_3$  se propone disminuir el tamaño de sus partículas mediante el método de complejación de cationes ya que el material de partida posee tamaños similares a dimensiones de las estructuras que se desea resolver.

Luego con un proceso de litografía óptica (fotolitografía) se procede a copiar el diseño sobre el sustrato y mediante la sustracción de material con la técnica de Ataque Profundo por Iones Reactivos (DRIE) se copia el diseño y la fotoresina utilizada como protección se retira mediante el proceso de ataque por plasma reactivo, obteniéndose un bajo relieve en forma de canales.

Luego se procede a la integración de ambos materiales mediante la técnica de depósito del material en suspensión del  $Gd_2O_3$  submicrométrico dentro de los canales grabados en silicio y un posterior tratamiento térmico para eliminar el solvente y aumentar

la densidad aparente del  $Gd_2O_3$ . Por último con el fin de mejorar la durabilidad del dispositivo se deposita una capa delgada de una resina acrílica termoplástica transparente e incolora, denominada paraloid B-72 que ofrece buenas propiedades mecánicas, proporcionando una protección física que extiende la vida útil del dispositivo.

## 4.2. Micro-fabricado del sustrato de Silicio

A raíz del nivel de madurez alcanzado en la microelectrónica desde la década del 60, y el desarrollo de técnicas de caracterización de la micro y nanoescala durante la década de los 80 y 90, la investigación se ha enfocado al 'mundo pequeño', es decir, a las nuevas micro y nano tecnologías. El progreso paralelo de la mecánica y la electrónica ha creado una nueva tecnología, incorporándolas bajo el nombre de Sistemas Micro-Electro-Mecánicos (MEMS). Para 1997 el número de patentes por año en tecnología MEMS era de 160 en los Estados Unidos, existían 80 compañías dedicadas a este sector y el mercado internacional representaba 2 mil millones de dólares. Es decir, los MEMS son el resultado de una larga historia de desarrollo tecnológico y ha generado una gran sinergia que realimenta la extensión de los métodos de fabricación y los materiales empleados por la industria de la electrónica.

En general los MEMS varían en tamaño desde un micrómetro (una millonésima parte de un metro) a un milímetro (una milésima parte de un metro), en este nivel de escala de tamaño, las construcciones de la física clásica no son siempre ciertas como consecuencia de la gran superficie en relación al volumen de los MEMS. Por otro lado los efectos de superficie como electrostática y viscosidad dominan a los efectos de volumen tales como la inercia o la masa térmica. Por ello, la etapa de diseño y caracterización de los microsistemas es básica para el análisis y el desarrollo de nuevas aplicaciones.

Entonces, la tecnología MEMS, en su forma más general refiere a la miniaturización de elementos mecánicos y electromecánicos para lo cuál se utilizaron muchas de las técnicas que se habían desarrollado para la fabricación de circuitos integrados y se suman nuevos desarrollos que permiten la construcción de dispositivos 3D a partir de la adición y sustracción selectiva de materiales. Entre las nuevas técnicas se consideran el ataque húmedo (KOH, TMAH) y ataque en seco (RIE y DRIE), el mecanizado por electro descarga (EDM), y otras tecnologías necesarias para fabricar estos dispositivos.

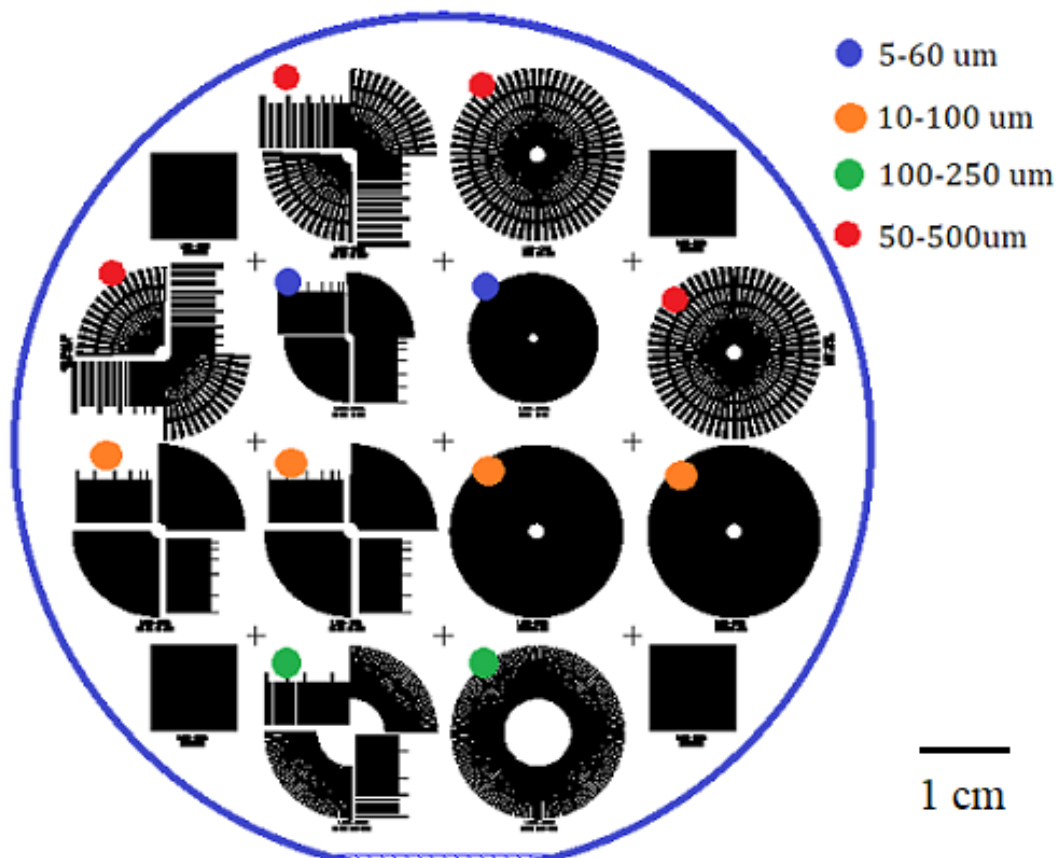
Por las dimensiones de las estructuras que conforman los dispositivos se hace indispensable trabajar en ambiente con muy bajo contenido de partículas en el aire y condiciones de temperatura y humedad controladas. Estas instalaciones se denominan Salas Limpias.

En este trabajo se aplica la tecnología *MEMS* con la finalidad de copiar un diseño a cuatro obleas de Si, removiendo el material de Si de manera selectiva, para cuatro profundidades nominales ( $z_x=5\mu m$ ) diferentes como se detalla en la tabla 4.1

Nombre	Oblea1 O1	Oblea2 O2	Oblea3 O3	Oblea4 O4
$z_{x=5\mu m}$ [ $\mu m$ ]	140	100	80	40

**Tabla 4.1:** Profundidad nominal para el proceso DRIE, con respecto a cavidades con un ancho de  $5\mu m$ .

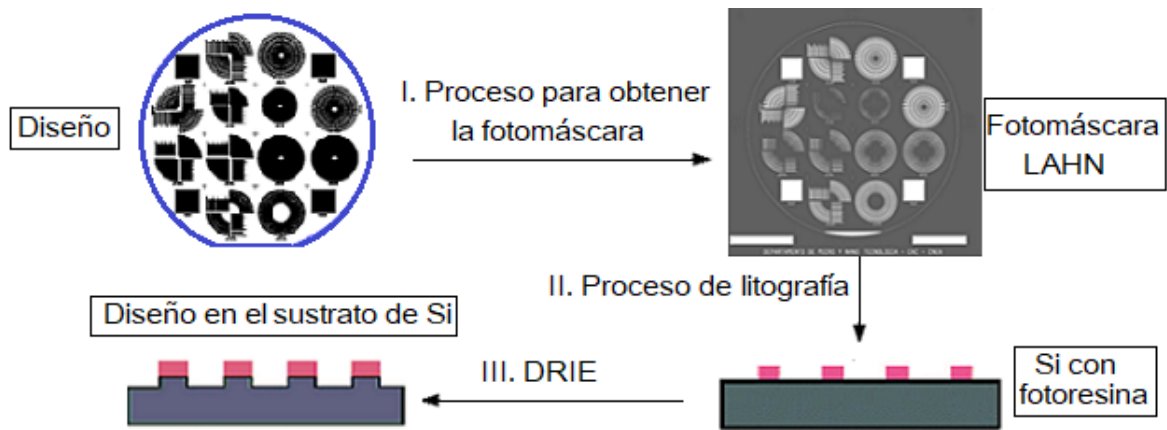
Considerando la alta homogeneidad en toda la superficie de la oblea para los procesos de fabricación seleccionados, es posible definir un diseño para la microfabricación con 16 patrones propuestos (ver sección 3.3) distribuidos en toda la oblea, como se ilustra en la Figura 4.2.



**Figura 4.2:** Diseño de los patrones LAHN, considerando un plano circular de 10 cm de diámetro.

El diseño digital fue realizado utilizando el software K-layout [39], el mismo contiene 16 patrones según se describe a continuación: 4 cuadrados, 6 estrellas Siemens 03 (ES03) y 6 estrellas Siemens más patrón de barras (ES-PB). Los dos últimos con rangos de resolución de  $5-60\ \mu m$ ,  $10-100\ \mu m$ ,  $100-250\ \mu m$ ,  $50-500\ \mu m$ .

La serie de procesos del microfabricado se resume en el esquema de la Figura 4.3, donde cada proceso fue caracterizado para conocer su efectividad y se realizó en la sala limpia del Departamento de Micro y Nano Tecnología (DMNyT) CAC-CNEA.

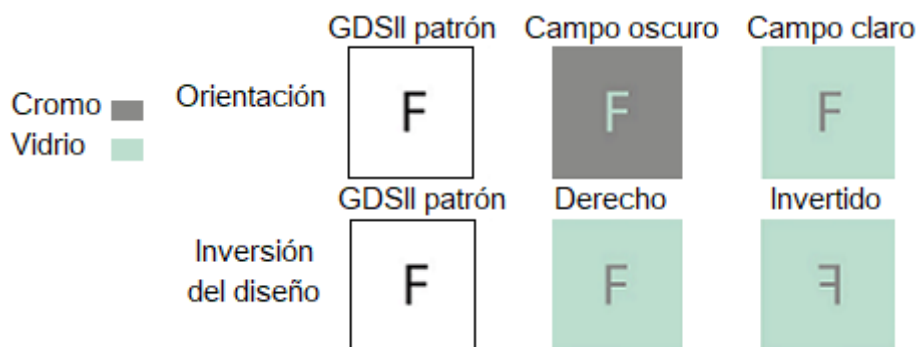


**Figura 4.3:** Procesos de micro-fabricación para obtener el diseño grabado en el sustrato de Si.

#### 4.2.1. Proceso para obtener la fotomáscara

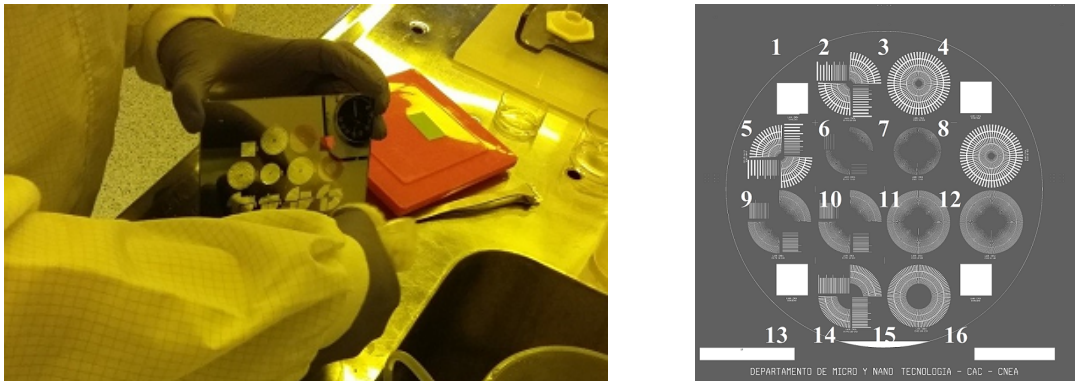
Este proceso se realizó para obtener la fotomáscara con el diseño LAHN para luego ser usado en el siguiente proceso. Para su fabricación se utiliza la técnica de escritura directa por láser, (masterizador DWL 66FS) utilizando el cabezal de 10 mm que permite una resolución de hasta 2 micrones y con un haz diodo láser 405-410 nm de longitud de onda. El haz se usa para escribir directamente la imagen o diseño en la fotoresina.

El proceso inicia con la transferencia de datos mediante su propio programa convertidor a un formato de estructura HIMT de la máscara virtual del diseño que está en formato GDS compatible con el equipo masterizador DWL 66fs. Luego se configura para campo oscuro e invertido (ver Figura 4.4), debido a que se utilizan sustratos de Vidrio Soda lime recubiertos con 100 nm de Cr y luego un depósito de fotoresina positiva AZ1518.



**Figura 4.4:** Tipos de fotomáscara

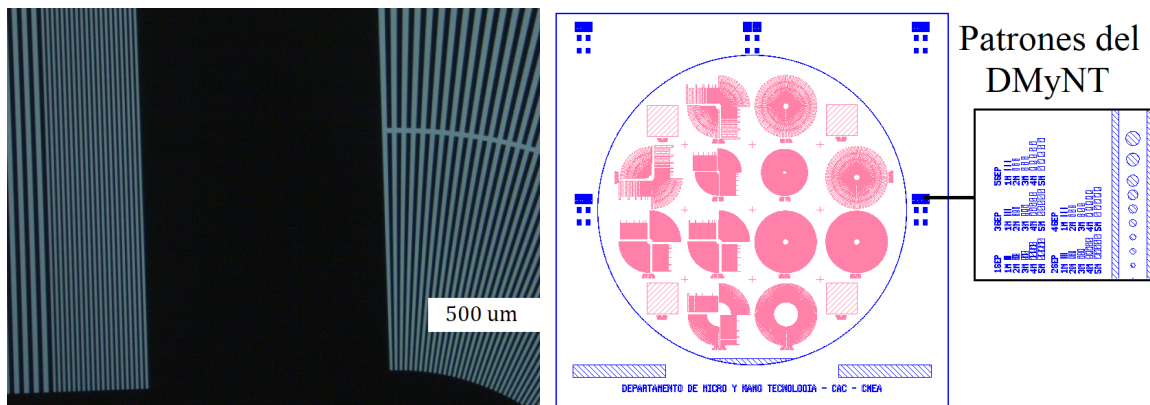
Luego del proceso de exposición se realiza la remoción de la fotoresina curada dejando zonas donde el Cr queda expuesto para poder realizar el ataque químico con el solvente CEP-200 hasta sustraer todo el cromo. Finalmente se remueve toda la fotoresina con el solvente AZ 100. Una vez copiado el diseño en el sustrato cromo-vidrio, finaliza el proceso obteniéndose la fotomáscara deseada y se muestra en la figura 4.5.



**Figura 4.5:** La fotomáscara después del proceso (izq.) esquema de la fotomáscara (der.).

### Caracterización del proceso

Se caracterizó mediante microscopio óptico Leica DM 2700M, se verificó que cada uno de los patrones del diseño fueron copiados correctamente (ver Figura 4.6).



**Figura 4.6:** Imagen por microscopio óptico (izq.) y los patrones del DMyNT (der.).

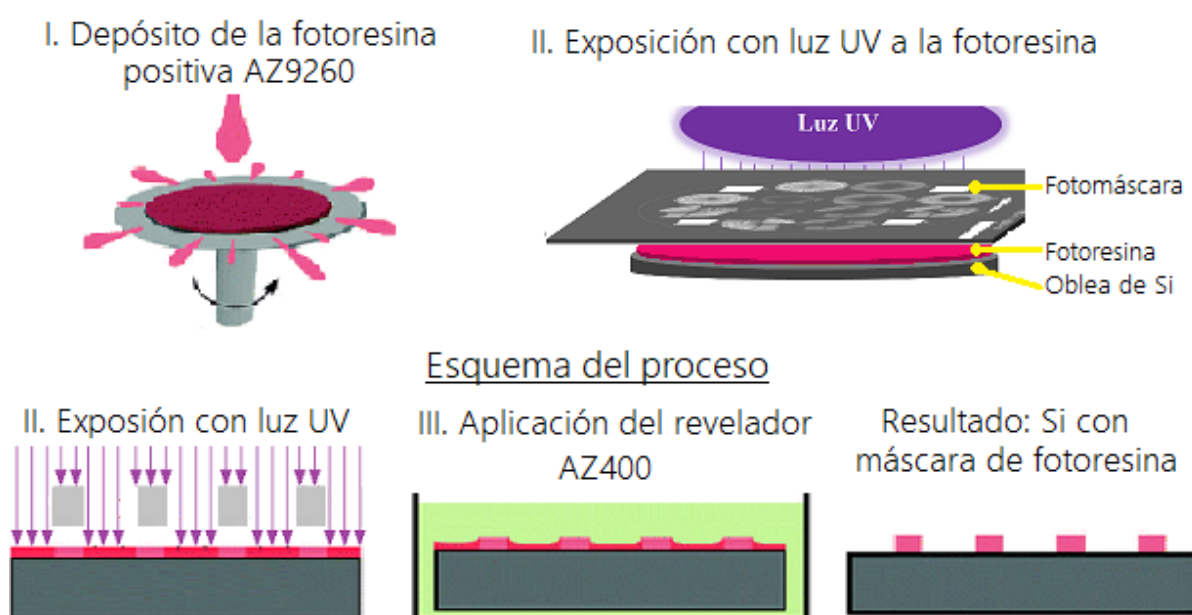
A partir de los patrones propios del DMyNT y el microscopio del equipo DWL 66FS se observaron anchos de línea de 2 a 10  $\mu m$ .

### 4.2.2. Fotolitografía

Es el proceso mediante el cuál se realiza la transferencia de patrones a un sustrato y consiste en copiar patrones a partir de una máscara sobre materiales fotosensibles. Exponiendo este material a la Luz UV, rayos-X o combinación de ambas. Para este proceso existe dos tipos de materiales fotosensibles: resina positiva y negativa. La química de la resina positiva define que no son mecánicamente muy fuertes, pero que pueden removerse/eliminarse fácilmente. Las resinas negativas tienen propiedades opuestas: algunas de ellas son mecánicamente muy fuertes y difíciles de eliminar. Por lo tanto, esos no son necesariamente buenos para el diseño, pero pueden usarse como materiales estructurales en componentes MEMS. Por otro lado, el paso del proceso que sigue a la litografía determina en parte la elección de la resina. Por ejemplo: las paredes laterales

verticales son buenas para el ataque con plasma, las paredes laterales con pendiente negativa son adecuadas para el lift-off, y las paredes con resina con pendiente positiva son adecuadas para el ataque en húmedo o seco. Las resinas positivas suelen tener ángulos de pared lateral de 75 a 85°, mientras que las resinas negativas tienden a mostrar ángulos de pared lateral superiores a 90°. Otro ejemplo: normalmente, las fotoresinas positivas se utilizan cuando el siguiente proceso es el DRIE, porque son fáciles de quitar después del paso de ataque en cambio las fotoresinas negativas permiten una mejor resistencia [40].

Entonces, en nuestro caso la secuencia de pasos del proceso de fotolitografía, se describe en la Figura 4.7 y se especifica en la Tabla 4.2.



**Figura 4.7:** Secuencia de pasos del proceso de fotolitografía.

El proceso inicia con la limpieza a las obleas de Silicio con acetona e isopropanol, la des-humificación y para mejorar la adherencia entre la fotoresina y superficie de la oblea pulida, la aplicación del Ti-Prime. Luego se aplicó la técnica de litografía utilizando fotoresina positiva AZ 9260 (en base a PMMA con un componente foto-activo y un solvente) mediante la técnica estándar '*spin coating*' a temperatura ambiente. Se procedió con la dosis de exposición al conjunto de fotoresina y oblea de Si, donde los parámetros de exposición dependen de la foto-sensibilidad de la fotoresina y su espesor (ver detalles en la Tabla 4.2). Para la exposición se utilizó un alineador de máscara EVG620 (por sus siglas en inglés *Electronic Visions Group*).

Finalmente, luego del revelado de la fotoresina se caracterizó el espesor por perfilometría óptica, para obtener medidas confiables previamente se metalizó con Cr una capa de 100 nm, dando como resultado un espesor uniforme a lo largo de la oblea de  $e = (13,8 \pm 0,1)[\mu\text{m}]; 0,7\%$ . Por microscopio óptico se observó que el diseño LAHN fue copiado completamente.

N° paso	Proceso	Detalles de proceso
1	Des-humificación	120 °C, 15 min.
2	Depósito	Ti Prime (2000 rpm, 5 s.; 4000 rpm, 15 s.)
3	Activación	120 °C, 2 min.
4	Depósito	AZ 9260 (1000 rpm, 5 s., 2400 rpm, 60 s.)
5	Pre-cocido	110 °C, 2 min 45 s.
6	Re-humificación	20 min.
7	Exposición	40 s., a 10 mW/cm <sup>2</sup>
8	Revelado	AZ 400, 1:3, 120 s

**Tabla 4.2:** Detalles técnicos del proceso de fotolitografía de las obleas.

### 4.2.3. Ataque profundo por iones reactivos (DRIE)

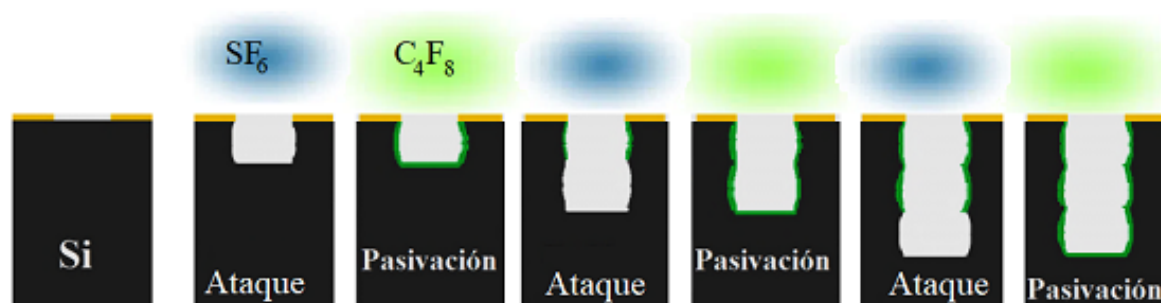
Esta sección trata sobre la eliminación de material mediante procesos de ataque en seco, el sustrato sólido es atacado por especies reactivas en estado de plasma.

DRIE es una técnica de micro-fabricado desarrollado por MEMS y ofrece una alta velocidad de ataque de manera selectiva al sustrato y baja velocidad de ataque a la fotoresina. La técnica sirve para construir micro-estructuras en volumen de alta relación de aspecto (R,1). Esta es la relación de altura de la estructura resistente al ancho de línea (o ancho de la cavidad) donde R es igual a  $x/y$ .

DRIE es un proceso de ataque altamente anisotrópico utilizado para realizar ataques de gran profundidad, en obleas/sustratos. Existen dos procesos principales para DRIE de alta velocidad: criogénica y Bosch, aunque el proceso de Bosch es la única técnica de producción reconocida. Ambos procesos pueden fabricar paredes de 90° (verdaderamente verticales), pero a menudo las paredes son ligeramente cónicas, 88° (reentrante”) o 92° (retrógrado”). El proceso Bosch, llamado así por la empresa alemana Robert Bosch GmbH (Stuttgart, Alemania), que patentó el proceso, también conocido como ataque pulsado o multiplexado en el tiempo, alterna periódicamente entre dos modos para lograr estructuras casi verticales (ver Figura 4.8).

- Un ataque por plasma estándar que contiene iones y produce erosión física a la oblea desde una dirección casi vertical (equivalente a un sputtering).
- Deposición de una capa de pasivación químicamente inerte.

El mecanismo se basa en el depósito de películas inhibidoras para obtener perfiles anisotrópicos. Este enfoque utiliza un ciclo de ataque que fluye  $SF_6$  (hexafluoruro de azufre) y luego cambia a un ciclo de pasivación usando solo  $C_4F_8$  (octafluorociclobutano). Durante el ciclo de ataque posterior, la película pasivante se retira preferentemente



**Figura 4.8:** Ataque del silicio por el proceso de Bosch.

del fondo de la cavidad debido al bombardeo iónico, mientras se evita el ataque de las paredes laterales. La alternancia de los ciclos de ataque y pasivación, forman paredes laterales onduladas y verticales.

Entonces este proceso se aplicó a las cuatro obleas de Si. Utilizando distinta cantidad de ciclos de tal manera de obtener diferentes profundidades nominales en las cavidades del sustrato (ver la Tabla 4.1), mediante el equipo DRIE PlasmaPro 100. Al finalizar el proceso se procedió a la remoción de la fotoresina por un proceso de ataque seco por plasma reactivo de oxígeno, a cada una de las obleas.

#### 4.2.4. Caracterización del proceso de Microfabricación y DRIE

La caracterización de las muestras luego del DRIE se realizó mediante el perfilómetro óptico Veeco modelo Wyko NT1100 en modo interferencia de desplazamiento vertical (VSI) 10X porque permite medir profundidades desde unos pocos micrones hasta 1mm, tras el movimiento del objetivo interferométrico verticalmente para escanear la superficie y en cada medición generó archivos con datos de intensidades en función de  $x$ ,  $y$  y  $z$ . La caracterización por perfilometría óptica se realizó para dos fines:

1. Observar la homogeneidad de la velocidad de ataque en toda el área de la oblea. Para lo cual se mide la profundidad en  $z$  a distintos radios de la oblea, para un mismo ancho de canal ( $100\mu m$ ) como se observa en la Figura 4.9 y los resultados se muestran en la Figura 4.10.

Las profundidades medidas fueron generadas a partir de los análisis mediante la herramienta del software “Statistical Quantities” del software Gwyddion [41].

2. Variación de  $z$  en con respecto al ancho de línea: se trabajaron con los dispositivos ES-PB 5-60 y ES-PB 50-500 de cada una de las obleas, para poder evaluar la profundidad en función del ancho de línea en un rango 5 a 500 micrones. De ahora en adelante se define el ancho de línea de diseño como  $x_d$ , ancho medido por perfilómetro óptico como  $x_p$ , la separación entre cada motivo del patrón  $l$  y su valor medido  $l_p$ , como se indica en la Figura 4.11.

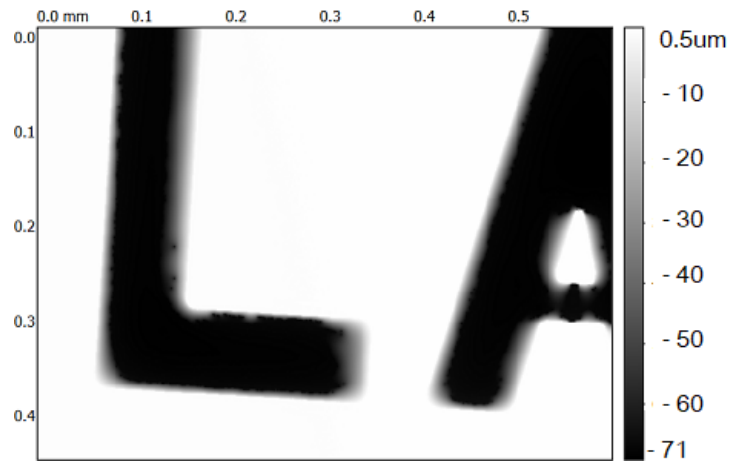


Figura 4.9: Ejemplo con el dispositivo 1-O1 para medir la profundidad para  $x_d = 100\mu m$ .

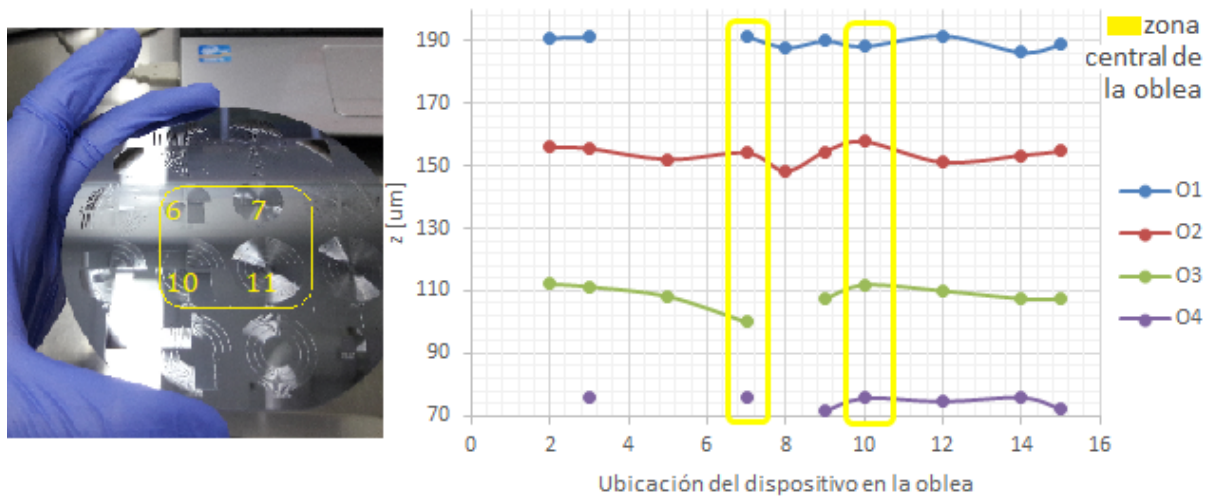


Figura 4.10: Profundidad en diferentes zonas de la oblea  $x_d = 100\mu m$ .

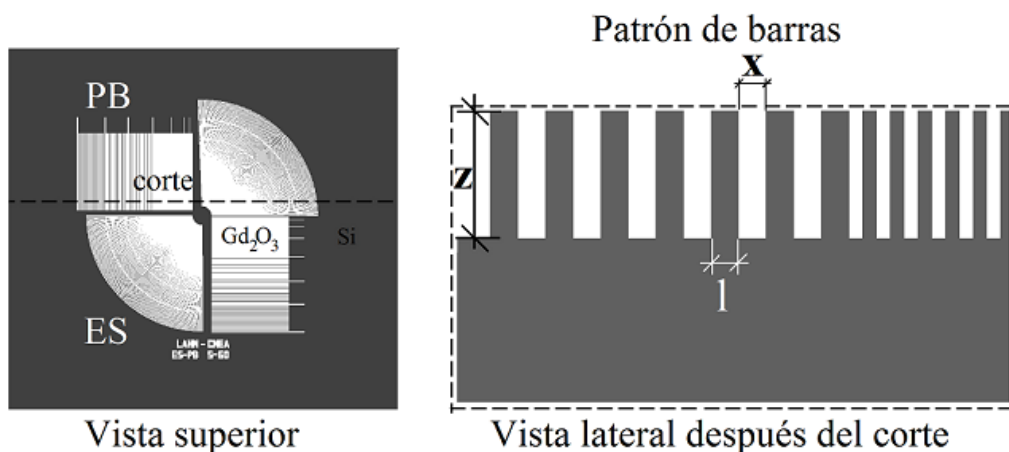


Figura 4.11: Variables a caracterizar del dispositivo ES-PB 5-60

La profundidad se midió como en el anterior punto, sin embargo, las mediciones de los anchos  $x$  y  $l$  se obtuvieron a partir de la imagen en el plano. Para todos los casos las imágenes tienen un campo visual de 640pixel x 480 pixel y una resolución espacial de 1

pixel/ $\mu m$ . Esta técnica de medición es adecuada para valores en el plano x/y mayores o iguales que  $10 \mu m$ , por ejemplo, para un ancho de línea de  $10 \mu m$  con la precisión del instrumento de  $1 \mu m$ , como en el presente caso, se tendrá un error porcentual del 10 % ( $\%E = (e_x/x) * 100$ ). Donde, un error porcentual igual al 10 % se considera una medición aceptable y menor al 10 % una buena medida, mientras más pequeño el valor más confiable se considerará la medida.

$x_d[\mu m]$	$x_p[\mu m]$				$l_p[\mu m]$				$z[\mu m]$			
	O1	O2	O3	O4	O1	O2	O3	O4	O1	O2	O3	O4
10	11.5	11.2	11.5	11.3	8.7	8.8	8.7	8.7	140.1	107.9	84.5	47.61
20	21.2	22.8	21.5	22.0	18.8	17.4	18.3	18.2	147.2	123.9	88.8	63.52
30	32.4	31.5	30.9	31.4	28.5	28.4	29.5	28.7	160.8	132.8	95	67.56
40	43.5	40.8	40.8	41.7	37.3	39.2	39.8	38.9	166.8	138.9	99.2	70.09
50	53.2	52.2	51.5	52.9	47.8	48.3	49.8	47.9	172.9	143.2	102.1	71.88
60	63.2	61.2	61.8	61.8	57.8	59.3	58.2	58.5	174.7	144.8	103.5	73.36

**Tabla 4.3:** Resumen de los datos de x, l y z, medidos por el perfilómetro óptico del sustrato del dispositivo ES-PB 5-60, de las cuatro obleas O1, O2 O3 y O4.

De la Tabla 4.3, la variables de interés son  $x_p$  y  $z$ , por tanto, en la Tabla 4.4 se calculó: el promedio  $\bar{x}_p$ , con su error estadístico, el error porcentual considerando la precisión del instrumento, la diferencia porcentual entre  $x_d$  y  $\bar{x}_p$ .

$x_d[\mu m]$	$\bar{x}_p \pm e_{\bar{x}_p}[\mu m]$	% E [%]	Dif [%]
10	$11.38 \pm 0.08$	9	12
20	$21.9 \pm 0.3$	4	9
30	$31.6 \pm 0.3$	3	5
40	$41.7 \pm 0.6$	2	4
50	$52.5 \pm 0.4$	2	5
60	$62.0 \pm 0.4$	2	3

**Tabla 4.4:** Valores calculados de  $\bar{x}_p$ , con su error estadístico y porcentual y la diferencia porcentual, para el dispositivo ES-PB 5-60 de las cuatro obleas.

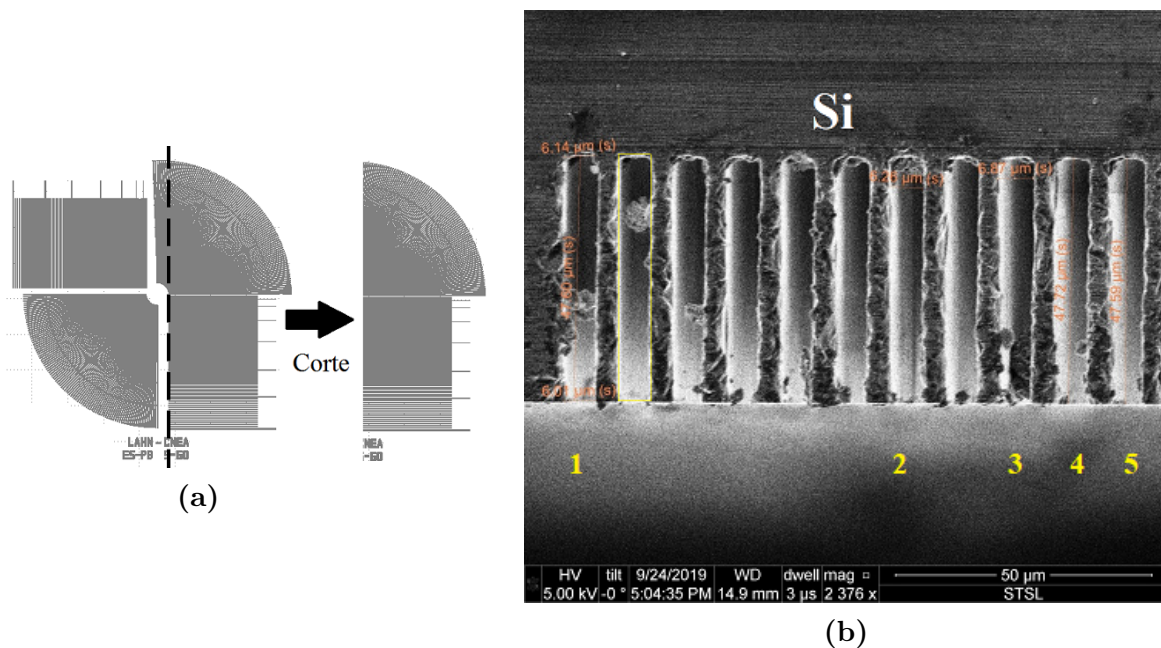
La Tabla 4.4, evidencia con el error porcentual menor al 10 % que para un ancho de línea fijo a lo largo de toda la superficie de la oblea no depende de la profundidad z. Por tanto, del dispositivo ES-PB 50-500 se midió  $x_p$  solamente para la oblea 1.

También se caracterizó por SEM para complementar la medición con las cavidades de  $x_d = 5 \mu m$ . Para ello previamente se realizó un corte con el equipo DICING al

$x_d[\mu m]$	$x_p[\mu m]$	Dif [%]	$z[\mu m]$			
			O1	O2	O3	O4
50	53.0	6	171.0	139.4	99.4	70.9
100	106.5	6	184.2	149.6	106.1	76
200	205.6	3	193.0	156.1	109.4	74.3
300	305.5	2	196.2	160.4	109.6	75.0
400	407.2	2	197.7	160.2	109.4	79.6
500	506.7	1	197.7	159.7	109.2	80.2

**Tabla 4.5:** Valores medidos ( $x_p$ ,  $z$ ) y la diferencia porcentual entre  $x_d$  y  $x_p$ , para el dispositivo ES-PB 50-500 O1, O2 O3 y O4.

dispositivo ES-PB 5-60 de la oblea 4 (ver Figura 4.12 (a)).



**Figura 4.12:** (a) Esquema del dispositivo ES-PB 5-60 antes y después del corte. (b) Imagen SEM de la forma de las cavidades del dispositivo O4, para  $x_d = 5\mu m$ .

De la imagen SEM de la Figura 4.12 (b), se dibujó un rectángulo con línea amarilla en una cavidad y se observó paredes verticales y con vértices circulares en la base. En la Tabla 4.6, se encuentran las mediciones a partir de la imagen SEM para un ancho de línea de  $5\mu m$  donde la diferencia porcentual entre el ancho de línea de diseño  $x_d$  y su valor medido es del 22 %.

Al finalizar el micro-fabricado del diseño sobre la oblea de silicio, se obtuvieron 16 dispositivos por oblea. Cada uno de los dispositivos fue aislado y rotulado utilizando el equipo sierra de corte disco DAD3240 (Disco Automatic Dicing saw).

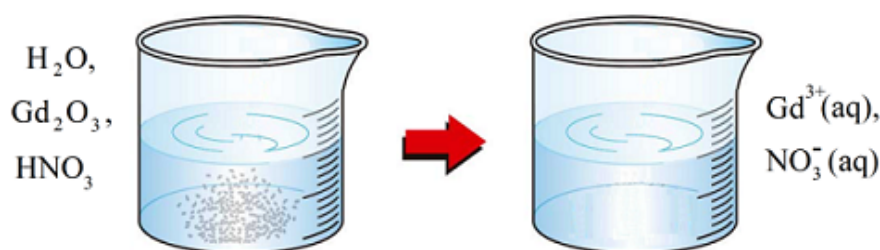
No	1	2	3	4	5	Promedio
$x[\mu m]$	6.14	6.28	6.87			$6.4 \pm 0.2$
$z[\mu m]$	47.60			47.72	47.59	$47.64 \pm 0.04$

**Tabla 4.6:** Valores medidos ( $x$  y  $z$ ) y sus promedios, para el ancho de línea de  $x_d = 5\mu m$ , del patrón de barras del dispositivo ES-PB 5-60 O4.

### 4.3. Síntesis del material absorbente

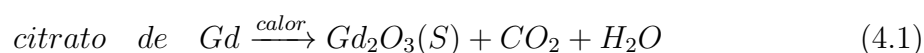
El reactivo comercial  $Gd_2O_3$  - Sigma GO125 con pureza de 99,9%, punto de fusión de  $2330^\circ C$ , con tamaño de partícula que varía de 1,7 a  $9\mu m$  (caracterizado por SEM), presentan tamaños de partículas muy grandes para depositar en las cavidades de  $\sim 5\mu m$  de ancho. Entonces se realizó el proceso de síntesis del reactivo comercial para disminuir el tamaño de partícula .

Las pequeñas partículas de  $Gd_2O_3$  (óxido de Gadolinio) se obtuvieron por el método de complejación de cationes. El reactivo comercial se disolvió en una solución de ácido nítrico y agua miliQ  $18 M\Omega$ . En la solución el Gd tiene una valencia +3 y el nitrato ( $NO_3^-$ ) que proviene del ácido nítrico, ambos rodeados de agua. De tal forma que en la solución se obtuvieron iones de Gd acuoso  $Gd^{3+}(aq)$  y de nitrato acuoso  $NO_3^-(aq)$ , ver Figura 4.13.



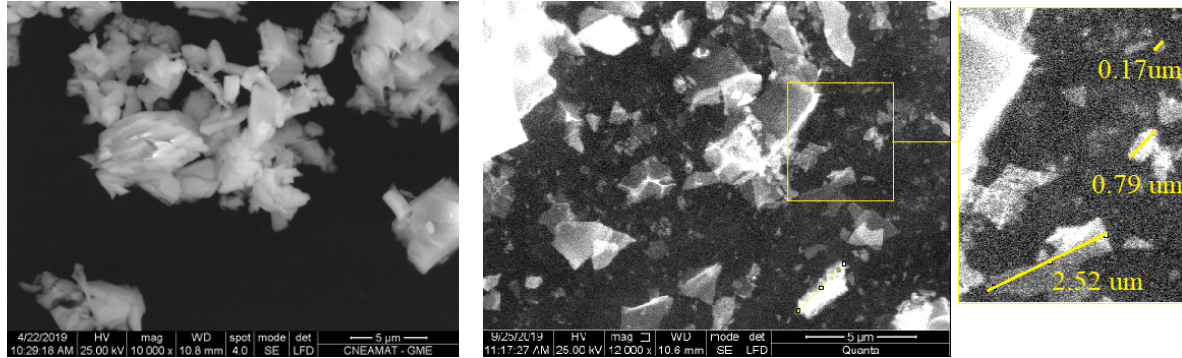
**Figura 4.13:** Solución inicial con el polvo de óxido de Gadolinio y ácido nítrico, y solución después de la disolución del óxido de Gadolinio.

A la solución se agregó como complejante ácido cítrico, un ácido orgánico que tiene tres sitios en la cadena donde puede unirse a un ión metálico. Luego de la reacción se genera citrato de  $Gd(aq)$ . Por último se llevó al horno a  $600^\circ C$  durante 2 horas, con el fin de eliminar toda impureza como se ve en la siguiente reacción.



Los análisis de XRD (*X-Ray Diffraction* o Difracción de rayos X) y EDX (*Energy Dispersive X-Ray* o Rayos X dispersivos de energía) mostraron que la síntesis no fue contaminada durante todo el proceso, y a partir del patrón de difracción de rayos X y la fórmula de Scherrer para la síntesis  $Gd_2O_3$  y  $Gd_2O_3$ -Sigma GO125, se calculó el

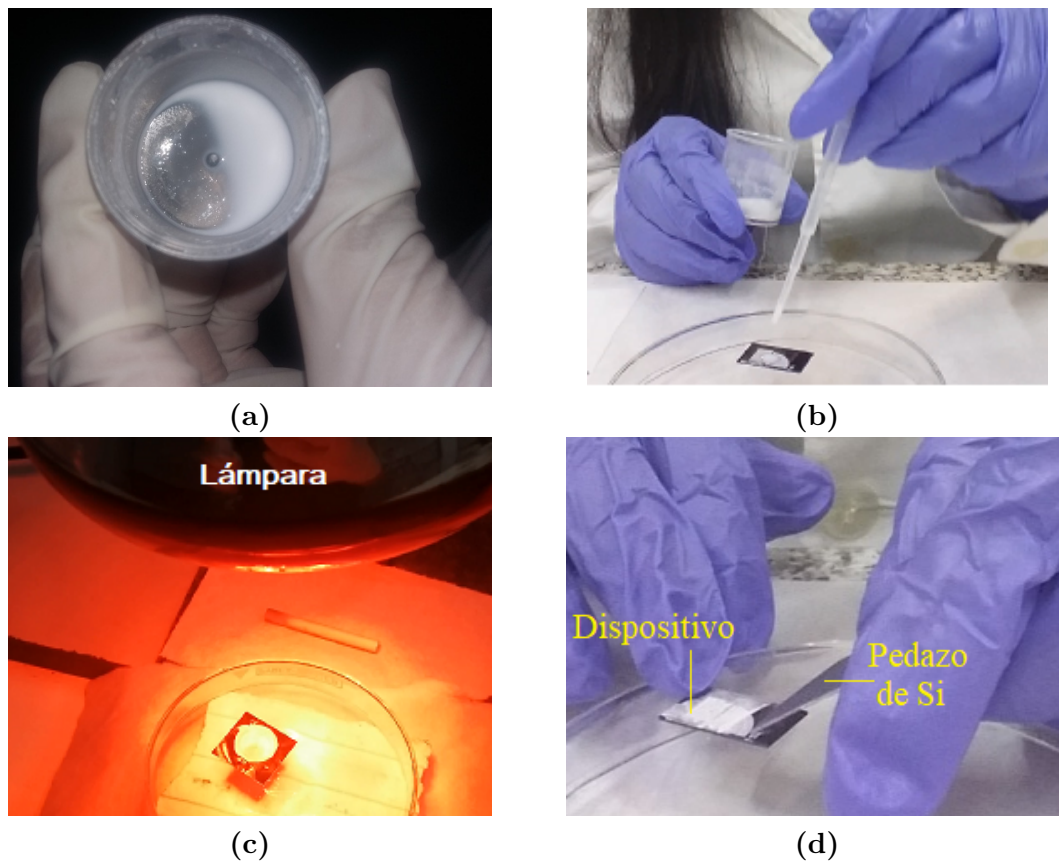
tamaño de sub-partícula o cristalita de 20-25 nm y 90-100 nm, respectivamente. Para confirmar la reducción de tamaño de sub-partícula durante la síntesis se caracterizó este polvo por SEM (FEI Quanta 200), como se aprecia en la Figura 4.14.



**Figura 4.14:** Imágenes SEM del reactivo comercial (izq.) y del mismo después de la síntesis (der.), se puede observar que el tamaño de partículas antes de las síntesis varía de 1,7 a 9  $\mu\text{m}$ , y después de la síntesis de 0.17 a 3  $\mu\text{m}$ .

#### 4.4. Depósito de $Gd_2O_3$ al sustrato de Silicio

En este proceso se trabajó solo con nueve dispositivos: cuatro de ES-PB 5-60, cuatro de ES-PB 50-500 uno por cada profundidad de canal (40, 80, 100 y 140 micrones) y además de un patrón cuadrado O3. El proceso de depósito como se ilustra en la Figura 4.15, se realiza por capas y consiste en suspender el polvo sintetizado (100mg) en etanol absoluto (1,5ml) durante 30 minutos en el baño ultrasónico, con el fin eliminar las aglomeraciones entre las partículas de  $Gd_2O_3$ . La suspensión líquida se deposita en las cavidades del dispositivo en pequeñas cantidades y quedando alojado el polvo luego de evaporar el etanol con luz infrarroja. Este conjunto de pasos generó una capa delgada de  $Gd_2O_3$  en las cavidades del sustrato y se repitió hasta rellenar toda la profundidad z del sustrato, formando varias capas de  $Gd_2O_3$  hasta el nivel de la superficie de silicio.



**Figura 4.15:** Proceso de depósito de  $Gd_2O_3$ : (a) Suspensión de las partículas en etanol absoluto. (b) Depósito a las cavidades del sustrato de Si (c) Evaporización del etanol con la luz infrarroja y (d) limpieza del material  $Gd_2O_3$  excedente con un pedazo de la oblea de Si.

#### 4.4.1. Tratamiento térmico de sinterización

La sinterización es el paso de procesamiento que tiene como objetivo conferir resistencia mecánica a los polvos cerámicos o metálicos, moldeados por prensado o depositados como películas. El proceso ocurre por coalescencia de las partículas en fase sólida o líquida para formar una masa más densa. La sinterización es posible a través de un tratamiento térmico, donde la temperatura debe ser eficaz para estimular los mecanismos de transporte de materia que conllevan a la densificación requerida y a la vez debe ser lógicamente inferior al punto de fusión del material (Kang, 2005).

Los mecanismos de sinterización se producen en tres etapas sucesivas o simultáneas y son: en etapa inicial, intermedia y final. En algunos casos, existe la etapa cero, que corresponde a la etapa de reordenamiento de las partículas para su posterior unión por contacto puntual llamado cuello.

La etapa inicial consiste en el redondeo de partículas, la formación de cuellos con bajo crecimiento de grano y una reducción significativa en el área de superficie y la porosidad. Esta etapa progresa hasta el punto donde los cuellos interfieren entre sí.

La etapa intermedia inicia mecanismos de densificación como la difusión volumétrica

por la red cristalina en la que hay un rápido crecimiento del grano, contracción de poros y aumento de la densidad del material hasta  $\sim 90\%$  de la densidad teórica.

La etapa final se caracteriza por la eliminación de poros residuales con poca o ninguna densificación, pero se observa crecimiento de grano (ver Figura 4.16).

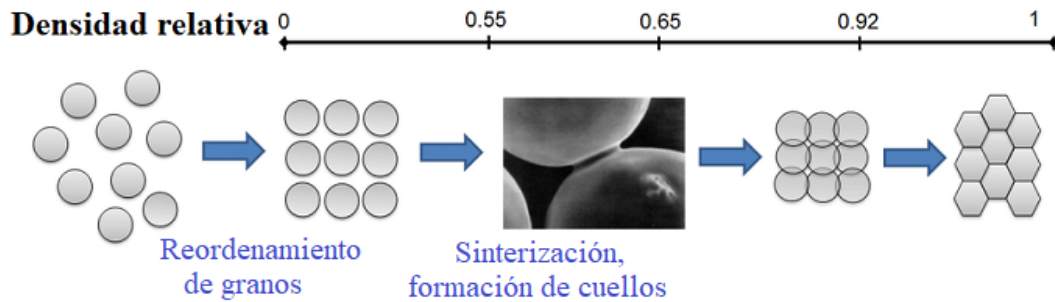


Figura 4.16: Etapas de la sinterización

El tratamiento térmico (TT) se realizó al dispositivo, con el fin de compactar el polvo  $Gd_2O_3$  en el sustrato de Si. Dado que la temperatura de fusión del reactivo comercial sigma GO125 es de  $2330^\circ\text{C}$  y la del sustrato de silicio mono-cristal es de  $1410^\circ\text{C}$ , el tratamiento térmico se realizó a  $1000^\circ\text{C}$  durante una hora (ver Figura 4.17).

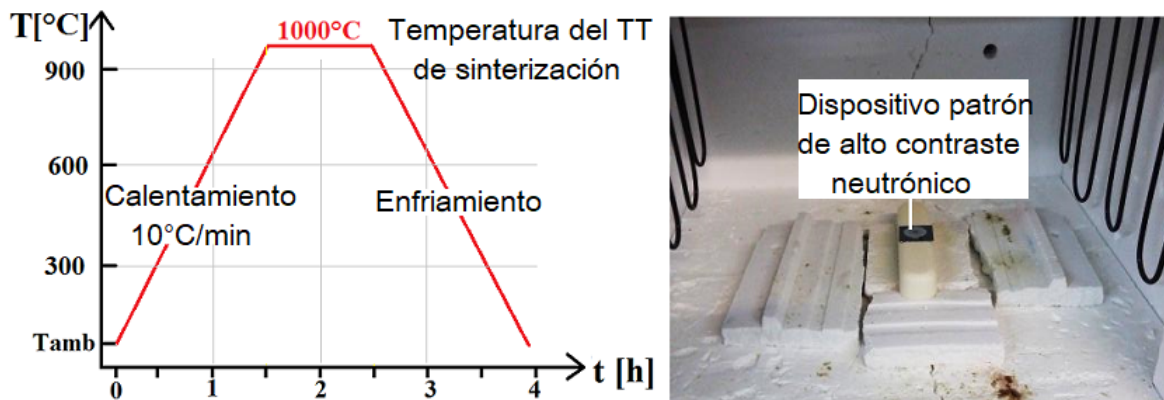
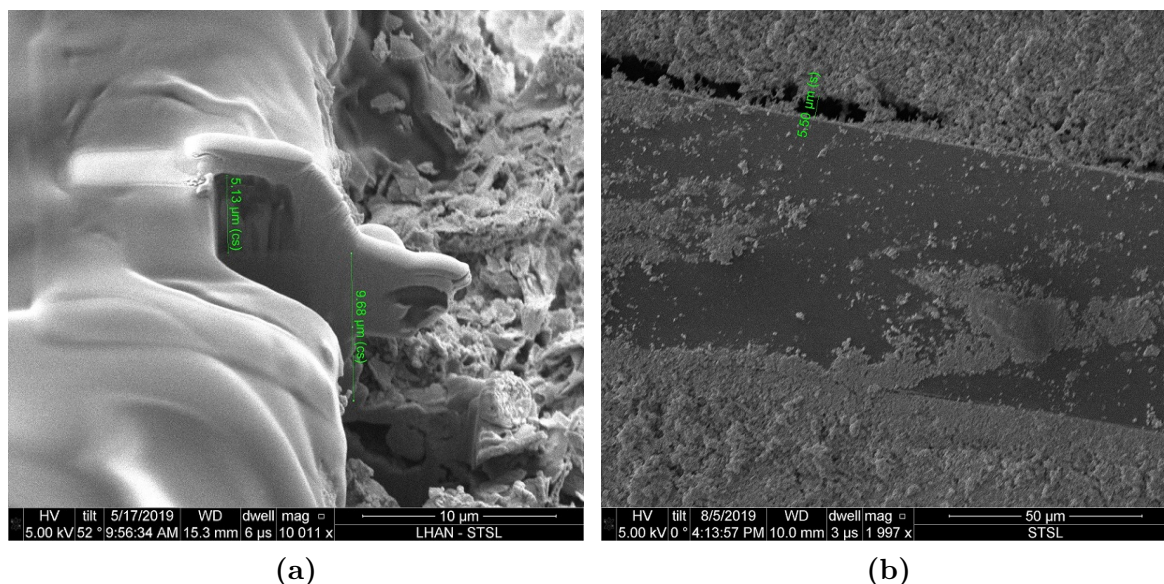


Figura 4.17: Tratamiento térmico de sinterización para el dispositivo de alto contraste neutrónico. Rampa de temperatura (izq.) y fotografía del dispositivo en el horno (der.).

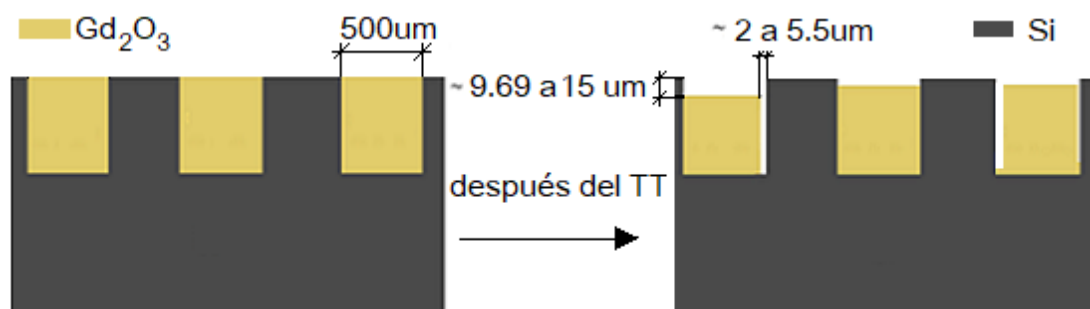
Para el estudio de este proceso se utilizó el dispositivo LAHN en su primera versión. Se trata de la estrella Siemens 'ES01', de un diámetro de 5 cm, con 157 motivos equi-espaciados, rango del ancho de línea de 5 a  $500\ \mu\text{m}$  y profundidad promedio de  $(86 \pm 1)\ \mu\text{m}$ . De cual se realizó el proceso de depósito a las muestras ES01-A y C que son  $1/8$  del dispositivo ES01.

El análisis y caracterización de este paso fue por SEM antes y después del TT, y los resultados muestran que la sinterización llegó hasta la etapa cero, es decir se observó un reordenamiento de las partículas de tal forma que se obtuvo una ligera densificación del polvo. También se logró medir las dimensiones del polvo que disminuyeron dentro

la cavidad de  $x_d = 500\mu m$  después del TT, se midió una disminución en profundidad de 9.69 hasta  $\sim 15\mu m$  a partir de la muestra ES01-A (ver Figura 4.18a) y una reducción a lo largo  $x$  de 2 hasta  $5.5\mu m$  a partir de la muestra ES01-C (ver Figura 4.18b), como se esquematiza en la Figura 4.19.



**Figura 4.18:** Imágenes SEM después del TT de sinterización, para la medición de la disminución del espesor del material absorbente en la muestra ES01-A (a) y la disminución a lo largo de  $x$  de la muestra ES01-C (b).



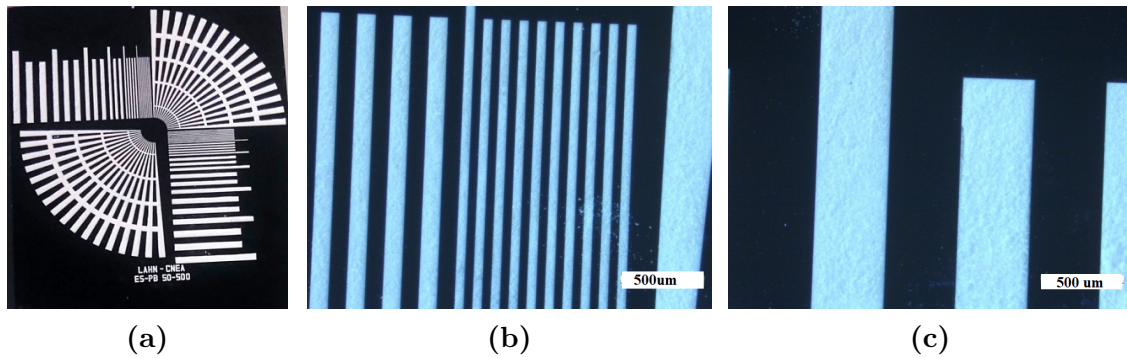
**Figura 4.19:** Esquema del dispositivo de alto contraste neutrónico ES01, antes y después del tratamiento térmico de sinterización

Finalmente, luego de analizar las muestras ES01, se decidió realizar un depósito posterior al TT para terminar de rellenar por completo las cavidades del sustrato de Si con el polvo de  $Gd_2O_3$ .

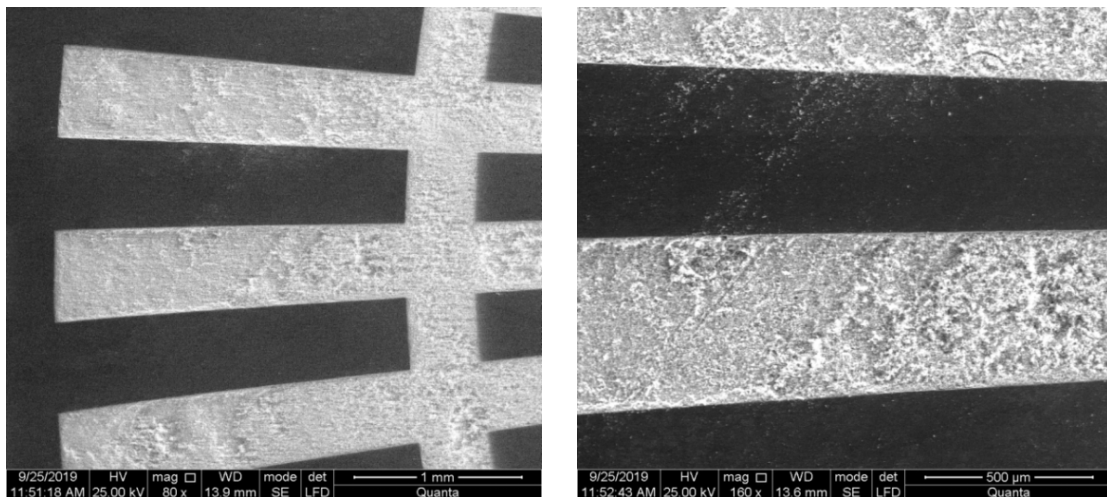
#### 4.4.2. Caracterización de los dispositivos ES-PB 5-60 y 50-500

Se caracterizó por el microscopio óptico Leica DM 2700M (ver Figura 4.20) y por SEM (ver Figura 4.21), y se pudo apreciar un depósito homogéneo y totalmente rellenas las cavidades del sustrato, para los dispositivos patron cuyos anchos de canal son

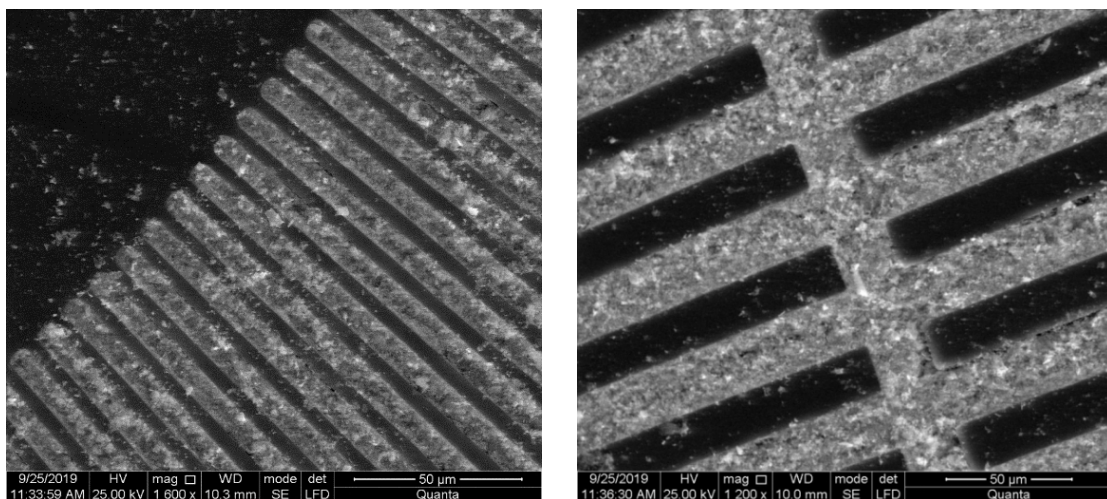
superiores a 10 micrones, sin embargo, para anchos  $\sim 5\mu m$  del ES-PB 5-60 se observó un depósito no homogéneo, ver Figura 4.22.



**Figura 4.20:** (a) Fotografía del dispositivo de alto contraste neutrónico ES-PB 50-500. Imágenes por microscopio óptico Leica DM 2700M del dispositivo de barras de 500  $\mu m$  (b) y de 50 a 100  $\mu m$  (c).



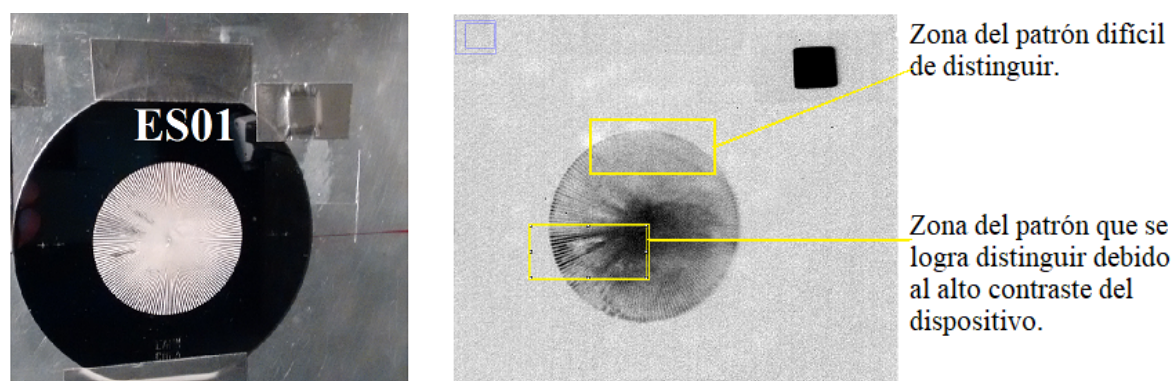
**Figura 4.21:** Imágenes SEM del dispositivo de alto contraste neutrónico ES-PB 50-500 O4.



**Figura 4.22:** Imágenes SEM del dispositivo de alto contraste neutrónico ES-PB 5-60 O3.

## 4.5. Optimización de los dispositivos

De acuerdo a las experiencias anteriores de la primera versión de estrella Siemens ES01 (2017), se observó la falta de adherencia entre el polvo  $Gd_2O_3$  y el sustrato de Si. A medida que se manipulaba el dispositivo se observaba pérdida del material absorbente de neutrones y se vio reflejado en la pérdida de contraste en las imágenes por neutrones, como se ilustra en la Figura 4.23.



**Figura 4.23:** Estrella Siemens ES01 (izq.), y su imagen obtenida a partir del instrumento de imágenes por neutrones del reactor RA-6(der.).

Para resolver el tema de adherencia se propusieron varias metodologías, de las cuales se utilizó materiales adhesivos como el butiral de polivinilo (PVB), fotoresina positiva AZ9260 y paraloid B-72. Son materiales altamente adhesivos sobre la superficie de Si. Las metodologías elegidas de interés fueron dip coating y spin coating, capaces de generar capas finas de recubrimiento al dispositivo [42], como se resume en la Tabla 4.7 para diferentes muestras de la estrella Siemens denominadas ES01-A, D, E y F.

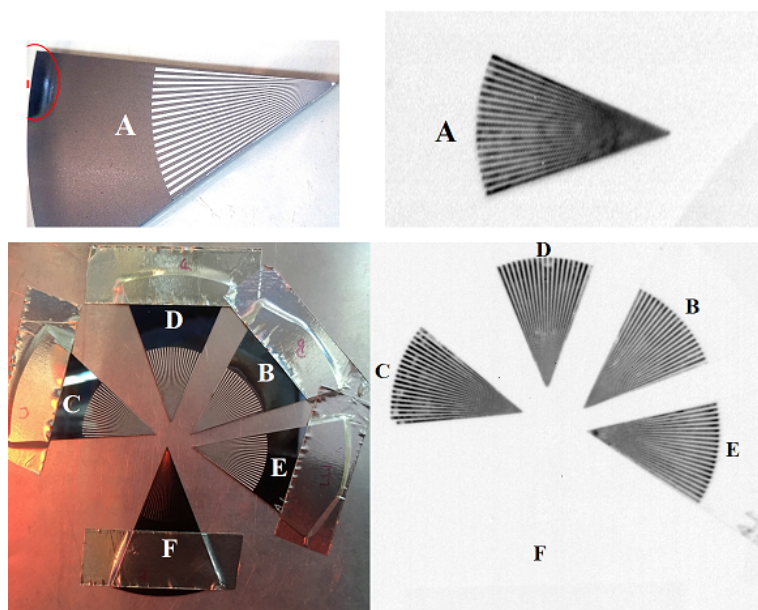
Cada metodología se caracterizó mediante un ensayo de neutrografía en el reactor RA-6, CAB. En principio se evaluó que la influencia de la incorporación de polímeros en las muestras ES01-A, B, D y E comparado con la muestra ES01-C (realizado sin agregar ningún polímero); no produce una significativa disminución del contraste en la imagen, como se ilustra en la Figura 4.24.

Comparando entre técnicas y materiales: el paraloid-B72 ofrece mejores propiedades mecánicas y además es transparente, se concluyó que permite una mejor inspección visual luego del recubrimiento.

En cuanto a las técnicas de recubrimiento, *spin coating* ofrece una capa fina, y uniforme con la capacidad de controlar el espesor a diferencia de la técnica de aerografía, donde el espesor varía de 2 a 28  $\mu m$ . Además por *spin coating* el material  $Gd_2O_3$  se mantiene en las cavidades de su sustrato a diferencia de la técnica de *dip coating*. Donde se observó remoción del polvo de manera considerable ya que consiste en sumergir/emergir verticalmente el dispositivo en el polímero a una velocidad muy lenta ( $\sim 1mm/s$ ), para generar una capa uniforme.

Nombre	Método	Características
ES01-A	Recubrimiento con una capa fina de paraloid-B72, mediante la técnica de aerografía	Se midió el espesor que varía de 2 hasta $28 \mu m$ por perfilómetro de contacto.
ES01-C	Ninguno	Muestra para fines de comparativos en la imagen por neutrones.
ES01-D	Durante el proceso de depósito del material absorbente de neutrones, se agregó PBV a la suspensión.	Esta muestra no se realizó el tratamiento térmico de sinterización para mantener el material Butiral de polivinilo PVB.
ES01-E	Durante el proceso de depósito, se agregó PVB durante la suspensión.	A diferencia de la muestra ES01D, se realizó el TT de sinterización.
ES01-F	Muestra solo con fotoresina positiva AZ9260, depositado por spin coating, en la sala limpia.	Caracterizado por perfilometría de contacto y se obtuvo un espesor de $8.3 \mu m$
ES-PB 50-500 O1	Aplicación de una capa fina de paraloid B-72 al dispositivo, mediante la técnica de dip coating	Se midió un espesor que varía de 3 a $20 \mu m$ por perfilometría óptica (previamente metalizado).
Muestras de Si (100)	Aplicación de una capa fina de paraloid B-72, sobre la superficie de Si, mediante spin coating.	Fue posible generar una capa fina, transparente y uniforme.

**Tabla 4.7:** Metodologías para mejorar la adherencia entre el polvo  $Gd_2O_3$  y el sustrato de silicio.

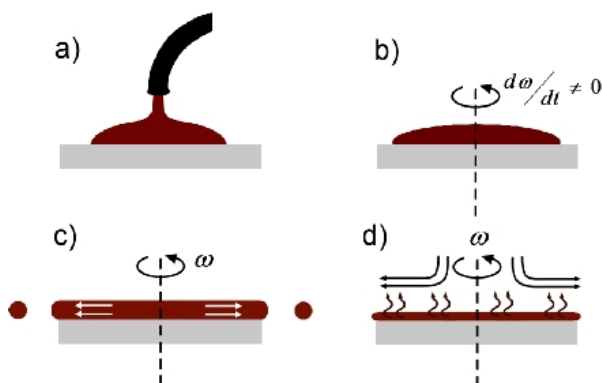


**Figura 4.24:** Muestras ES01 - A, C, D, E y F: Esquema experimental para neutrografía (izq.), y su imagen obtenida a partir del instrumento de imágenes por neutrones del reactor RA-6(der.).

### 4.5.1. Recubrimiento con Paraloid B-72

Se utilizó el barniz paraloid B-72 (Dekora) en el solvente tolueno (172 mg de Paraloid/ml de solvente) y está compuesto por un copolímero de metacrilato de etilo (70 %) y acrilato de metilo (30 %). La resina tiene todas las características de resinas acrílicas, tales como una excelente resistencia al agua, ácidos, bases, aceites, grasas y vapores químicos.

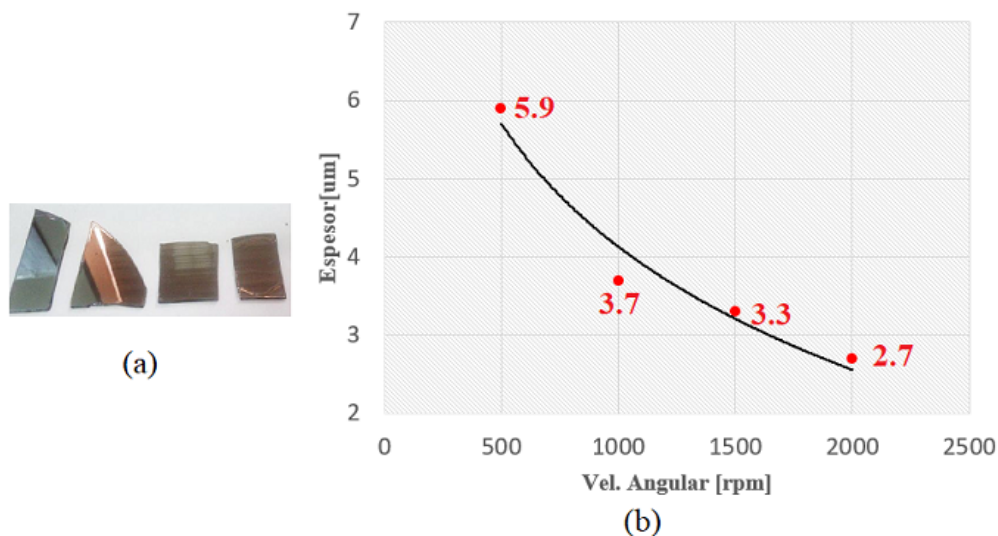
En definitiva, se elige un recubrimiento con el polímero paraloid B-72 mediante la técnica de *spin coating*, para ello se muestran los resultados de las muestras de Si (100) señaladas en la Tabla 4.7. Se realiza de un recubrimiento a cuatro muestras de la oblea de Si (100) mediante *spin coating* a diferentes velocidades de rotación 500, 1000, 1500 y 2000 rpm, por 30 segundos cada uno. En el centro de cada muestra, se aplicó una pequeña cantidad del barniz paraloid de  $\sim 50\mu L$  medido con una micropipeta. Luego la muestra se gira a alta velocidad para extender el material por fuerza centrífuga y mientras la rotación continúa el fluido rodea por los bordes la superficie de la muestra, hasta que se alcanza el grosor deseado de la película y el solvente (tolueno) se evapora simultáneamente, ver Figura 4.25.



**Figura 4.25:** Proceso de recubrimiento con la técnica de spin coating para generar una capa fina de paraloid B-72, a. mojado de la superficie b. inicio de la rotación c. durante el proceso gira retirando el exceso para alcanzar el espesor a dicha velocidad s. evaporización del solvente.

Las muestras luego del recubrimiento se caracterizaron por perfilometría óptica, previamente retirado el recubrimiento en una zona y metalizada, con el fin de medir el espesor de la capa fina de paraloid y como resultado se pudo graficar la curva de espesor en función de la velocidad angular, ilustrada en la Figura 4.26.

Se selecciona como espesor óptimo el obtenido mediante una velocidad angular de 2000 rpm. Este recubrimiento demostró ser resistente luego de realizar varias pruebas de integridad mecánica, apoyando los dispositivos de manera vertical y dejándolas caer. También se observó por microscopio óptico que no presentó pérdidas del material  $Gd_2O_3$  debido a la capa de aproximadamente  $2.7\mu m$  de espesor según la curva de la Figura 4.26.



**Figura 4.26:** (a) Muestras de Si (100), después del proceso de recubrimiento. (b) Curva de espesor de la capa paraloid B72 en función de la velocidad angular del spinner.



**Figura 4.27:** Dispositivo de alto contraste neutrónico con recubrimiento de paraloid B-72.

Este depósito se realizó en todos los dispositivos fabricados. Por lo tanto se tiene como resultado nueve dispositivos que representan a todo el rango de resolución de interés que es de 5 a 500  $\mu m$ , como ser los dispositivos ES-PB con rango 5 a 60  $\mu m$  y 50 a 500  $\mu m$  (O1, O2, O3 y O4) y además un cuadrado O3, listos para su respectiva caracterización mediante un ensayo de neutrografía.

# Capítulo 5

## Caracterización del dispositivo de alto contraste neutrónico

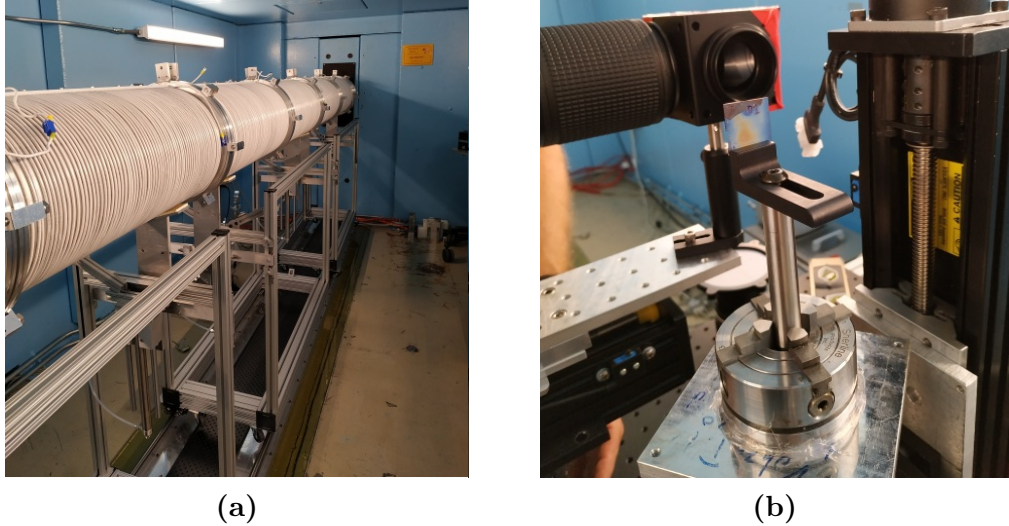
Este capítulo trata de la caracterización de los dispositivos de alto contraste neutrónico de alta resolución (ES PB 5-60), los más demandantes desde el punto de vista de su fabricación. En particular, se caracterizó aquí por medio de imágenes por neutrones a 4 dispositivos con distinta profundidad (espesor) nominal de óxido de Gd, (O1:140 $\mu\text{m}$ , O2:100 $\mu\text{m}$ , O3:80 $\mu\text{m}$  y O4:40 $\mu\text{m}$ ), con el fin de determinar la eficacia del proceso de depósito.

### 5.1. Caracterización por el instrumento *Cold Neutron Imaging* del NIST

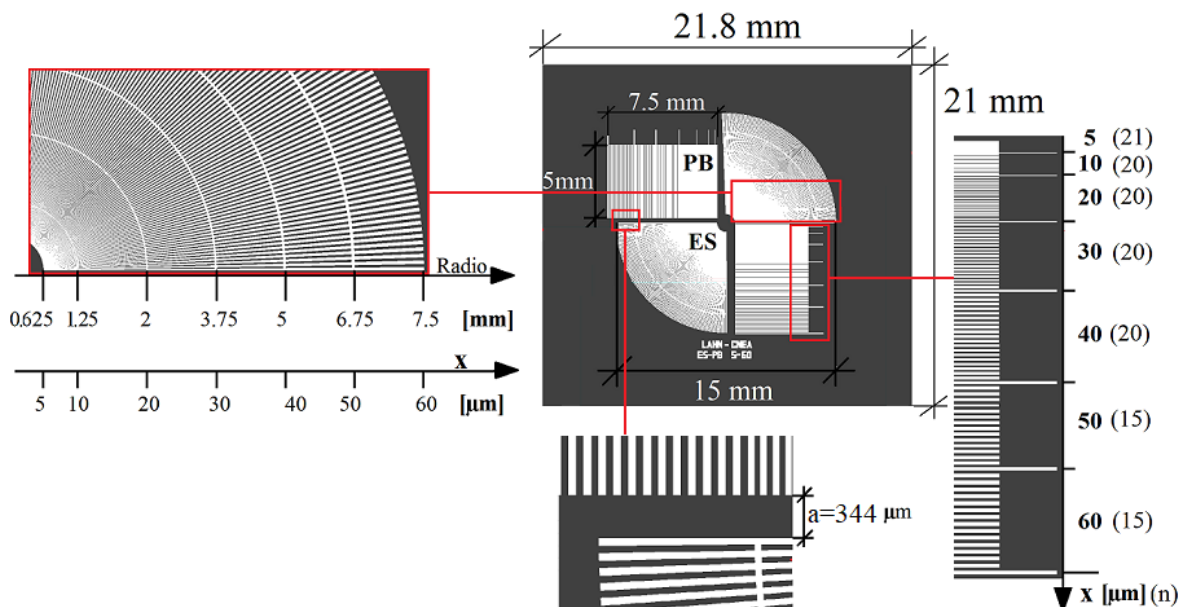
La caracterización se enfoca en la medición del ancho ( $x$ ) y la transmisión ( $T$ ) de las líneas de  $Gd_2O_3$  que conforman el patrón. La importancia de la presente caracterización, es que el ancho de línea mínimo observable en una imagen por neutrones es la resolución espacial efectiva que ofrece un instrumento de imágenes por neutrones. Por otro lado, existe demasiada incerteza con respecto al proceso de depósito del material absorbente de neutrones en las cavidades debido a su difícil caracterización por ser una magnitud volumétrica. Sin embargo, es posible caracterizarla por medio de la medida de transmisión donde la uniformidad de la misma a lo largo de una línea describe la eficiencia del depósito de material absorbente  $Gd_2O_3$ .

La caracterización de los dispositivos mediante el instrumento fue posible por la colaboración del Dr. Daniel Hussey (daniel.hussey@nist.gov), responsable del instrumento *Cold Neutron Imaging* [7]. El instrumento se encuentra en el NCNR (*NIST Center for Neutron Research*) que forma parte del *National Institute of Standards and Technology* (NIST) en Gaithersburg, USA. Es un centro nacional de investigación que utiliza neutrones térmicos y fríos. El *Cold Neutron Imaging Station* fue instalado sobre

la guía de neutrones fríos (*Cold neutron guide NG-6*) y es una guía recta para neutrones fríos moderados con hidrógeno líquido a una temperatura de 20K, ver Figura 5.1(a). En cuanto el sistema de detección de neutrones, trabaja con centelladores Ga-dOx con espesores nominales de  $7\ \mu\text{m}$  y  $20\ \mu\text{m}$ . Estos centelladores están acoplados a una cámara Andor Neo científica de semiconductores de óxido de metal (sCMOS).



**Figura 5.1:** (a) Guía NG-6 de la estación de *Neutron Imaging* del NIST. (b) Ensayo de neutrografía del dispositivo patrón ES-PB 5-60.



**Figura 5.2:** Dimensiones del dispositivo ES-PB 5-60.

Con este tipo de instrumento es posible caracterizar los patrones LAHN de alta resolución, es decir, los dispositivos ES-PB 5-60 O1, O2, O3 y O4. Cada dispositivo es capaz de medir resoluciones en un rango de 5 a  $60\ \mu\text{m}$ . Para la caracterización de cada dispositivo es conveniente usar el patrón de barras debido a su geometría

sencilla comparada con la ES. El patrón de barras consiste de grupos de 15-21 cavidades (ver Figura 5.2), con dimensiones idénticas entre sí (dentro de un mismo grupo). Las características de cada uno de estos grupos son: el ancho de la cavidad  $x$ , la profundidad  $z$ , la separación entre cavidades  $l$  (ver Figura 4.11).

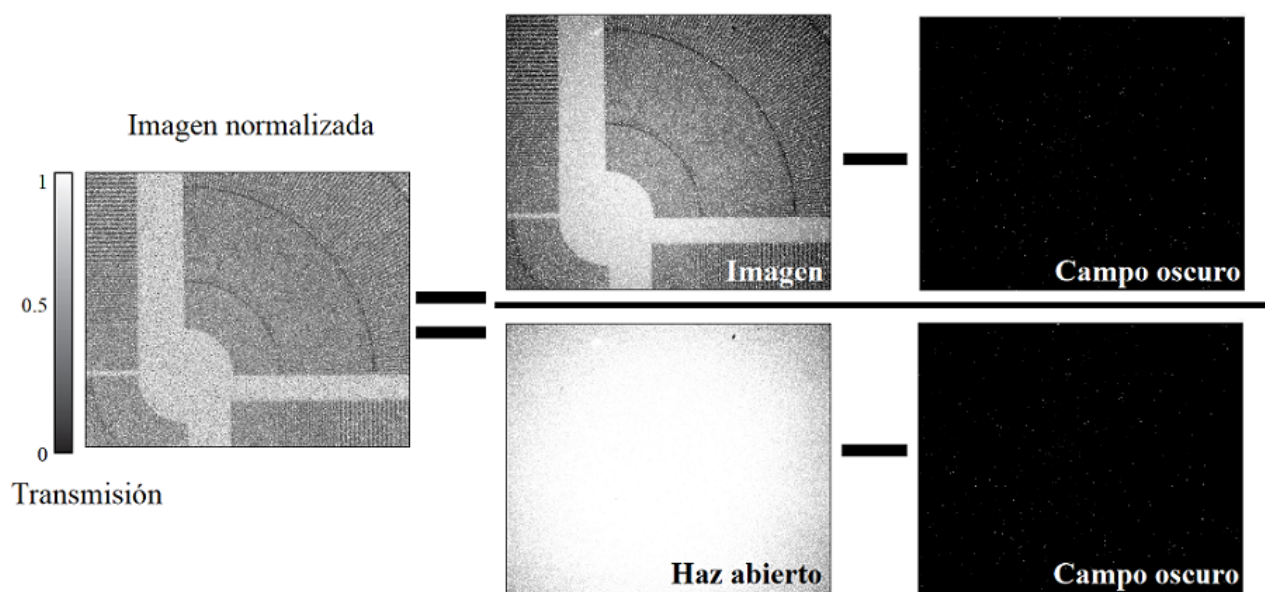
## 5.2. Ensayo de neutrografía

El ensayo de neutrografía se realizó con la siguiente configuración del instrumento: haz de neutrones fríos, centellador de GadOx (P43) de  $20\mu m$  de espesor aproximadamente, una relación de colimación  $L/D=600$ , distancia entre la muestra y centellador de aproximadamente 1cm. Además, aprovechando los diferentes lentes se obtuvieron imágenes con cuatro aumentos (M4) y dos aumentos (M2), con tamaños de pixel de  $1.6\mu m$  y  $3.3\mu m$ , respectivamente. De la ecuación 2.1, y los parámetros definidos, la resolución intrínseca para todas las radiografías es de  $d = 16,7\mu m$ . Luego de ajustar los parámetros del instrumento, el ensayo consistió en la toma de imágenes con tiempo de exposición de 1 min.

## 5.3. Adquisición y procesamiento de la imagen

La imagen adquirida por el sistema, es digitalizada. La imagen digital es una representación bidimensional de una imagen a partir de una matriz numérica  $m \cdot n$  de intensidades, es decir, un conjunto de datos.

Las imágenes están contaminadas por varios factores inherentes al sistema y la medición: ruido electrónico del sistema del detector, variaciones espaciales y temporales en la intensidad del haz incidente, inhomogeneidades en el centellador y el detector y puntos blancos causados por neutrones rápidos o radiación gamma (aún con el espejo que desvía solo la luz). Los primeros tres efectos pueden corregirse mediante la sustracción del campo oscuro y la normalización por el haz directo. Las manchas blancas aumentan con el tiempo de exposición, se pueden eliminar o marginar mediante operaciones de filtrado digital y/o la medición de varias imágenes que permitan aplicar filtros estadísticos como por ejemplo la mediana, la corrección de estos detalles no es trivial y sigue siendo un desafío. Para realizar la normalización, se tomó, el conjunto de datos del objeto (I). Un conjunto de haz abierto (OB) cuando esta en ausencia del objeto pero el haz está encendido. Se toma un conjunto opcional de campo oscuro (DF) cuando el haz está apagado y el objeto ausente. El campo oscuro permite limpiar los ruidos electrónicos de las imágenes. El principio de normalización puede resumirse en la Figura 5.3, el cual esta definido por la ecuación 5.1 y a la vez sirve para obtener la transmisión ' $T$ ' del objeto.

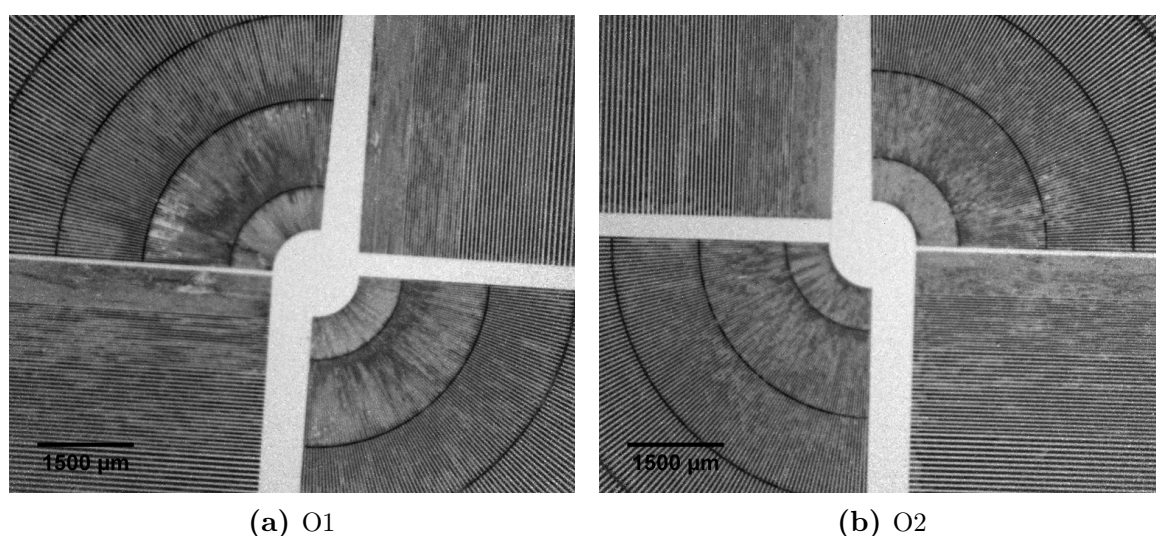


**Figura 5.3:** Normalización de una imagen por neutrones

$$I_N(i, j) = T = \frac{I(i, j) - DF(i, j)}{OB(i, j) - DF(i, j)} \quad (5.1)$$

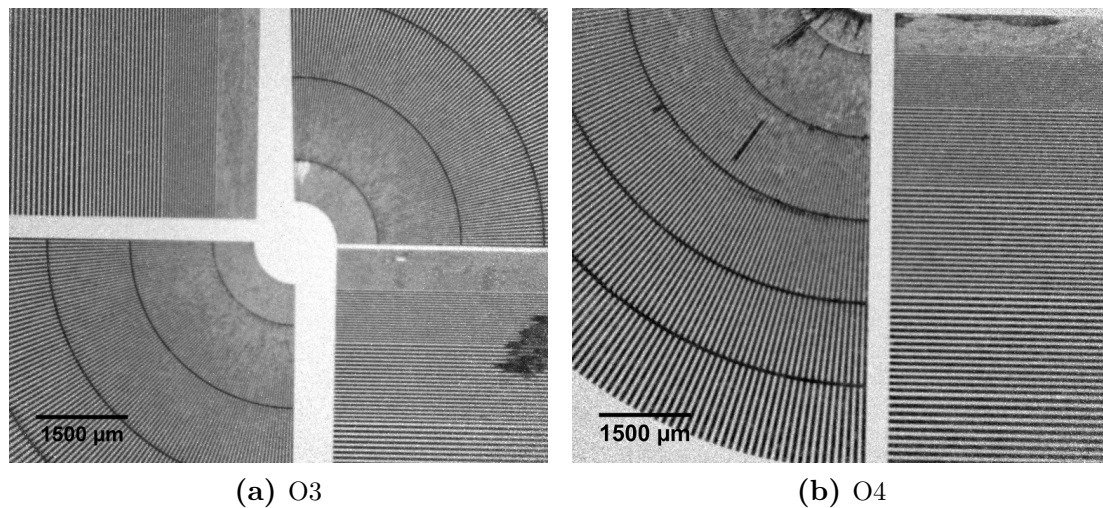
Donde  $I_N$  es la imagen normalizada adimensional,  $I$  es la imagen adquirida,  $DF$  (*Dark Field*), es la imagen en campo oscuro, y  $OB$  (*Open Beam*) en el haz abierto. Los sufijos  $i$  y  $j$  son los píxeles en  $x$  y  $y$  a lo largo de las imágenes.

Todas las operaciones de la ecuación 5.1, se realizaron mediante el software ImageJ [43]. Luego de normalizar a cada imagen se aplicó un filtro mediano con un radio de 6 píxeles, dando como resultado las radiografías (M2) de las Figuras 5.4 y 5.5.



**Figura 5.4:** Radiografías por el sistema de imágenes por neutrones del NIST “*Cold Neutron Imaging*” de los dispositivos ES-PB 5-60 O1 y O2.

En las radiografías de cada dispositivo se pueden observar algunas manchas oscuras,

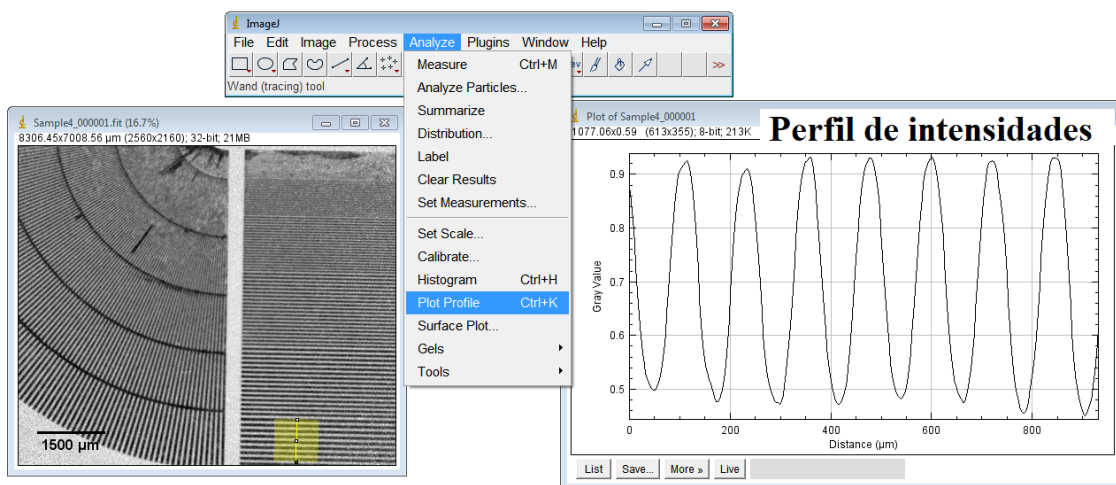


**Figura 5.5:** Radiografías por el sistema de imágenes por neutrones del NIST “Cold Neutron Imaging” de los dispositivos ES-PB 5-60 O3 y O4.

que fue por cavidades rotas durante su fabricación y en especial la mancha blanca del dispositivo O3 es debido de la fotoresina quemada durante el proceso DRIE.

### 5.3.1. Método de evaluación de los datos

A continuación se explica el procedimiento de medición de ancho y transmisión, a partir de un ejemplo de medida para el dispositivo ES-PB 5-60 O4 con  $x_d = 60\mu m$ . Inicialmente se procedió al análisis de la imagen normalizada con el software ImageJ y a partir de la medida de referencia de diseño (Figura 5.2  $a = 344\mu m$ ), se colocó la escala correspondiente. Luego, se levantó un perfil de intensidades (de 300 pixeles de ancho), sobre el patrón de barras de  $x_d = 60\mu m$ , como se observa en la Figura 5.6.



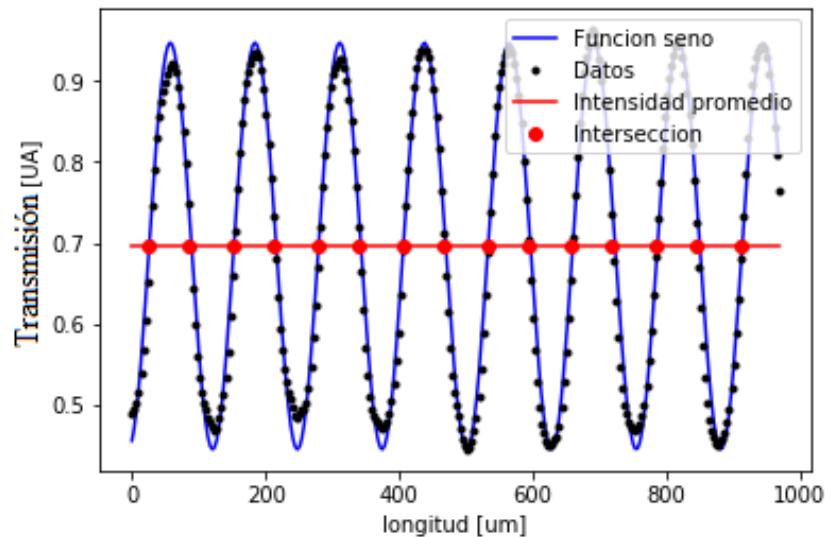
**Figura 5.6:** Ejemplo para obtener datos de intensidades a partir de la imagen por neutrones del dispositivo ES-PB 5-60 de la O4

Los datos del perfil de intensidades en función de la longitud del perfil se procesaron

mediante el código denominado '*InterseccionFuncionSeno.py*'[44] desarrollado ad hoc para realizar dos tareas principales (para más detalles ver apéndice A):

- Ajuste al perfil experimental con un método que minimiza la suma de cuadrados de la función senoidal, para minimizar la diferencia entre los datos y el modelo.
- Cálculo del ancho promedio para los mínimos y máximos de la función senoidal. Dado que los patrones que comprenden un número finito de motivos periódicos es posible realizar un ajuste senoidal donde el ancho del motivo puede estar representado por la frecuencia espacial.

Como resultado del código para el dispositivo ES-PB 5-60 O4 ( $x_d = 60\mu m$ ) se tiene la Figura 5.7 y sus respectivos parámetros descritos en la Tabla 5.1.



**Figura 5.7:** Gráfica del ajuste senoidal del perfil de intensidades para  $x_d = 60\mu m$

Salida de datos ES-PB 5-60 O4, $x_d = 60\mu m$				
$x_n[\mu m]$	$l_n[\mu m]$	$ A [UA]$	$\frac{\lambda}{2}[\mu m]$	$T_{Gd_2O_3}[UA]$
$67 \pm 3$	$60 \pm 3$	$0,25 \pm 0,02$	$63,4 \pm 3$	$0,44 \pm 0,02$

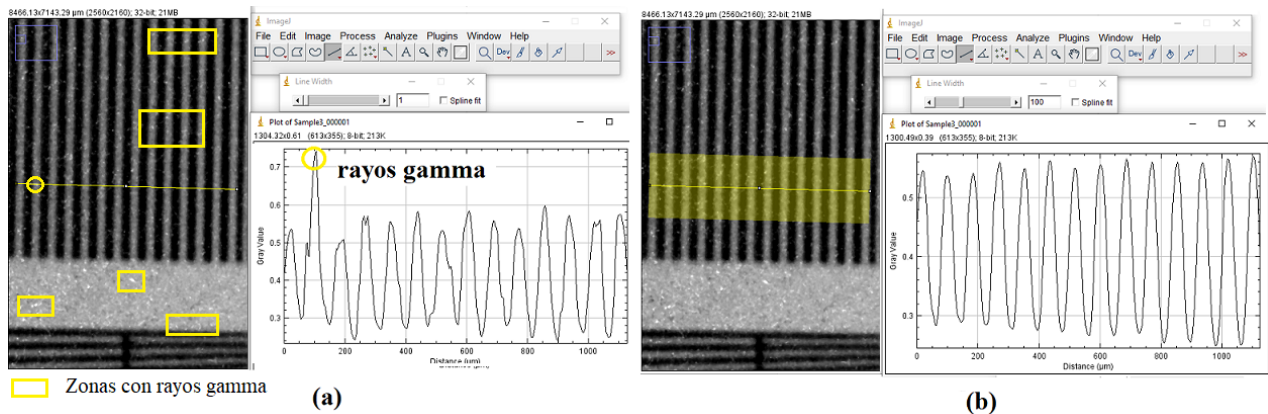
**Tabla 5.1:** Parámetros de ajuste senoidal de la gráfica 5.7.

Del ajuste senoidal, los parámetros de interés son la amplitud  $A$  (con unidades adimensionales UA) y el período de oscilación, donde  $\lambda/2$  es el promedio entre los anchos medidos mediante radiografía de neutrones  $x_n$  y  $l_n$ . A partir de la amplitud y la intensidad promedio ( $\bar{I}$ ) se calculó la intensidad mínima ( $I_{min}$ ) ó la transmisión ( $T$ ) del haz de neutrones a través del material absorbente de neutrones  $Gd_2O_3$ . El error de la medida del ancho para todos los casos será el tamaño de pixel en la imagen y tiene un valor de  $3\mu m$  ya que en todos los casos se observó que es mayor al error estadístico. El

error de la  $I_{min}$  se calcula por propagación de errores, considerando  $\bar{I}$  constante dando como resultado igual al error de la amplitud.

### 5.3.2. Evaluación de perfiles de transmisión

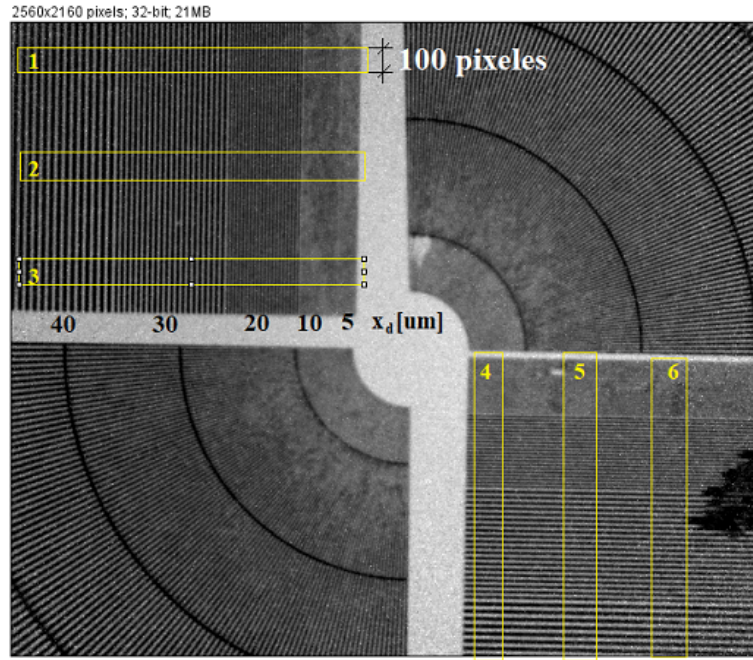
Se midió la transmisión para  $x = ctte$  en diferentes regiones del dispositivo ES-PB 5-60 O3 con el fin de conocer la efectividad del proceso de depósito del material absorbente. La medida se analizó a partir de perfiles de intensidad con ancho de 100 píxeles ( $\sim 330\mu m$ ) con el software ImageJ, es decir, la medición de la transmisión promedio de 100 valores de intensidad (1 valor/píxel). Este promedio permitió analizar los datos sin la influencia del ruido en la imagen debido a los rayos gamma. Por ejemplo en la Figura 5.8 se ilustra el caso (a) un perfil de intensidades con un ancho de 1 píxel donde se observa la influencia del ruido en la imagen modificando el perfil de intensidades esperado. En el caso (b) se muestra un perfil de 100 píxeles de ancho y se observa un perfil de intensidades senoidal sin la influencia del ruido de fondo.



**Figura 5.8:** Perfil de intensidades de 13 motivos del patrón con tamaño de 1 píxel (a) y de 100 píxeles (b)

En principio, como las cavidades del patrón de barras conforman líneas de 5mm de largo, la transmisión podría variar a lo largo de esta dirección para  $x_d = ctte$ . Las mediciones se realizaron en seis sectores distintos del patrón, ver la Figura 5.9. Usando el código '*InterseccionFuncionSeno.py*' los resultados se escriben en la Tabla 5.2

De los datos medidos fue posible calcular el promedio de transmisión del material absorbente ( $\bar{T}$ ), su error estadístico ( $e_{\bar{T}}$ ) y error porcentual de la medida ( $\%E$ ). Del cual el error porcentual no supera el 4.5%, es decir que las cavidades presentan un depósito uniforme a lo largo del ancho de línea constante y una buena efectividad del proceso de depósito del material absorbente al menos se sabe con certeza para las cavidades con anchos mayores o iguales a  $20\mu m$ . Como resultado de la efectividad del proceso es posible evaluar la transmisión en una región que será representativa a otras regiones con al menos un tamaño de perfil de 100 píxeles.



**Figura 5.9:** Radiografía del dispositivo de alto contraste neutrónico O3 - M2.

$x_d[\mu m]$	20	30	40
No	T [%]		
1	35.74	29.66	28.58
2	37.23	29.51	26.49
3	39.32	30.20	25.81
4	41.79	33.72	30.32
5	41.22	35.16	31.62
6	40.61	35.95	34.36
$(\bar{T} \pm e_{\bar{T}})$ [%]	$39 \pm 1$	$32 \pm 1$	$30 \pm 1$
$\%E$ [%]	2.5	4	4.5

**Tabla 5.2:** Variaciones de transmisión en función de  $x_d$

## 5.4. Resultados

A partir del método de evaluación de datos se generó la Tabla 5.3 para los dispositivos ES-PB 5-60 O1, O2, O3 y O4; donde la  $T_{Gd_2O_3}$  se presenta con unidades de %.

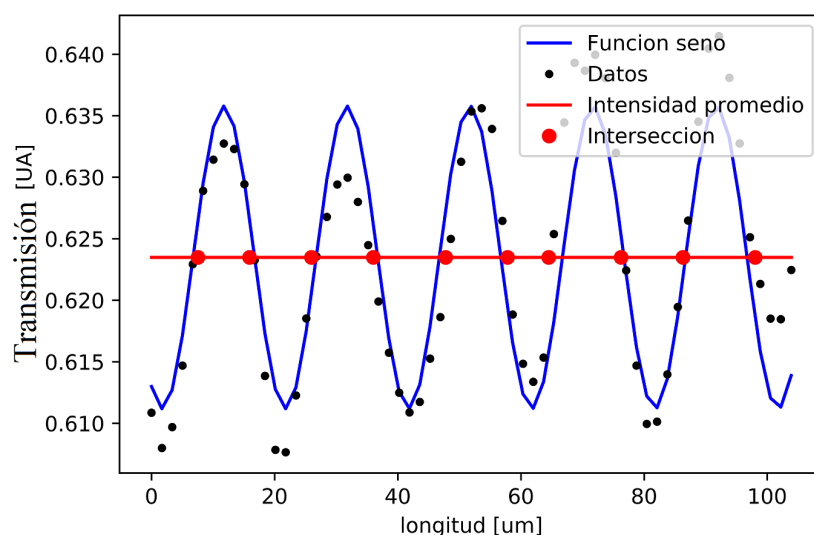
De los resultados fue posible calcular el ancho promedio  $\bar{x}_n$ , además la diferencia porcentual entre  $\bar{x}_n$  y  $\bar{x}_p$  (el promedio del ancho medido por perfilometría óptica de la Tabla 4.4) que varía de 1 a 6 %, son diferencias porcentuales bajas y aceptables. Donde el error porcentual ( $\%E$ ) nos indica el efectividad del proceso de micromaquinado y

$x_d[\mu m]$	$x_n[\mu m]$				$\bar{x}_n \pm e_{\bar{x}_n}$ % E		$T_{Gd_2O_3}$ [%]			
	O1	O2	O3	O4	$[\mu m]$	[%]	O1	O2	O3	O4
20	21	19	21	22	$20.8 \pm 0.6$	3	$30.3 \pm 0.8$	$37.2 \pm 0.4$	$38.4 \pm 0.8$	$64 \pm 1$
30	33	31	32	32	$32.0 \pm 0.4$	1.3	$26.4 \pm 0.7$	$30.3 \pm 0.9$	$29.5 \pm 0.9$	$58.5 \pm 0.8$
40	44	42	44	43	$43.2 \pm 0.5$	1.1	$25 \pm 1$	$26 \pm 1$	$26.1 \pm 0.7$	$52.2 \pm 0.6$
50				54	$54 \pm 3$	5.6				$46.1 \pm 0.9$
60				67	$66 \pm 3$	4.5				$44 \pm 2$

**Tabla 5.3:** Resumen de datos de los anchos  $x_n$  y transmisión del material absorbente  $T_{Gd_2O_3}$ , caracterizados a partir de imágenes por neutrones (M2) de todos los dispositivos ES-PB 5-60.

la diferencia porcentual nos indica que una caracterización del ancho por perfilometría óptica es representativa para los dispositivos.

Por otro lado, debido a la resolución intrínseca ( $16,7 \mu m$ ) del instrumento no fue posible caracterizar los anchos de línea de 5 y  $10 \mu m$  porque medidas por debajo de la resolución intrínseca no se consideran confiables. Sin embargo, para la radiografía con magnificación M4 del ES-PB 5-60 O3 se midió una señal periódica para  $x_d = 10 \mu m$  (ver Figura 5.10), este límite es debido a la resolución intrínseca del instrumento y no necesariamente del dispositivo.



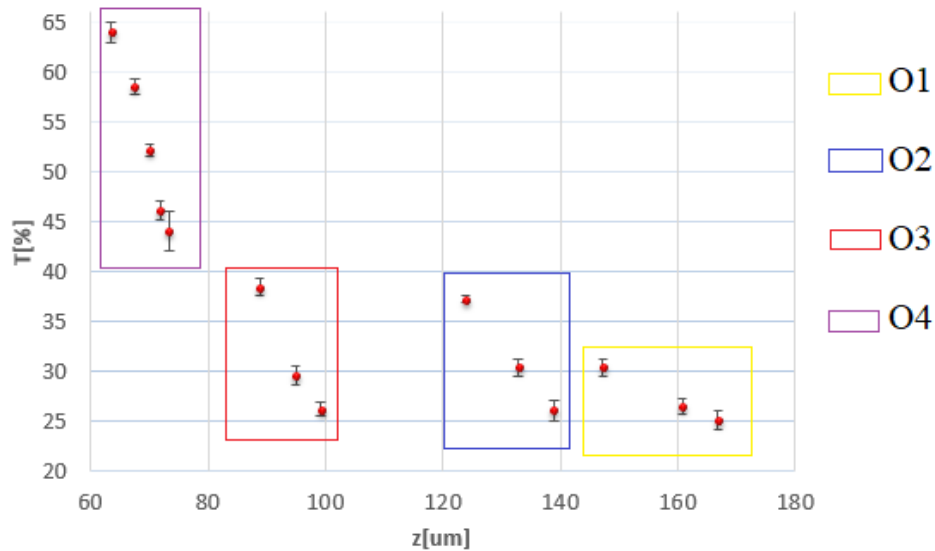
**Figura 5.10:** Gráfica del ajuste senoidal para  $x_d = 10 \mu m$ , del dispositivo ES-PB 5-60 O3-M4

La transmisión de los haces de neutrones dada una distribución de energías a través del material absorbente  $Gd_2O_3$ , puede ser aproximada por la ecuación 2.3 (la ley de Beer Lambert). Sin embargo no fue posible medir el espesor del material absorbente pero se tiene la medida de profundidad de la cavidad del sustrato de Si ( $z$ ) que es directamente proporcional al espesor del material absorbente.

A partir de las Tablas 4.3 y 5.3 se obtienen la gráfica de transmisión del material

Salida de datos ES-PB 5-60 O3-M4, $x_d = 10\mu m$				
$x_n[\mu m]$	$l_n[\mu m]$	$ A [UA]$	$\frac{\lambda}{2}[\mu m]$	$I_{min}[UA]$
$10 \pm 2$	$10 \pm 2$	$0,012 \pm 0,005$	$10 \pm 2$	$0,611 \pm 0,005$

**Tabla 5.4:** Parámetros de ajuste senoidal de la gráfica 5.10.



**Figura 5.11:** Gráfica de transmisión del  $Gd_2O_3$  en función de la profundidad de la cavidad del sustrato de Si del dispositivo ES-PB 5-60 O3 - M2.

absorbente en función de la profundidad ' $z$ ', como se ilustra en la Figura 5.11 para los cuatro dispositivos. Básicamente se requiere un dispositivo de alto contraste es decir con la menor transmisión posible, dicho de otro modo mientras más atenuado es el haz que pasa a través del objeto patrón más contraste ofrecerá en la imagen con neutrones. Por otro lado, debido al comportamiento de la función  $T(z) = I(z)/I_0$  la disminución de la transmisión tiene un límite y en este caso corresponde para el dispositivo ES-PB 5-60 O1 para un ancho  $x_d = 30\mu m$ , a partir del cual al aumentar el material absorbente con el aumento de la profundidad  $z$  no se aprecia una mejora considerable en la transmisión. Bajo estas consideraciones para el instrumento *Cold Neutron Imaging* del NIST, el dispositivo de alto contraste neutrónico para un rango de resoluciones 5-60  $\mu m$  de la oblea 1 ofrece un mejor contraste hasta para el ancho  $x_d = 20\mu m$ .

# Capítulo 6

## Aplicaciones

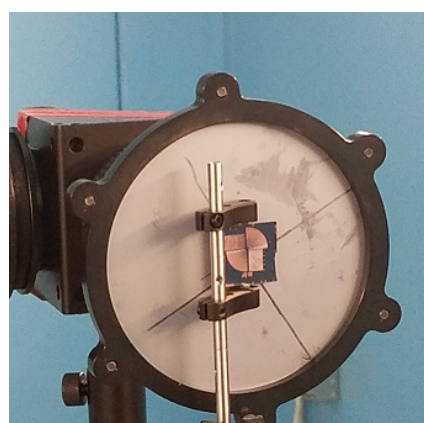
Para ejemplificar la metodología de uso del dispositivo de alto contraste neutrónico, se presentan dos casos de aplicación: la medición de la resolución espacial efectiva ( $R$ ) de los instrumentos *Cold Neutron Imaging Facility* de NIST y del instrumento de imágenes del reactor RA-6.

### 6.1. Resolución espacial efectiva del instrumento *Cold Neutron Imaging Facility*

Para el instrumento *Cold Neutron Imaging Facility* ya mencionado en la sección 5.1, se medirá la resolución espacial efectiva ( $R$ ) y su respectivo contraste. Mediante el uso del dispositivo patrón ES-PB 5-60 O3, por contener el rango de resoluciones posibles del instrumento y por ser uno de los dispositivos que ofrece una transmisión baja, es decir, un buen contraste para las radiografías en cuestión.



(a)



(b)

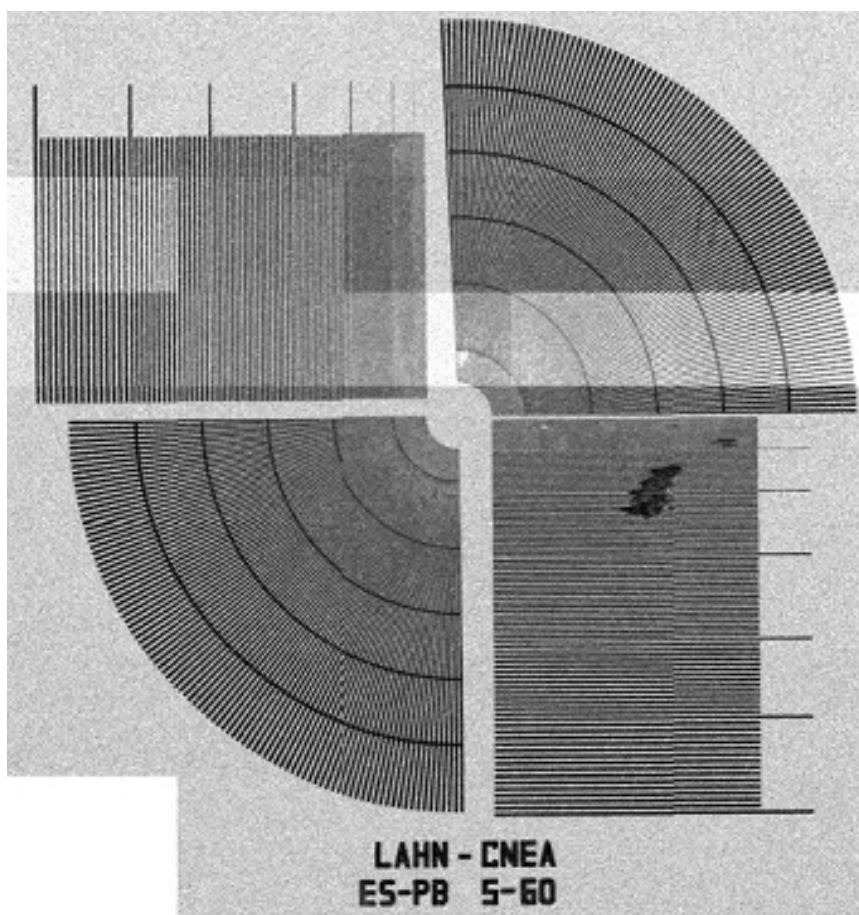
**Figura 6.1:** Ensayo de neutrografía del dispositivo de alto contraste neutrónico ES-PB 5-60 O3 en el instrumento de *Cold Neutron Imaging* del NIST.

El ensayo de neutrografía (ver Figura 6.1) se realizó para el instrumento configurado

con los siguientes parámetros:

- La relación de colimación de L/D fue de aproximadamente 600.
- La distancia de la muestra al detector fue de aproximadamente 5 mm.
- Con los parámetros anteriores se tiene a resolución intrínseca de  $8,33 \mu m$  calculada a partir de la ecuación 2.1.
- El centelleador usado fue el P43 GadOx, con una densidad de área de  $2,6 mg/cm^2$  (aproximadamente 7  $\mu m$  de espesor).
- Tiempo de exposición de 20 s, una sola imagen.

Se tomaron 35 imágenes de diferentes partes del dispositivo, y cada imagen se le realizó su respectiva normalización, por medio del software ImageJ. Con el mismo software se unieron las imágenes con el fin de obtener una sola imagen del dispositivo ES-PB 5-60 O3 completo. A la imagen normalizada y unida (ver Figura 6.2), se aplicó el filtro mediano ( $r = 7 pixels$ ), para reducir el ruido de fondo.



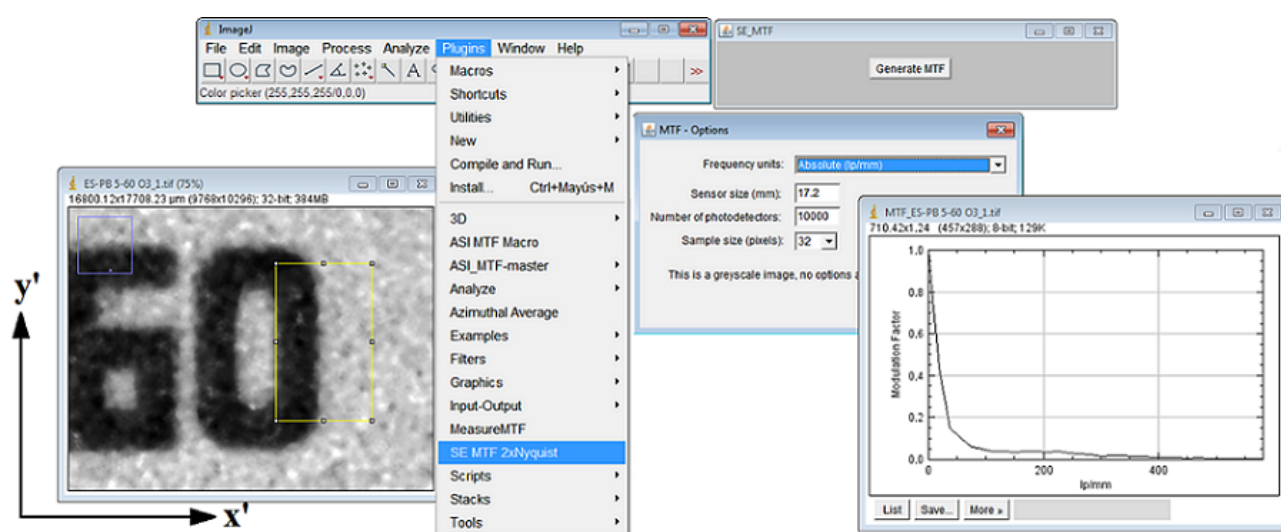
**Figura 6.2:** Imagen por neutrones de alta resolución del dispositivo de alto contraste neutrónico ES-PB 5-60.

El cálculo de la resolución espacial efectiva se realizó por dos métodos, con la

intención de comparar ambos resultados: método de borde como se explicó en la subsección 3.2.3 y a partir del perfil circular de intensidades del patrón estrella Siemens.

### 6.1.1. Método de borde

Este método se realizó con el algoritmo del complemento SE\_MTF (Slanted Edge Modulation Transfer Function) de ImageJ [45], que realiza cálculos con el fin de obtener curvas de transferencia de contraste MTF, sobre imágenes de borde vertical o ligeramente inclinado con el lado oscuro a la izquierda y seleccionando una región de interés ROI (region of interest), como se observa en la Figura 6.3.



**Figura 6.3:** Sistema MTF sobre la imagen por neutrones del dispositivo patrón.

A partir del comportamiento de los datos obtenidos se ajustó a una función sigmoïdal, para luego determinar el valor de la frecuencia para el valor de 0,1 de MTF (o 10%), esta frecuencia denominada MTF10. En la Figura 6.4, se tiene los datos generados por el complemento SE\_MTF, el ajuste sigmoïdal y el valor del MTF10.

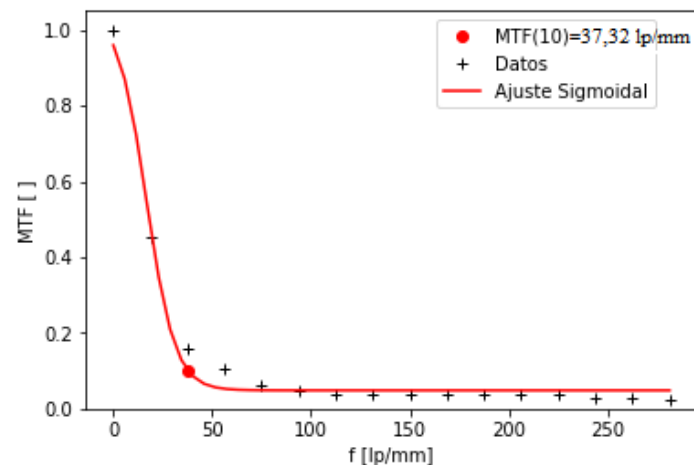
Utilizando la ecuación 3.4, se calculó la resolución ' $R_{SE}$ ' por este método y tiene un valor de:

$$R_{SE} = 13,4\mu m$$

En las imágenes por neutrones, el MTF del valor ideal de 1 se debe a: 1) la combinación del centelleador - espejo - detector CCD o CMOS, 2) las condiciones de exposición geométrica, especialmente el ángulo divergente del haz y la relación de colimación (L/D), y 3) los neutrones dispersos.

### 6.1.2. Método del perfil de intensidad

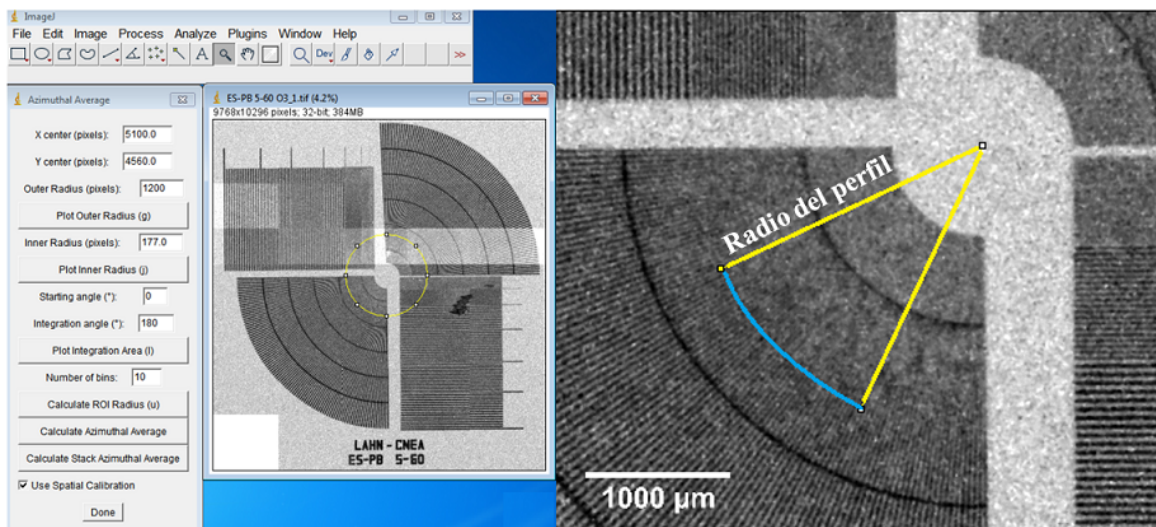
Consiste en analizar y calcular, de manera semi automática la resolución espacial mediante el perfil circular de intensidades del patrón estrella Siemens. Para calcular



**Figura 6.4:** Curva MTF en función de la frecuencia espacial, con el ajuste sigmoideal.

la resolución se midió el radio mínimo al cual se logra distinguir el patrón, con el complemento Azimuthal Average del software imageJ (ver Figura 6.5).

Por otro lado, a partir del complemento también fue posible obtener una Tabla de datos de intensidades en función del arco o perfil circular de intensidades del patrón estrella Siemens.



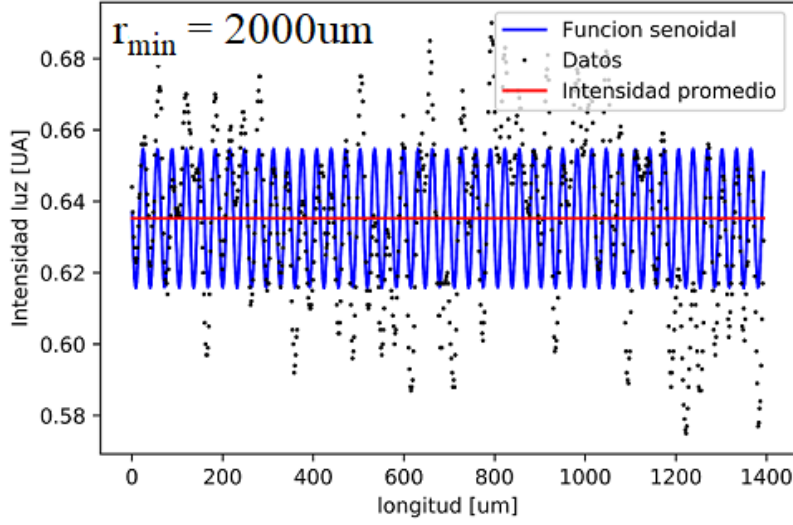
**Figura 6.5:** Medición del radio y obtención del perfil de intensidades circular.

Donde, se midió un radio mínimo  $r_{min}$  de  $2000 \mu m$  para obtener un perfil senoidal y a partir de la ecuación 3.5, se calculó la resolución ' $R_{ES}$ ' y su error de medida es el tamaño de pixel (medido al colocar la escala a la imagen) igual  $1,67 \mu m \sim 2 \mu m$ :

$$R_{ES} = x_{5-60} = \frac{2000 \mu m}{125} = 16 \pm 2 \mu m$$

Con el uso del código "*InterseccionFuncionSeno.py*" los datos del perfil circular se ajustaron a una función senoidal, del cual se obtuvieron los datos descritos en la Tabla

6.1 y la Figura 6.6.



**Figura 6.6:** Gráfica de datos del perfil circular de intensidades y su respectivo ajuste senoidal.

Salida de datos para $r_{min} = 2000\mu m$			
$ A [UA]$	$\frac{\lambda}{2}[\mu m]$	$I_{min}[UA]$	$C_x[\%]$
$0,02 \pm 0,01$	$16 \pm 2$	$0,611 \pm 0,01$	$3,06 \pm 0,02$

**Tabla 6.1:** Parámetros de ajuste de la gráfica 6.6

Donde  $\frac{\lambda}{2}$ , es el valor de resolución del sistema y como se esperaba es igual al valor de resolución  $R_{SE}$  calculado por medio de la ecuación geométrica. Por otro lado, al igual que el método de borde, se calcula a partir de la ecuación 3.2, donde  $C_0 = C_{60}$  (contraste para un ancho  $x_d = 60\mu m$ ) el valor del MTF:

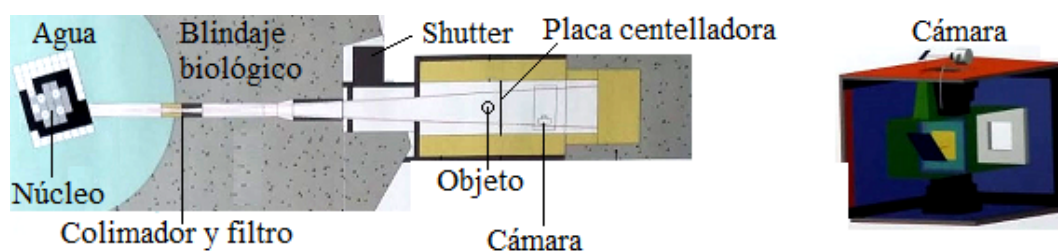
$$MTF = \frac{C_x}{C_{60}} * 100 = \frac{3}{39} 100 \% = 8 \%$$

Es decir, la resolución por este método es de  $R_{ES} = 16\mu m$  con un contraste relativo (MTF) del 8 % y comparado con el valor obtenido por el método de borde, la diferencia porcentual entre sus valores calculados de resolución es 16 %, dependiendo las exigencias del usuario esta diferencia puede o no ser importante.

Por lo tanto, si una imagen requiere sólo la medida de resolución, con el método de borde es adecuado para su medición, además de ser un método sumamente rápido y sencillo, por su patrón de medida. En cuanto el cálculo de resolución espacial efectiva en este caso, no varía significativamente entre ambos métodos, pero si es importante considerar que el perfil circular de intensidades, provee una medida de resolución espacial en todas la direcciones del plano de la imagen o radiografía y el método de borde provee de la resolución en un sola dirección.

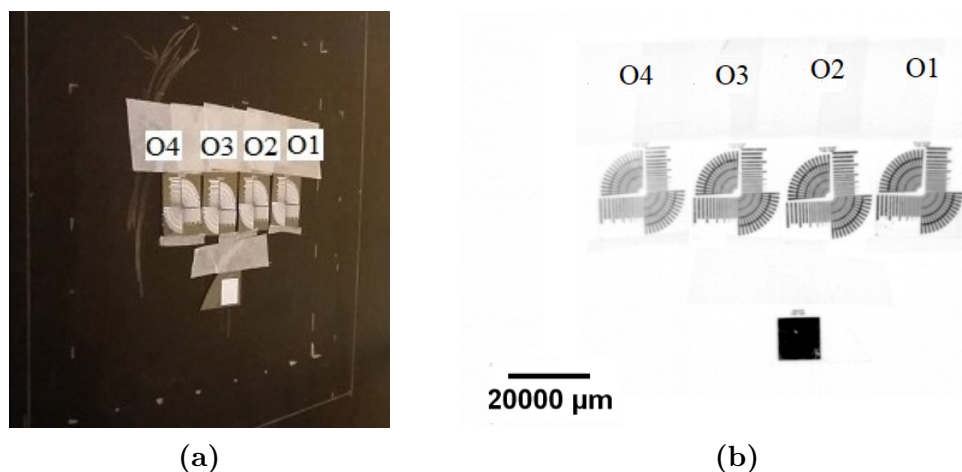
## 6.2. Resolución espacial efectiva de la facilidad del reactor RA-6

El sistema de imágenes por neutrones del reactor RA-6 se encuentra en el Centro Atómico Bariloche, Argentina. El reactor RA-6 genera neutrones y son moderados con agua para obtener neutrones térmicos, seguidamente los neutrones colimados con un grado de colimación  $L/D=100$  como parámetro de diseño. El área máxima de estudio es de 20 cm x 20 cm. Las imágenes obtenidas son registradas con una cámara CCD cuya resolución es de 2776 x 2074 píxeles y 65536 niveles de gris (ver Figura 6.7). En este instrumento cada uno de los ensayos se realizaron con un tiempo de exposición y adquisición de datos de un minuto por imagen, con una distancia entre el objeto y la placa centelladora de 5mm, por lo que se espera una resolución intrínseca de  $50 \mu\text{m}$  y tamaño de pixel de  $166,67 \mu\text{m}/\text{pixel}$ .



**Figura 6.7:** Componentes de la instalación de neutrografía del reactor RA-6-CAB [1].

Para este instrumento es posible evaluar la calidad de las imágenes con el patrón cuadrado y ES-PB 50-500 (ver Figura 9) capaz de medir resoluciones desde 50 hasta  $500 \mu\text{m}$ . Sin embargo se cuenta con cuatro ejemplares del dispositivo ES-PB (con diferentes profundidades  $z$ ), para ello se realizó un primer ensayo con los cuatro dispositivos como se ilustra en la Figura 6.8.

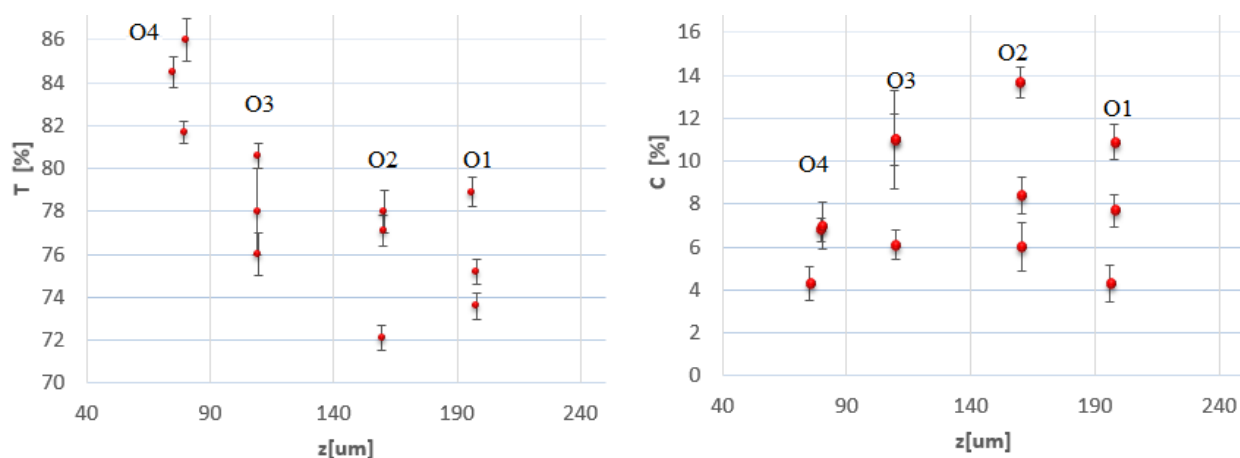


**Figura 6.8:** (a) Arreglo experimental del ensayo en el instrumento del reactor RA-6. (b) Imagen normalizada de los cuatro dispositivos O1, O2, O3 y O4, además del patrón cuadrado.

De la imagen normalizada se estima el valor de la transmisión del material absorbente de neutrones ( $Gd_2O_3$ ) y el contraste (ecuación 3.1) evaluado por el método de perfil de intensidades del patrón de barras mediante del código '*InterseccionFuncion-Seno.py*' y los resultados se resumen en la Tabla 6.2. Además utilizando la Tabla 4.5 se generan las gráficas de transmisión y contraste en función de la profundidad (ver Figura 6.9).

$x_d[\mu m]$	$T[\%]$				$C[\%]$			
	O1	O2	O3	O4	O1	O2	O3	O4
300	$78.9 \pm 0.7$	$78 \pm 1$	$80.6 \pm 0.6$	$84.5 \pm 0.7$	$4.3 \pm 0.8$	$6 \pm 1$	$6.1 \pm 0.7$	$4.3 \pm 0.8$
400	$75.2 \pm 0.6$	$77.1 \pm 0.7$	$76 \pm 1$	$81.7 \pm 0.5$	$7.7 \pm 0.8$	$8.4 \pm 0.8$	$11 \pm 1$	$6.8 \pm 0.6$
500	$73.6 \pm 0.6$	$72.1 \pm 0.6$	$77 \pm 2$	$86 \pm 1$	$10.9 \pm 0.8$	$13.7 \pm 0.7$	$11 \pm 2$	$7 \pm 1$

**Tabla 6.2:** Tabla de datos de transmisión y contraste en el patrón de barras de cada uno de los cuatro dispositivos ES-PB 50-500.

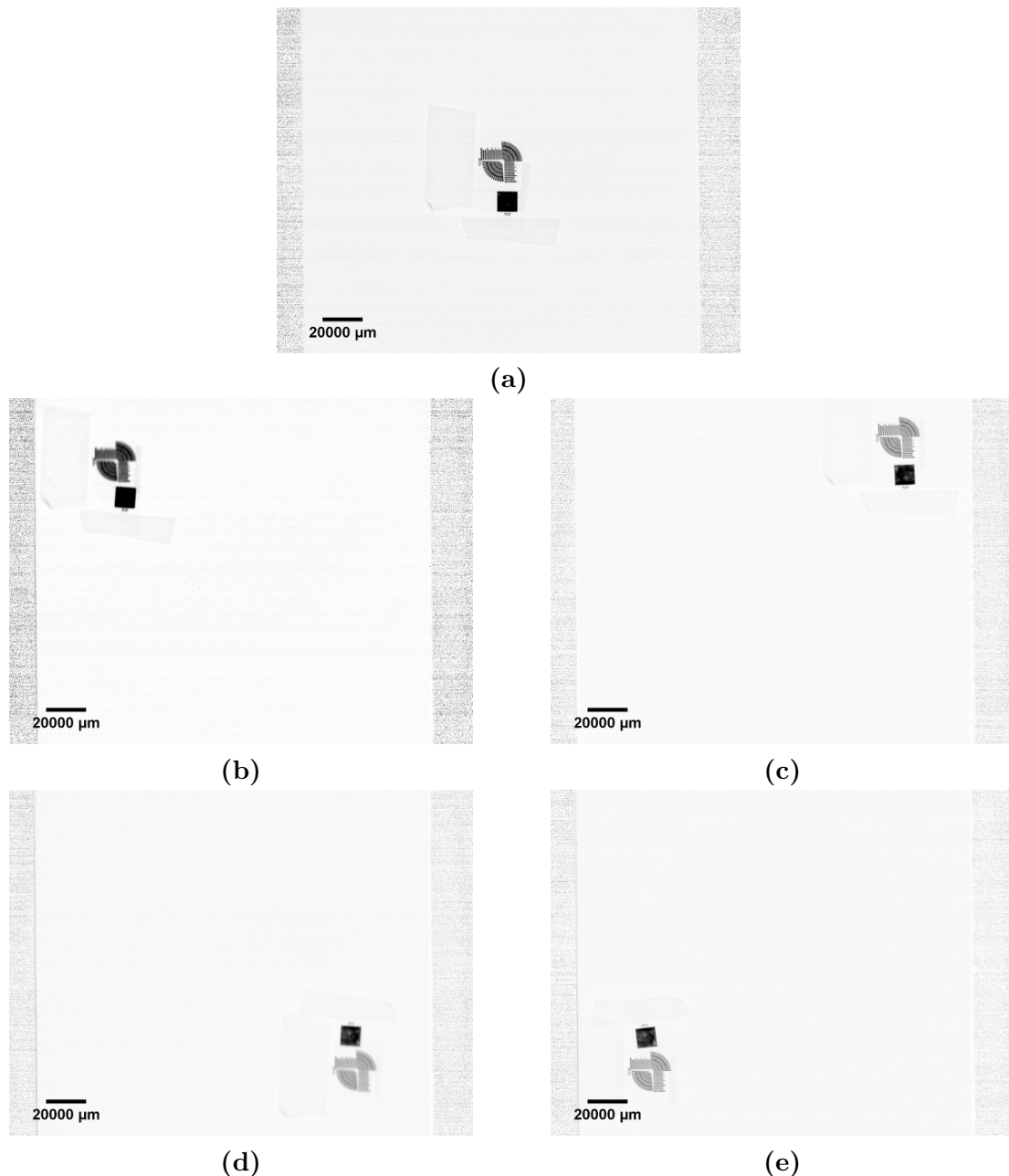


**Figura 6.9:** Transmisión del material absorbente de neutrones  $Gd_2O_3$  en función de la profundidad de la cavidad del sustrato de silicio

Analizando los datos de transmisión del dispositivo O1 es posible que no disminuya al aumento de su profundidad debido a la pérdida de material absorbente durante el proceso de recubrimiento como se explicó en la Tabla 4.7. Por otro lado, el dispositivo O2 para el ancho de  $500\mu m$  es el que mejor contraste ofrece con respecto a O3 y O4, sin embargo no se observa una tendencia clara del conjunto de datos lo cual dificulta el análisis. Las posibles causas de este comportamiento se debe al tamaño de pixel muy alto ( $\sim 167\mu m$ ) ya que con este tamaño es difícil definir una caracterización de los dispositivos a partir de valores confiables de transmisión y en consecuencia también del contraste.

### 6.2.1. Resolución espacial efectiva en el plano del FOV

Este tipo de instrumento ofrece un campo de visión amplio (20cm x20cm) por lo que se evaluara la resolución espacial en cinco áreas diferentes del detector con el dispositivo ES-PB 50-500 O2. Los cinco ensayos se realizaron con los mismos parámetros del primer caso y luego de la normalización de cada una, se obtuvo las cinco imágenes normalizadas mostradas en la Figura 6.10.



**Figura 6.10:** Radiografías del dispositivo ES-PB 50-500: (a) Imagen A en el centro del campo de visión, (b) B en el extremo superior izquierdo (c) C en el extremo superior derecho, (d) D extremo inferior derecho y (e) E en el extremo inferior izquierdo.

Para evaluar la resolución de cada imagen normalizada se utilizaron dos métodos y los resultados se resumen en la Tabla 6.3:

- Método de borde: con el patrón cuadrado se evaluó la resolución espacial usando del mismo procedimiento que se explicó en la sub-sección 6.1.1.
- Método de perfil de intensidades: en la sub-sección 6.1.2 se han visto dos maneras de medir la resolución por medio del código y la ecuación obtenida por diseño del patrón ES. En este caso, se optó de la manera más sencilla, donde se midió el radio mínimo  $r_{min}$  a la cual se logra distinguir el patrón, con el complemento Azimutal Average del software imageJ (ver Figura 6.5) y la ecuación 3.7.

	Método de Borde		Perfil de intensidades	
Imagen	$MTF_{10}$ [lp/mm]	$R_{SE}$ [ $\mu m$ ]	$r_{min}$ [ $\mu m$ ]	$R_{ES}$ [ $\mu m$ ]
A	1.881	265.8	5000	250
B	1.068	468.2	9000	450
C	1.576	317.2	6666.7	333
D	0.864	578.4		
E	1.474	339.2	6500	325

**Tabla 6.3:** Cálculo de resolución espacial sobre diferentes puntos del FOV del RA-6

Primeramente notar que los valores de resolución por el patrón de Estrella Siemens y el patrón cuadrado son similares, donde la diferencia porcentual entra ambas varia de 4 al 6 %. También se observa que la resolución es máxima en el centro (imagen A), y empeora hacia el exterior, de forma anisotrópica (mucho más en la diagonal B-D que en la diagonal C-E). Por otro lado, para la imagen D no fue posible calcular la resolución espacial por medio del patrón ES, debido a que el valor máximo de medición es de 500  $\mu m$ , sin embargo por el método de borde con el patrón cuadrado, fue posible.

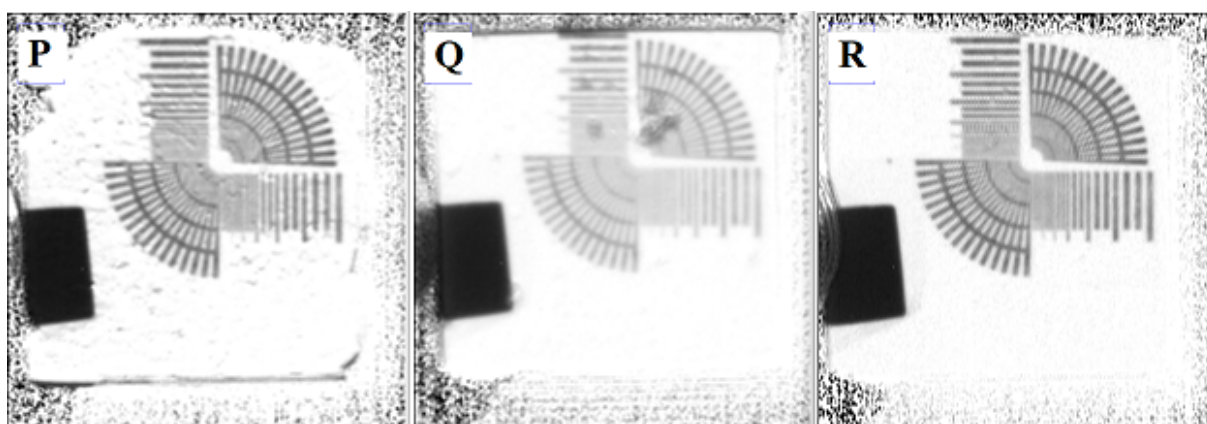
En este caso, el sistema de imágenes por neutrones del reactor RA-6, se puede evaluar la resolución de manera rápida y sencilla con el patrón cuadrado. Debido a que se tendrá resultados similares a los de la estrella Siemens, siempre y cuando se evalúen en el mismo punto, debido a la variación de resolución de  $\sim 250$  a 580  $\mu m$  a lo largo del campo de visión o área de estudio de las radiografías en el instrumento.

### 6.2.2. Resolución y contraste de placas centelladoras

Según se discutió en la sección 2.5.4, la resolución y el contraste dependen del espesor y la eficiencia de la placa centelladora. Como otra aplicación de los dispositivos y técnicas desarrollados e implementados en esta tesis, el patrón ES-PB 50-500 O2 y el cuadrado (en base a Cadmio) fueron utilizados para estudiar la resolución y el contraste alcanzables con tres muestras de placas centelladoras experimentales (P, Q y R) en

base a  ${}^6\text{Li}$  y espesor  $e$ , desarrolladas en el marco del trabajo de tesis de maestría del Ingeniero Federico Manuel Cabello Charbonnier, 'Fabricación de centelladores basados en  ${}^6\text{Li}$  para detección de neutrones y medidores de flujo neutrónico'

El estudio se realizó en el instrumento del reactor RA-6 y se obtuvieron tres imágenes normalizadas de cada muestra junto a los patrones en la misma posición (ver Figura 6.11). Para conocer las propiedades de cada muestra, se evaluó la resolución espacial efectiva con el patrón cuadrado por medio del método de borde. También se calculó la transmisión del material absorbente de neutrones del patrón de barras ( $x_d = 500\mu\text{m}$ ) por medio del análisis del perfil de intensidades para calcular el contraste de cada uno, ver Tabla 6.4.



**Figura 6.11:** Radiografías del patrón ES, PB y cuadrado, en el instrumento del reactor RA-6, con diferentes placas centelladoras: P, Q y R

Imagen	$e[\mu\text{m}]$	Método de borde		Perfil de intensidades	
		$MTF_{10}$ [lp/mm]	$R_{SE}[\mu\text{m}]$	T [%]	$C_0 = C_{500}[\%]$
P	$112 \pm 6\mu\text{m}$	2.19	228.3	61	21.6
Q	$530 \pm 42\mu\text{m}$	1.47	340.1	81	7.2
R	$183 \pm 29\mu\text{m}$	1.98	252.5	60	21.9

**Tabla 6.4:** Cálculo de resolución espacial y contraste para las placas P, Q y R.

# Capítulo 7

## Discusión de los resultados

### 7.1. Diseño de los patrones LAHN

En relación al objetivo de encontrar un diseño de los patrones LAHN para el futuro instrumento ASTOR, los resultados de medida de resolución espacial y contraste mostrados en las Tablas 6.1, 6.2, 6.3 y 6.4 muestran que el conjunto de patrones seleccionados: cuadrado, patrón de barras (PB) y estrella Siemens (ES) son capaces de cuantificar la calidad de la imagen mediante el método de borde para el caso del patrón cuadrado y por el análisis del perfil de intensidades (PB y ES). Así, el aporte del presente trabajo ha sido el diseño de nuevos patrones para Neutron Imaging, que incluyen patrones de barras y patrones cuadrados al tradicional patrón de Estrella Siemens adoptado por otros autores (Grunzweig, 2007; Trtik, 2015).

Sin embargo, de acuerdo a la experiencia durante este trabajo, se sugieren algunos cambios de dimensiones de los patrones LAHN actuales. Debido a las múltiples configuraciones que puede adoptar ASTOR y el relativamente gran campo visual del mismo ( $\sim 27\text{cm} \times 27\text{cm}$ ), resultaría útil contar con una cartilla de patrones (un conjunto de 5 a 6 dispositivos por cada patrón), que permita conocer la resolución espacial efectiva y el contraste en diferentes zonas del campo visual del instrumento. Para la cartilla se recomienda los siguientes patrones y medidas: las estrellas Siemens con rangos de resolución de 30 - 500  $\mu\text{m}$  (con diámetro de 2cm) y 5 - 30  $\mu\text{m}$  (con diámetro de 3 a 5mm), patrón de barras de 5, 10, 15, 20, 25, 30, 35, 40, 50, 100, 150, 200, 250, 300, 350, 400, 450 y 500  $\mu\text{m}$  (con largo de 3mm y como máximo de 10 motivos) y patrón cuadrado de 5mm x 5mm. La profundidad objetivo de micromaquinado recomendable es de 140  $\mu\text{m}$  porque ha mostrado tener un alto contraste neutrónico hasta un ancho de 20 micrones.

## 7.2. Fabricación

En relación a la metodología de fabricación de los dispositivos patrón podemos comparar los patrones desarrollados en esta tesis con los trabajos de Grünzweig (2007) [15], Trtik (2015) [8] y Gustschin (2018) [16]. En los primeros dos casos, desarrollaron patrones con capas finas de 5 a 6  $\mu m$  de Gadolinio natural metálico por pulverización, sobre un sustrato. Luego se procedió a un micromecanizado (FIB y laser ultra-cortos) o microfabricado (fotolitografía y ataque en seco), una combinación de técnicas muy lentas y con varios procesos involucrados, para fabricar un dispositivo. Por ejemplo, en el caso del trabajo de Trtik, para definir patrones con características  $\simeq 10\mu m$ , se llegó a realizar solamente para 1/4 de ES. En cambio, con el método propuesto en el presente trabajo se lograron fabricar dispositivos con alto contraste neutrónico en base a óxido de Gd, con simplicidad y con la capacidad de desarrollar dispositivos en cantidad. Por otro lado, durante el desarrollo de los dispositivos se logró solucionar la pérdida del material absorbente de neutrones en el sustrato. Se trata de un recubrimiento con una capa fina ( $\sim 3\mu m$ ) del polímero comercial paraloid B-72, esencialmente transparente a los neutrones fríos y térmicos de los instrumentos de imágenes con neutrones. Este recubrimiento garantiza la integridad mecánica del patrón en el tiempo pese a su espesor fino, se trata de un material altamente resistente, transparente, comercial y usado como recubrimiento protector de pinturas antiguas y con alto valor histórico. Esta optimización no es un proceso menor, ya que las aplicaciones del patrón son muy variados y frecuentes, debido a la demanda esperada para las múltiples configuraciones del instrumento [15],[16], [30] [33], [46] [47], [48], [49], [50], [51]. [52], [53], [54].

Debido a las altas exigencias de los dispositivos, durante el proceso para obtener la fotomáscara se trabajó con los mejores materiales y equipos disponibles en la sala limpia del CAC. El área de trabajo requerido corresponde a 5 pulg. x 5 pulg. y los dispositivos contienen estructuras con dimensiones en un rango amplio (5 a 500 $\mu m$ ), donde el ancho de 5  $\mu m$  resulta dimensión crítica. Para entender el sentido de la dimensión crítica, es importante considerar el proceso total de la fabricación para la fotomáscara:

1. Diseño y conversión del archivo
2. Exposición de la máscara
3. Revelado de la fotoresina positiva AZ1518
4. Ataque químico para sustraer todo el cromo expuesto
5. Limpieza de toda la fotoresina.

Los puntos 1 y 2, básicamente dependen del equipo masterizador DWL 66fs, y en este caso se utilizó un cabezal de 10 mm capaz de resolver líneas de 2  $\mu m$ , sin embargo dado

el área de trabajo y el tamaño del haz de láser se trabajó con una mayor velocidad de recorrido del haz de láser. Donde a mayor velocidad menor precisión, pero a menor velocidad más tiempo de uso y desgaste del láser. En los puntos 3 y 4, es donde se revela el patrón y se remueve el cromo, pero se trata de procesos manuales que el operario lo realiza con un cronometro, el tiempo de revelado es estándar, aunque puede variar levemente en algunos casos. El tiempo del ataque nunca es el mismo y depende del área expuesta, si bien es trivial, depende mucho de la experiencia y de la vista del operario, de acá viene el error y parte de la estimación de la dimensión crítica. En esencia el 50 % del procedimiento es manual, de ahí la incerteza en el resultado.

Esta incerteza se verifica al finalizar el microfabricado, donde se calculó un valor de 22 % para la diferencia porcentual entre el ancho del motivo de diseño ( $x_d = 5\mu m$ ) y el ancho caracterizado por SEM ( $x = 6,4\mu m$ , de la Tabla 4.6). Esta diferencia es considerable por lo que es importante destacar que la elaboración de la fotomáscara es un proceso muy influyente durante la fabricación de los dispositivos, entonces en la presente situación para las dimensiones críticas es posible trabajar con una velocidad de recorrido del haz menor sobre un área de trabajo más pequeño. Estas nuevas condiciones sería recomendable para estructuras del patrón con dimensiones de 5-30  $\mu m$  (tamaño de 3 a 5 mm).

### 7.3. Aplicación

En el capítulo 6, se mostraron dos casos de medida de resolución espacial efectiva usando los patrones para los instrumentos de imágenes por neutrones del NCNR y del RA-6, con los patrones ES-PB 5-60 y ES-PB 50-500, respectivamente.

En base a los resultados obtenidos, se observó que el patrón de barras y la estrella Siemens son apropiados para caracterizar de manera rápida y semi-cuantitativa la resolución espacial efectiva de un sistema imágenes por neutrones, mediante un procesamiento de imágenes que incluye la generación de perfiles lineales (para el patrón de barras) o angulares (para la estrella Siemens) utilizando el software ImageJ, y un código en lenguaje python desarrollado ad-hoc (*InterseccionFuncionSeno.py*).

Por otro lado, el método de borde, implementado mediante un complemento de ImageJ (SE\_MTF) ha mostrado ser el método más práctico y rápido, para la evaluación de contraste y resolución espacial cuando se desea implementar un método automático de determinación de la resolución, que sea independiente del observador. Esto es válido en general para todos los métodos que se basan en la metodología de la Module Transfer Function (MTF). Si bien el método de borde es la forma más automática presenta la desventaja de determinar la resolución en una sola dirección con un escaneo. Sin embargo, con el patrón ES mediante el análisis del perfil de intensidades circular y un observador entrenado se puede obtener la resolución resultante en todas las direcciones.

# Capítulo 8

## Conclusiones

En este trabajo se diseñó, fabricó y caracterizó varios dispositivos de alto contraste neutrónico para su posterior aplicación en el sistema de imágenes por neutrones para determinar la calidad de las imágenes obtenidas.

Debido a las dimensiones micrométricas de las estructuras involucradas en los patrones, la fabricación de los dispositivos representa un desafío tecnológico que ha sido resuelto utilizando diferentes estrategias de fabricación. En este trabajo se planteó el uso de la tecnología MEMS, utilizando las capacidades disponibles en el Departamento de Micro y Nanotecnología de CNEA para el diseño y la fabricación de los dispositivos que serán utilizados para la implementación y caracterización del instrumento ASTOR del LAHN.

El desarrollo del diseño propuesto para los dispositivos involucró el uso de obleas de silicio como material de soporte transparente a los neutrones, al que se le incorporan estructuras por medio del grabado de canales de ancho y profundidad variables con la forma de los patrones, que son rellenados por partículas submicrométricas de óxido de gadolinio.

El proceso de fabricación implementado permite la fabricación de varios patrones de forma simultánea. El mismo consistió en dos etapas iniciales en paralelo: (i) el grabado de los canales en el Si (por fotolitografía y ataque profundo por iones reactivos), y (ii) la producción de partículas submicrométricas de óxido de Gd a partir de polvo de óxido de Gd comercial (por el método de complejación de cationes); seguidas de una etapa de depósito del óxido de Gd en los canales del Si (por suspensión) y su sellado por un recubrimiento polimérico (por spin-coating).

Los patrones fueron diseñados para medir resoluciones en el rango  $5\mu m$ - $500\mu m$ , y su diseño incluyó diversos motivos, dos de ellos (Patrón de Barras, Estrella Siemens) para la medida de resolución en el espacio real, y el cuadrado (método de Borde) lo hace en el espacio de frecuencias espaciales, a través de la evaluación de la transformada de Fourier de una imagen. El diseño final integró estos elementos en forma eficiente en

---

un solo dispositivo con distintas posibilidades de determinar la resolución en cualquier dirección del plano de la imagen.

Los patrones con la medida de resolución espacial en el espacio real permitieron evaluar la resolución efectiva de forma rápida, mediante una lectura cuantitativa directa por parte del observador. Esto se realizó procesando las imágenes con el software libre ImageJ. Por otro lado, los patrones basados en bordes permitieron evaluar la resolución en la dirección perpendicular al borde, por medio de la evaluación de un perfil de intensidad, y de allí el cálculo y análisis de la Función de Transferencia de la Modulación (MTF). Este proceso se realizó de forma automatizada, por medio de una opción (SE\_MTF) del software ImageJ.

La incerteza intrínseca en las apreciaciones cualitativas pudo reducirse evaluando perfiles de intensidad, que mejoran la apreciación y permiten el posterior ajuste de un perfil sinusoidal por el método de cuadrados mínimos. Esto se realizó por medio de procedimientos de procesamiento de las imágenes y análisis de los perfiles que fueron implementados en esta tesis, utilizando el software libre ImageJ y un entorno Python.

Los dispositivos fabricados durante esta tesis fueron caracterizados en distintas etapas del proceso por microscopía y perfilometría, y por experimentos de imágenes con neutrones. Los resultados obtenidos permitieron seleccionar aquellos dispositivos que mejor se desempeñarán en ASTOR de acuerdo al rango y el tipo de resolución que se desee medir.

Después de lograr todos los objetivos de la tesis se dispuso para futuras experiencias los dispositivos para la determinación de la calidad de imágenes en instrumentos de imágenes por neutrones. Por ejemplo: los dispositivos ES-PB 5-60 O1, O2, O3 y O4 se dejaron para el instrumento Cold Neutron Imaging del NIST para futuras experiencias y el dispositivo ES-PB 50-500 O2 se recomendó como patrón de la facilidad del reactor RA-6.

El nuevo diseño ES-PB permite la medida de resolución espacial efectiva y el contraste relativo en la imagen. En ese sentido, se puede destacar que la medida y el análisis del contraste para dispositivos de alto contraste neutrónico se realizó por primera vez en esta tesis.

Como conclusión final, se puede destacar la consistencia observada en todos los casos entre las resoluciones determinadas por los patrones de barras y las estrellas Siemens, y el método de borde, brinda confiabilidad a los dispositivos fabricados y las metodologías de medición y análisis implementadas.

# Apéndice A

## Código: intersección y función seno

El código está escrito en el lenguaje de programación Python y se denomina '*InterseccionFuncionSeno.py*' [44]. Los datos de entrada es un archivo del tipo texto '.txt'. El funcionamiento del código se explicará con un ejemplo: a partir de una radiografía del patrón de barras ES-PB 5-60 O3 para un ancho de línea de diseño  $x_d = 60\mu m$  (ver Figura 5.4 (c)). Los datos generados por medio del software ImageJ de la radiografía, es posible obtener un perfil de intensidades de transmisión en función de una variable espacial, tales datos se guardan en el archivo correspondiente para su lectura en el código.

El código se desarrolló para que cumpla dos tareas principales y son:

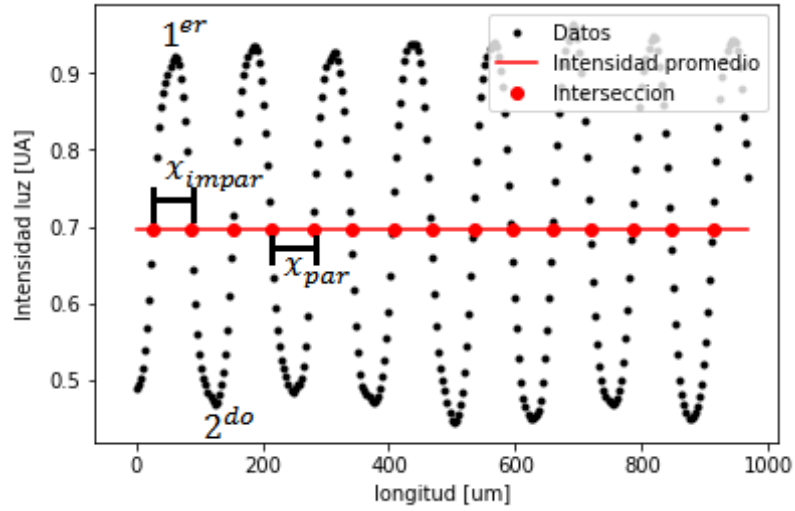
1. Los datos al presentar un comportamiento senoidal, en este caso al ancho de línea representativo será el ancho del pico, a lo largo de la línea de intensidad promedio  $\bar{I}$ . Donde la intensidad promedio está dada por la ecuación A.1.

$$\bar{I} = \frac{1}{m} \sum_{i=0}^m I_i; \quad (\text{A.1})$$

El código utilizó la librería matplotlib.pyplot para usar las herramientas np.sign, np.diff y np.argwhere, la combinación de estas herramientas, ayuda a calcular la intersección entre los datos de entrada y la línea de intensidad promedio como se aprecia en la Figura A.1. A partir de los puntos de intersección, el código calcula el ancho de los picos y sus promedios con el respectivo error estadístico, como se describe en la ecuación A.2.

$$\bar{x}_{par} = \frac{1}{p} \sum_{i=0}^p x_{par}^i; \quad \bar{x}_{impar} = \frac{1}{q} \sum_{i=0}^q x_{impar}^i \quad (\text{A.2})$$

2. El código se realizó para ajustar los datos de entrada a una función senoidal, como se describe en la ecuación A.3. A partir de la librería scipy.optimize se

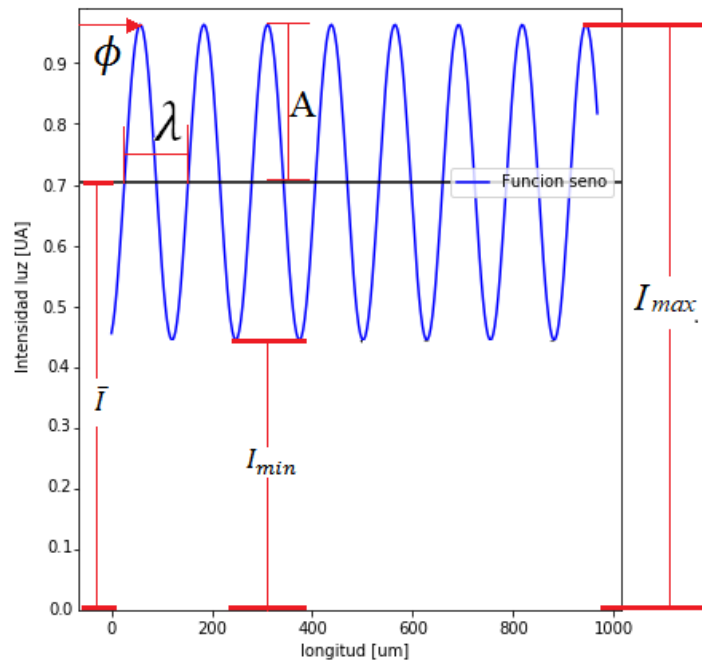


**Figura A.1:** Gráfica del perfil de intensidades, intensidad promediada en función de la longitud de línea del perfil y puntos que se interceptan a la línea de intensidad promedio

usa el método leastsq. Este método realiza el ajuste senoidal a los datos para determinar los parámetros de la función.

$$y = A \sin(kx + \phi) + \bar{I} \quad (\text{A.3})$$

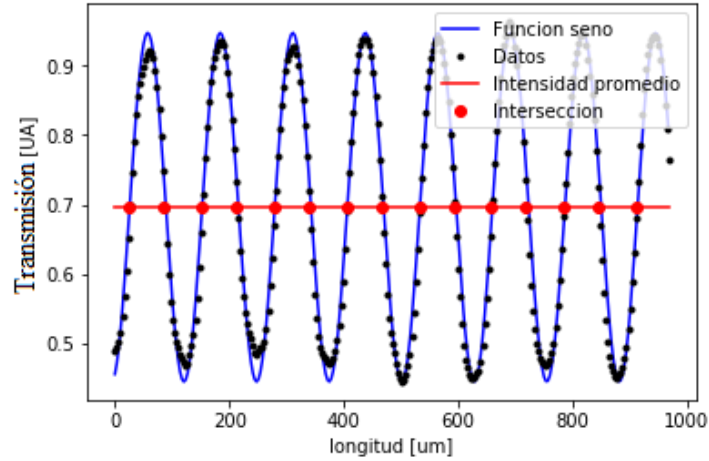
Donde  $k$  es el número de onda y está dada por la relación  $k = \frac{2\pi}{\lambda}$ ,  $\lambda$  es la longitud de onda, ver figura A.2.



**Figura A.2:** Gráfica del ajuste senoidal del perfil de intensidades para  $x_d = 60 \mu m$ .

El código se usa para el procesamiento estadístico de las imágenes de patrones (PB

y ES), a continuación se compilará para los datos del ejemplo explicado. El perfil de intensidades a partir de la radiografía del dispositivo ES-PB 5-60 O3 y como salida de datos se tiene la Figura A.3 y la Tabla de datos A.1.



**Figura A.3:** Grafica del ajuste senoidal del perfil de intensidades para  $x_d = 60\mu m$

	Salida de datos
$\bar{x}_{par}$	$(66,7 \pm 0,5)[\mu m]$
$\bar{x}_{impar}$	$(60,47907 \pm 0,00007)[\mu m]$
$ A $	0,2516
$\frac{\lambda}{2}$	$63,4[\mu m]$
$\phi$	1,8663
$I_{min}$	$44,4[\%]$
$C$	$36.16 [\%]$

**Tabla A.1**

Los cálculos adicionales son la intensidad mínima  $I_{min}$  y el contraste  $C$  del perfil a partir del parámetro de ajuste senoidal, la amplitud  $A$ . La intensidad mínima y máxima, se calculan a partir de la ecuación A.4. El contraste definido en la ecuación 3.1, se reescribe como la ecuación A.5, a partir de las definiciones dde la ecuación A.4.

$$I_{min} = \bar{I} - A; \quad I_{max} = \bar{I} + A \quad (A.4)$$

$$C = \frac{A}{\bar{I}} \quad (A.5)$$

# Bibliografía

- [1] Marín, J. Description of the new neutrography facility at ra6. *Technical Report CNEA-CAB IT 47/023/2013*, 2013. [xvi](#), [3](#), [70](#)
- [2] Kallmann, H. Neutron radiography. *Research*, **1**, 254–260, 1948. [1](#)
- [3] Chadwick, J. Possible existance of a neutron. *Nature*, págs. 129–312, 1932. [1](#)
- [4] Russo, P. Handbook of X-ray Imaging Physics and Technology. CRC Press, 2018. [1](#)
- [5] 26-05-2019. URL [https://www.psi.ch/sites/default/files/import/industry/MediaBoard/neutron\\_imaging\\_e\\_07.pdf](https://www.psi.ch/sites/default/files/import/industry/MediaBoard/neutron_imaging_e_07.pdf). [1](#)
- [6] Lehmann, E. H., et al. Neutron imaging facilities in a global context. *Journal Imaging*, **3**, 52, 2017. [2](#), [17](#)
- [7] Hussey, D. S., et al. A new cold neutron imaging instrument at nist. *Physics Procedia*, **69**, 48–54, 2015. [3](#), [55](#)
- [8] Trtik, P., et al. Improving the spatial resolution of neutron imaging at paul scherrer institut – the neutron microscope project. *Physics Procedia*, **69**, 169 –176, 2015. [3](#), [5](#), [16](#), [24](#), [76](#)
- [9] Calzada, E., et al. New design for the antares-ii facility for neutron imaging at frm ii. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research*, **A605**, 50–53, 2009. [3](#)
- [10] Garbe, U., et al. A new neutron radiography - tomography - imaging station dingo at opal. *Physics Procedia*, **69**, 27–32, 2015. [3](#)
- [11] Kaestner, A., et al. The icon beamline – a facility for cold neutron imaging at sinq. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research*, **A659** (**1**), 387–393, 2011. [3](#)
- [12] 26-04-2019. URL <http://www.graphics.cornell.edu/~westin/misc/res-chart.html>. [3](#), [5](#), [25](#)

- [13] Sitter, D., et al. Method for the measurement of the modulation transfer function of sampled imaging systems from bar-target patterns. *APPLIED OPTICS*, **4**, 34, 1995. [3](#), [5](#)
- [14] Fecha de visita 8-12-2019. URL <http://www.lahn.cnea.gov.ar/index.php/instrumentacion/tomografo>. [3](#)
- [15] Grünzweig, C., et al. Highly absorbing gadolinium test device to characterize the performance of neutron imaging detector systems. *Rev. Sci. Instr.*, **78**, 2007. [4](#), [76](#)
- [16] Gustschin, A., et al. Fabrication of gadolinium particle-based absorption gratings for neutron grating interferometry. *Review of Scientific Instruments*, **89**, 2018. [5](#), [76](#)
- [17] Reimann, T., Mühlbauer, S., Horisberger, M., Betz, B., Böni, P., Schulz, M. The new neutron grating interferometer at the antares beamline: design, principles and applications. *Journal of applied crystallography*, 2016. [5](#)
- [18] Carpenter, J., Loong, C.-K. Elements of slow-neutron scattering. Cambridge University Press, 2015. [8](#)
- [19] Banhart, J. Advanced Tomographic Methods in Materials Research and Engineering. Oxford University Press, Oxford, UK, 2008. [8](#), [17](#)
- [20] Kardjilov, N., et al. Neutron tomography instrument conrad at hzb. *Mater. Today*, **14 (6)**, 248, 2011. [8](#)
- [21] Tartaglione1, A., Blostein, J. J., Calzada, E., Santisteban, J., Sánchez, F. DiseÑo de un instrumento de tomografía de neutrones para el reactor ra10. URL <https://www.foroiberam.org/fondo-documental?documentoId=1894442>. [10](#)
- [22] ENDF. <https://www.nndc.bnl.gov/exfor/endlf00.jsp>. 2020. [13](#)
- [23] Russell, G. Spallation physics - an overview. *International collaborations on advanced neutron sources XI*, 1990. [14](#)
- [24] Shibata, S., Imamura, M., Miyachi, T., Mutou, M., Sakamoto, K., Hamajima, Y., et al. Photonuclear spallation reactions in cu. *Physical Review C*, **35**, 1987. [14](#)
- [25] Bauer, G. Physics and technology of spallation neutron sources. *Solid State Research at Large Facilities*, **98-06**, 1998. [14](#)
- [26] Lehmann, E. Facilities for neutron radiography in europe: performance, applications and future use. *Proc.15th World Conf. on Non-destructive Testing*, **15**, 2000. [14](#)

- [27] ISNR, IAEA. Neutron imaging facilities survey. *International Survey on Neutron Imaging Facilities World-Wide*, 2019. [14](#)
- [28] Ouardia, A., Machmachb, A., Alamia, R., Bensitela, A., Hommada, A. Geant4 used for neutron beam design of a neutron imaging facility at triga reactor in morocco. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*, **651**, Issue 1, 21–27, 2011. [15](#)
- [29] Rhodes, N. Status and future development of neutron scintillation detectors. *Scientific Reviews*, **3**, 16–18, 2006. [16](#)
- [30] Pleinert, H., et al. Design of a new ccd-camera neutron radiography detector. *Nucl. Instrum Methods*, **A**, 1997. [17](#), [76](#)
- [31] Schillinger, B. Neue entwicklungen zu radiographie und tomographie mit thermischen neutronen und zu deren routinemäßigen einsatz. tomo PhD Thesis. 1990. [17](#)
- [32] Tartaglione, A., Lobo, M., Bertalot, F., Bazzana, S., Romero, L., Ortiz, S., et al. The design of astor: A cold neutron imaging instrument for the argentine an research reactor ra-10. *3rd International Conference on Tomography of Materials and Structure*, 2017. [18](#)
- [33] Williams, S., et al. Detection system for microimaging with neutrons. *Journal of Instrumentation*, **7**, 2012. [24](#), [76](#)
- [34] Kardjilov, N., et al. A highly adaptive detector system for high resolution neutron imaging. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research*, **651** (1), 95–99, 2011. [24](#)
- [35] Lehmann, E. H., et al. The micro-setup for neutron imaging: A major step forward to improve the spatial resolution. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research*, **A576** (2-3), 389–396, 2007. [24](#)
- [36] ISO12233. Photography — electronic still picture imaging — resolution and spatial frequency responses, 2000. [25](#)
- [37] SonLongHo, et al. Magnetic resonance imaging, gadolinium neutron capture therapy, and tumor cell detection using ultrasmall  $gd_2o_3$  nanoparticles coated with polyacrylic acid-rhodamine b as a multifunctional tumor theragnostic agent. *RSC Advances*, **23**, 2018. [31](#)

- [38] Rivera, A., et al. Detection of thermal neutrons using gadolinium-oxide-based nanocrystals. *Proceedings of SPIE - The International Society for Optical Engineering*, 2011. 31
- [39] 26-03-2019. URL <https://www.klayout.de/>. 36
- [40] Lee, K., LaBianca, N., Rishton, S., Zohlgharnain, S., Gelorme, J., Shaw, J., et al. Micromachining applications of a high resolution ultrathick photoresist. *J. Vac. Sci. Technol*, **B 13**, 3012 – 3016, 1995. 39
- [41] 6-11-2019. URL <http://gwyddion.net/>. 41
- [42] Scriven, L. Physics and applications of dip coating and spin coating. *MRS Online Proceedings Library Archive*, **121**, 1988. 51
- [43] 26-02-2019. URL <https://imagej.nih.gov/ij/>. 58
- [44] Callisaya, C. URL <https://github.com/cynthiaesther/Perfil-de-intensidades>. 60, 80
- [45] Mitja, C., Escofet, J., Tacho, A., Revuelta, R. Slanted edge mtf, imagej. **2da versión**, 2011. URL <https://imagej.nih.gov/ij/plugins/se-mtf/index.html>. 67
- [46] Brunner, J., Engelhardt, M., Frei, G., Gildemeister, A., Lehmann, E., Hillenbach, A., et al. Characterization of the image quality in neutron radiography. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research*, **A 542**, 123 – 128, 2005. 76
- [47] Söllradl, S., Mühlbauer, M., Kudejova, P., Türler, A. Development and test of a neutron imaging setup at the pga instrument at frim ii. *Physics Procedia*, **69**, 130 – 137, 2015. 76
- [48] Crha, J., Vila-Comamala, J., Lehmann, E., David, C., Trtik, P. Light yield enhancement of 157-gadolinium oxysulfide scintillator screens for the high-resolution neutron imaging. *MethodsX*, **6**, 107 – 114, 2019. 76
- [49] Kaestner, A., Trtik, P., Zarebanadkouki, M., Kazantsev, D., Snehota, M., Dobson, K., et al. Recent developments in neutron imaging with applications for porous media research. *Solid Earth*, **7**, 1281–1292, 2016. 76
- [50] Tremsin, A., McPhate, E., J.B.and Lehmann, Vallerger, J., Siegmund, O., Feller, W. High resolution neutron radiography with very compact and efficient neutron collimators. *Journal of Instrumentation*, **6**, 2011. 76

- 
- [51] Trtik, P., Lehmann, E. H. Progress in high-resolution neutron imaging at the paul scherrer institut - the neutron microscope project. *Journal of Physics: Conference Series*, **746**, 2016. [76](#)
- [52] Duarte, P., S., Gardell, S., Zhou, Z., Ortega, R., Plomp, J., Ritzau, S., *et al.* Neutron imaging and tomography with mcps. *Journal of Instrumentation*, 2017. [76](#)
- [53] Herrera, E., Hamm, D., Stowe, A., Preston, J., Wiggins, B., Burger, A., *et al.* Neutron imaging with timepix coupled lithium indium diselenide. *Journal of Imaging*, **4**, 2018. [76](#)
- [54] Tötzke, C., Manke, I., Hilger, A., Choinka, G., Kardjilov, N., Arlt, T., *et al.* Large area high resolution neutron imaging detector for fuel cell research. *Journal of Power Sources*, **196**, 4631–4637, 2011. [76](#)



# Publicaciones asociadas

1. Presentación y publicación del poster titulado: *Diseño, fabricación, caracterización de dispositivos de alto contraste neutrónico para su implementación en el instrumento ASTOR del LAHN*, en el **II Congreso Argentino de Técnicas Neutrónicas (TN)**, 2019.
2. Presentación y publicación del poster titulado: *Diseño, fabricación y caracterización de dispositivos de alto contraste neutrónico para su implementación en instrumentos de radiografía y tomografía de neutrones del LAHN* en **La Primera Expo Becarias realizado por EXPOBECAS**, Subgerencia Capital Intelectual, Gerencia de Área Académica - CNEA, 2019.
3. Participación como orador con la presentación titulada: *Diseño, fabricación y caracterización de dispositivos de alto contraste neutrónico para su implementación en instrumentos de radiografía y tomografía de neutrones del LAHN* en los **Seminarios LAHN**, 12 noviembre de 2019.

