



Politechnika Wrocławska

DZIEDZINA: Nauki inżynieryjno-techniczne

DYSCYPLINA: Automatyka, Elektronika, Elektrotechnika i Technologie Kosmiczne

ROZPRAWA DOKTORSKA

Miniaturowe źródło promieniowania rentgenowskiego MEMS

Mgr inż. Paweł Urbański

Promotor / Promotorzy:
prof. dr hab. Tomasz Grzebyk

Słowa kluczowe: miniaturyzacja, MEMS, źródło rentgenowskie, emisja polowa, mikropompa jonowo-sorpcyjna, XRF

WROCŁAW 2026

Pragnę złożyć serdeczne podziękowania Promotorowi mojej rozprawy doktorskiej prof. dr hab. Tomaszowi Grzebykowi za stworzenie warunków do realizacji badań i zdobywania nowych umiejętności, cierpliwość i gotowość do poświęcenia czasu oraz wsparcie i inspirację w trakcie mojej drogi do uzyskania tytułu doktora.

Dziękuję również wszystkim osobom, które przyczyniły się do powstania tej rozprawy — za inspirujące dyskusje, życzliwość oraz okazaną pomoc.

Streszczenie

Rozprawa doktorska dotyczy opracowania i realizacji w pełni zintegrowanego, miniaturowego źródła promieniowania rentgenowskiego wykonanego w technologii systemów mikro elektromechanicznych MEMS (ang. *Micro-Electro-Mechanical Systems*). Celem badań było zaprojektowanie i wykonanie autonomicznego układu generacji promieniowania X, o niskim poborze mocy, niewielkich wymiarach oraz potencjale zastosowań w mobilnych, zintegrowanych systemach analitycznych i diagnostycznych.

W ramach pracy przeanalizowano aktualny stan wiedzy w zakresie podstaw fizycznych, mechanizmów generacji promieniowania rentgenowskiego, a także rozwiązań technicznych, ze szczególnym uwzględnieniem aspektu ich miniaturyzacji. Na podstawie przeprowadzonego przeglądu literatury oraz analizy ograniczeń i wyzwań występujących w istniejących miniaturowych źródłach promieniowania rentgenowskiego sformułowano wymagania projektowe, technologiczne i eksploatacyjne dotyczące nowoprojektowanego źródła.

W oparciu o te założenia opracowano pierwsze na świecie źródło rentgenowskie MEMS, w którego skład wchodzi: katoda polowa (wykonana z ostrzy krzemowych i/lub kompozytu nanorurek węglowych oraz PVP (ang. *Polyvinylpyrrolidone*)), kolumna elektrono-optyczna umożliwiająca ogniskowanie wiązki elektronów, target transmisyjny zoptymalizowany pod kątem generacji promieniowania X w zakresie energii do 25 keV oraz zintegrowana mikropompa jonowo-sorpcyjna zapewniająca utrzymanie wysokiej próżni. Proces technologiczny bazował na fotolitografii, trawieniu krzemu i szkła, osadzaniu warstw metalicznych oraz bondingu anodowym w kontrolowanych warunkach.

Badania eksperymentalne objęły charakteryzację emiterów polowych (pomiar charakterystyk I–V, stabilności emisji, wielkości plamki elektronowej), weryfikację właściwości targetów (wpływ materiału i geometrii na widmo oraz intensywność promieniowania), testy układu ogniskowania wiązki oraz ocenę warunków próżniowych wewnątrz struktury. Zintegrowane urządzenie zostało poddane testom generacji promieniowania poza komorą próżniową. Przeprowadzono badania intensywności, energii, rozkładu przestrzennego, stabilności oraz powtarzalności generacji promieniowania.

Uzyskane wyniki potwierdziły możliwość generacji promieniowania X o kontrolowanych parametrach w mikroskalowej, hermetycznej strukturze MEMS. Opracowane rozwiązanie otworzyło perspektywy zastosowań w kompaktowych analizatorach fluorescencji rentgenowskiej XRF (ang. *X-Ray Fluorescence*), integracji z mikroprzepływowymi układami „lab-on-chip” m.in. do badań biologicznych i chemicznych oraz w instrumentach satelitarnych wymagających miniaturowych źródeł kalibracyjnych.

Praca wnosi wkład w rozwój technologii mikrosystemów poprzez: opracowanie stabilnych mikroemiterów elektronowych, opracowanie nowych metod kontroli wiązki elektronów, optymalizację targetów transmisyjnych, rozwój metod hermetyzacji i utrzymania próżni w strukturach MEMS, oraz integrację kompletnego układu generacji promieniowania rentgenowskiego w pojedynczej strukturze. Wyniki te stanowią podstawę do dalszych badań nad mikrotomografią, spektroskopią rentgenowską *in situ* oraz hybrydowymi sensorami radiacyjnymi nowej generacji.

Słowa kluczowe: miniaturyzacja, MEMS, źródło rentgenowskie, emisja polowa, mikropompa jonowo-sorpcyjna, XRF.

Abstract

This doctoral dissertation concerns the development and implementation of a fully integrated, miniature X-ray source using MEMS (Micro-Electro-Mechanical Systems) technology. The aim of the research was to design and implement an autonomous X-ray generation system with low power consumption, small dimensions, and potential applications in mobile, integrated analytical and diagnostic systems.

This thesis analyzed the current state of knowledge regarding the physical foundations, mechanisms of X-ray generation, and technical solutions, with particular emphasis on miniaturization. Based on a literature review and an analysis of the limitations and challenges encountered in existing miniature X-ray sources, the design, technological, and operational requirements for the newly designed source were formulated. Based on these assumptions, the world's first MEMS X-ray source was developed, consisting of a field-effect cathode (made of silicon blades and/or a composite of carbon nanotubes and PVP (polyvinylpyrrolidone)), an electron-optical column enabling electron beam focusing, a transmission target optimized for X-ray generation in the energy range up to 25 keV, and an integrated ion-sorption micropump ensuring high vacuum. The technological process was based on photolithography, silicon and glass etching, deposition of metallic layers, and anodic bonding under controlled conditions.

Experimental studies included characterization of the field emitters (measuring I-V characteristics, emission stability, and electron spot size), verification of target properties (the effect of material and geometry on the spectrum and radiation intensity), tests of the beam focusing system, and assessment of the vacuum conditions within the structure. The integrated device was tested for X-ray generation outside the vacuum chamber. Studies were conducted on the intensity, energy, spatial distribution, stability, and repeatability of radiation generation.

The obtained results confirmed the possibility of generating X-rays with controlled parameters in a microscale, hermetic MEMS structure. The developed solution opened up potential applications in compact X-ray fluorescence (XRF) analyzers, integration with microfluidic "lab-on-chip" systems for biological and chemical research, and in satellite instruments requiring miniature calibration sources.

This work contributes to the development of microsystems technology by: developing stable electron microemitters, developing new methods for electron beam control, optimizing transmission targets, developing methods for encapsulating and maintaining a vacuum in MEMS structures, and integrating a complete X-ray generation system in a single structure. These results provide a foundation for further research on microtomography, in situ X-ray spectroscopy, and next-generation hybrid radiation sensors.

Keywords: miniaturization, MEMS, X-ray source, field emission, ion-sorption micropump, XRF.

Wykaz skrótów	9
Wykaz oznaczeń i symboli.....	10
Rozdział 1. Wstęp	11
1.1. Motywacja i znaczenie badań	11
1.2. Zakres tematu	12
1.3. Metodyka badań i podejścia do problemu.....	14
Rozdział 2. Źródła i detektory promieniowania rentgenowskiego	15
2.1. Klasyczne makroskalowe źródła rentgenowskie	16
2.2. Detekcja promieniowania rentgenowskiego	21
Rozdział 3. Teoria promieniowania rentgenowskiego	24
3.1. Fizyka emisji promieniowania X – generacja promieniowania rentgenowskiego stymulowana uderzaniem elektronów	24
3.2. Parametry promieniowania rentgenowskiego	26
3.3. Oddziaływanie promieniowania z materią	27
3.4. Wpływ parametrów pracy źródła na emisję promieniowania X.....	30
Rozdział 4. Stan badań nad miniaturyzacją źródeł rentgenowskich	34
4.1. Miniaturowe źródła rentgenowskie – generacja wiązki elektronów	34
4.2. Miniaturowe źródła rentgenowskie – technologia.....	41
Rozdział 5. Cele i tezy pracy	46
5.1. Cele szczegółowe	46
5.2. Oczekiwane rezultaty	48
Rozdział 6. Konstrukcja źródła rentgenowskiego MEMS	49
6.1. Źródło elektronów	50
6.2. Układ elektrono-optyczny i ogniskowanie magnetyczne	57
6.2.1. Ogniskowanie elektrostatyczne.....	58
6.2.2. Ogniskowanie magnetyczne	59
6.2.3. Porównanie metod i podsumowanie	63
6.3. Detekcja sygnałów z miniaturowego źródła rentgenowskiego	66
6.4. Target transmisyjny	70
6.5. Połączenie elementów, zapewnienie i utrzymanie próżni	77
6.5.1. Bonding anodowy i zapewnienie wstępnej próżni	77
6.5.2. Zintegrowana mikropompa jonowo-sorpcyjna	78
6.6. Kompletne źródło rentgenowskie MEMS	80
Rozdział 7. Charakteryzacja źródła	81

7.1. Charakteryzacja warunków próżniowych	81
7.2. Charakteryzacja parametrów pracy źródła rentgenowskiego MEMS.....	85
7.3. Metrologiczna charakterystyka źródła rentgenowskiego	89
Rozdział 8. Badania aplikacyjne.....	92
Rozdział 9. Podsumowanie i wnioski.....	97
Rozdział 10. Publikacje.....	100
10.1. Review of X-ray detection systems	101
10.2. CNT-PVP field electron source formed by thermo-mechanical pulling of carbon nanotubes.....	109
10.3. Point field emission electron source with a magnetically focused electron beam	115
10.4. Detection system for a miniature MEMS X-ray source.....	123
10.5. Transmission Target for a MEMS X-Ray Source.....	129
10.6. Optimization of the Transmission X-Ray Target Toward Obtaining Monochromatic Radiation	136
10.7. Sustaining High Vacuum in Sealed MEMS Devices: Role of Ion-Sorption Pump and Electron-Stimulated Desorption	143
10.8. MEMS-Compatible X-Ray Source.....	151
10.9. X-Rays on a Chip: Characterization of a Monolithically Integrated MEMS X-ray Source.....	154
10.10. MEMS X-ray Source Enables Ultra-Compact XRF Spectrometry for In Situ Extraterrestrial Surface Analysis	162
10.11. Sposób mechaniczno-termicznego formowania na podłożu form przestrzennych z nanorurek węglowych	169
10.12. Skaningowe miniaturowe źródło promieniowania rentgenowskiego wykonane w technologii MEMS	177
10.13. Wielo-emiterowe, miniaturowe źródło promieniowania rentgenowskiego wykonane w technologii MEMS.....	191
10.14. Target transmisyjny o wybieralnej charakterystyce spektralnej do miniaturowego źródła rentgenowskiego wykonanego w technologii MEMS	206
Oświadczenia współautorów	216
Bibliografia	252

Wykaz skrótów

Skrót	Rozwinięcie (angielski)	Rozwinięcie (polski)
MEMS	Micro-Electro-Mechanical Systems	mikrosystemy elektromechaniczne
XRF	X-Ray Fluorescence	spektroskopia fluorescencji rentgenowskiej
XRD	X-Ray Diffraction	dyfraktometria / dyfrakcja rentgenowska
EDS	Energy-Dispersive X-ray Spectroscopy	spektroskopia rentgenowska z dyspersją energii
ESD	Electron-Stimulated Desorption	desorpcja stymulowana elektronami
HV	High Voltage	wysokie napięcie
HVL	Half-Value Layer	grubość półprzepuszczalna
CNT	Carbon Nanotubes	nanorurki węglowe
SWCNT	Single-Walled Carbon Nanotube	nanorurki węglowe jednościenne
PVP	Polyvinylpyrrolidone	poliwinylpirolidon
XFEL	X-ray Free Electron Laser	laser rentgenowski na swobodnych elektronach
LPP	Laser-Produced Plasma	plazma wytwarzana laserowo
DPF	Dense Plasma Focus	gęste ognisko plazmy
EUV	Extreme Ultraviolet	skrajny ultrafiolet
UV	Ultraviolet	ultrafiolet
SDD	Silicon Drift Detector	krzemowy detektor dryftu
RTG	X-ray	rentgen
CAD	Computer-Aided Design	komputerowe wspomaganie projektowania
SEM	Scanning Electron Microscope	skaningowy mikroskop elektronowy
TEM	Transmission Electron Microscope	transmisyjny mikroskop elektronowy
STEM	Scanning Transmission Electron Microscope	skaningowo-transmisyjny mikroskop elektronowy
CCD	Charge Coupled Device	-
CMOS	Complementary Metal-Oxide-Semiconductor	-
KOH	Potassium hydroxide	wodorotlenek potasu
TMAH	Tetramethylammonium hydroxide	wodorotlenek tetrametyloamoniowy
MXS	Modulated X-Ray Source (NASA)	modułowe źródło rentgenowskie (technologia/patent NASA)
NDT	Non-Destructive Testing	badania nieniszczące
CT	Computed Tomography	tomografia komputerowa
ECR	Electron Cyclotron Resonance	rezonans cyklotronowy elektronów
FWHM	Full Width at Half Maximum	szerokość poławkowa
SNR	Signal-to-Noise Ratio	stosunek sygnału do szumu
CV	Coefficient of Variation	współczynnik zmienności
PCB	Printed Circuit Board	plytka drukowana
ITO	Indium Tin Oxide	tlenek indu i cyny
RGA	Residual Gas Analyzer	analizator gazów resztkowych

Wykaz oznaczeń i symboli

Symbol	Znaczenie	Jednostka
V, U	Napięcie (ogólne)	V (wolt)
U _A , U _T	Napięcie anodowe / targetu	V / kV
U _F	Napięcie ogniskujące	V / kV
I, I _e , I _c	Prąd (ogólny / emitera / katodowy)	A, mA, μ A, nA
E, E _K	Energia (ogólna / kinetyczna)	eV, keV
λ	Długość fali	nm, Å
d	Odległość / grubość	m, mm, μ m
r	Promień	m, mm, μ m
p	Ciśnienie	Pa
T	Temperatura	°C, K
B	Pole magnetyczne	T (tesla)
q	Ładunek	C (kulomb)
m	Masa cząstki	kg, g, u
Z	Liczba atomowa	—
σ	Przekrój czynny / przewodność powierzchniowa	m ² / S·m ⁻¹
ρ	Gęstość	kg·m ⁻³
t	Czas	s, min
e	Ładunek elementarny	C
h	Stała Plancka	J·s
c	Prędkość światła w próżni	m·s ⁻¹
$\lambda_{\min}$	Minimalna długość fali promieniowania X	nm
E _{max}	Maksymalna energia fotonu promieniowania X	eV, keV
μ	Liniowy współczynnik tłumienia	m ⁻¹
μ/ρ	Masowy współczynnik tłumienia	m ² ·kg ⁻¹
HVL	Grubość półprzepuszczająca (Half-Value Layer)	m, mm, μ m
N	Całkowity strumień fotonów / liczba fotonów emitowanych na sekundę	ph·s ⁻¹
Φ	Strumień fotonów	ph·m ⁻² ·s ⁻¹
I ₀	Natężenie / irradiancja początkowa	W·m ⁻²
I(x)	Natężenie / irradiancja po przejściu drogi x	W·m ⁻²
x	Droga / grubość w materiale	m, mm, μ m
D	Szybkość dawki pochłoniętej	Gy·s ⁻¹
P _e	Moc wiązki elektronów	W
P _x	Moc emitowanego promieniowania X	W
η	Sprawność konwersji	—
S	Powierzchnia	m ²
v	Prędkość elektronu	m·s ⁻¹
n	Liczba atomów na jednostkę objętości	m ⁻³
R	Zasięg elektronów	g·cm ⁻²

Rozdział 1. Wstęp

1.1. Motywacja i znaczenie badań

Współczesna nauka i technika intensywnie zmierzają w kierunku miniaturyzacji urządzeń i systemów technicznych, dążąc do integracji jak największej liczby elementów w możliwie najmniejszej objętości [1], [2]. Trend ten szczególnie silnie widoczny jest w technologiach mikroelektromechanicznych (MEMS, ang. *Micro-Electro-Mechanical Systems*), które umożliwiają wytwarzanie struktur łączących komponenty mechaniczne, elektryczne, optyczne, cieplne i chemiczne w formie pojedynczych scalonych układów [3], [4]. Szerokie i udokumentowane zastosowanie technologii MEMS w wielu obszarach techniki, w tym w urządzeniach powszechnego użytku, naturalnie prowadzi do pytania o możliwość jej wykorzystania także w obszarach, w których dotychczas nie była ona stosowana, lecz które – ze względu na potrzebę miniaturyzacji i integracji – wykazują istotną zgodność z jej charakterem. Do takich obszarów należą technologie próżniowe, w tym systemy generacji promieniowania rentgenowskiego.

Promieniowanie rentgenowskie odgrywa fundamentalną rolę w szerokim spektrum zastosowań: od diagnostyki medycznej, przez kontrolę nieniszczącą, analizę składu chemicznego i badań materiałowych, aż po spektroskopię synchrotronową i fizykę wysokich energii [5], [6], [7], [8]. Tradycyjne źródła promieniowania X, takie jak lampy rentgenowskie, cechują się jednak stosunkowo dużymi rozmiarami, znacznym zapotrzebowaniem na energię oraz skomplikowanymi wymaganiami eksploatacyjnymi – szczególnie w zakresie utrzymywania wysokiej próżni oraz zarządzania ciepłem [9], [10], [11]. Ograniczenia te stanowią istotną barierę dla rozwoju urządzeń mobilnych, zintegrowanych lub rozproszonych (np. sieci czujników rentgenowskich), jak również aplikacji *in situ* czy implantowanych systemów medycznych.

W ostatnich latach w literaturze naukowej widoczny jest silny trend badawczy zmierzający do miniaturyzacji źródeł promieniowania X. Jednym z głównych kierunków jest zastępowanie klasycznych, termicznych źródeł elektronów – takich jak grzane katody wolframowe – przez katody oparte na emisji polowej [12]. Emitery polowe, wykonane z materiałów takich jak nanorurki węglowe, ostrza krzemowe czy nanokompozyty, umożliwiają emisję elektronów przy niskim napięciu bez konieczności ich podgrzewania, co znacząco obniża zużycie energii i pozwala na miniaturyzację całej struktury [13], [14]. Integracja takich emiterów z pozostałymi elementami źródła promieniowania – targetem, systemem ogniskowania wiązki, oknem rentgenowskim oraz możliwość zapewnienia wymaganych warunków próżniowych stanowi wyzwanie technologiczne, ale jednocześnie otwiera drogę do opracowania w pełni samodzielnych, mikroskalowych źródeł rentgenowskich w technologii MEMS.

Dotychczas opracowane źródła promieniowania rentgenowskiego o zredukowanych rozmiarach wciąż w dużej mierze bazują na klasycznych technologiach próżniowych [15]. Nawet jeśli niektóre ich komponenty (np. katody polowe) zostały wykonane w technologii MEMS lub nanotechnologii, to pozostałe części – takie jak obudowa, target czy układ zapewniający warunki wysokiej próżni – są wytwarzane technikami makroskalowymi, co znacząco utrudnia seryjną produkcję i ogranicza możliwości pełnej integracji z innymi mikrosystemami [13]. W szczególności problematyczne jest zapewnienie wysokiej i trwałej próżni wewnątrz zamkniętej mikroskalowej struktury oraz długoterminowa stabilność emiterów elektronowych. Te dwa zagadnienia były jednymi z głównych barier na drodze do opracowania w pełni MEMS-owych źródeł promieniowania rentgenowskiego.

Celem niniejszej rozprawy doktorskiej było opracowanie innowacyjnego, niskoenergetycznego źródła promieniowania rentgenowskiego, wykonanego w pełni w technologii MEMS, działającego samodzielnie jako urządzenie mobilne. Projektowane urządzenie w założeniach miało być zintegrowane w strukturze krzemowo-szklanej i zawierać: emiter polowy, kolumnę optyki

elektronowej, target transmisyjny, zoptymalizowany pod kątem generacji promieniowania X w zakresie energii do 25 keV oraz mikropompę jonowo-sorpcyjną, która zapewni i utrzyma wysoką próżnię wewnątrz struktury. Zakładanym kierunkiem rozwoju była także możliwość dynamicznej kontroli parametrów promieniowania – w tym energii i intensywności emisji oraz ogniskowania wiązki elektronowej – co rozszerzyłoby funkcjonalność urządzenia względem klasycznych konstrukcji.

Uzyskane w ramach pracy rezultaty stwarzają nowe możliwości, aby znacząco wpłynąć na wiele obszarów nauki i technologii. Miniaturowe źródło rentgenowskie MEMS może stać się kluczowym komponentem przenośnych analizatorów fluorescencji rentgenowskiej (XRF – ang. *X-Ray Fluorescence*), znajdujących zastosowanie w geologii, metalurgii, archeologii i ochronie środowiska. Wbudowanie źródła rentgenowskiego bezpośrednio w układ analityczny pozwoli na prowadzenie analiz w warunkach terenowych bez konieczności transportu próbek do laboratorium, przy zachowaniu wysokiej czułości i selektywności spektroskopii XRF.

Równie obiecującym kierunkiem zastosowań jest integracja źródła rentgenowskiego z układami mikroprzepływowymi. Mikrofluidyka znajduje szerokie zastosowanie w biologii, medycynie i chemii analitycznej – od analizy DNA i białek, przez diagnostykę laboratoryjną, po monitorowanie reakcji chemicznych w czasie rzeczywistym [16], [17]. Włączenie miniaturowego źródła promieniowania X do takiego systemu umożliwi prowadzenie bezkontaktowych analiz składu chemicznego przepływających cieczy oraz badania zachodzących w nich procesów biochemicznych. Może to prowadzić do opracowania nowych generacji urządzeń typu *lab-on-chip*, łączących analizę strukturalną i chemiczną w czasie rzeczywistym z minimalnym zużyciem próbek. Jednym z przykładów takiego zastosowania jest obszar badań biologicznych. Możliwość precyzyjnego kształtowania widma generowanego promieniowania X – dzięki doborowi materiału targetu, napięcia przyspieszającego i geometrii kolumny elektronowej – otwiera drogę do prowadzenia eksperymentów dotyczących oddziaływania promieniowania o różnym składzie spektralnym na komórki żywe. Pozwoli to na ocenę biologicznej reakcji komórek czy mikroorganizmów na różne zakresy energetyczne promieniowania oraz może przyczynić się do rozwoju nowych strategii terapeutycznych i metod oceny ryzyka radiacyjnego.

Dzięki niewielkim rozmiarom, niskiemu zużyciu energii oraz integracji wszystkich funkcjonalnych komponentów w jednym układzie, opracowane źródło może być również zastosowane jako referencyjne źródło promieniowania w przestrzeni kosmicznej – na przykład do kalibracji detektorów promieniowania X w misjach satelitarnych, gdzie liczy się niezawodność, niska masa i samodzielność urządzeń.

Z punktu widzenia rozwoju dyscypliny „automatyka, elektronika, elektrotechnika i technologie kosmiczne” niniejsza praca wnosi do niej istotny wkład poprzez:

- rozwój technologii mikroemiterów elektronowych o stabilnej pracy,
- opracowanie i optymalizację targetów transmisyjnych dla kontrolowanej emisji promieniowania X,
- opracowanie metod zapewniania i utrzymania próżni w strukturach MEMS,
- zaprojektowanie kompletnego mikroskalowego systemu do generacji promieniowania rentgenowskiego.

1.2. Zakres tematu

Zakres niniejszej pracy doktorskiej obejmuje projekt, wytworzenie, integrację oraz eksperymentalną weryfikację działania miniaturowego, zintegrowanego źródła promieniowania rentgenowskiego wykonanego w technologii MEMS. Uwzględniono wszystkie kluczowe zagadnienia konstrukcyjne i technologiczne umożliwiające realizację takiej struktury.

W pierwszej kolejności przeprowadzono szczegółowy przegląd literatury obejmujący aktualny stan wiedzy w zakresie podstaw fizycznych, mechanizmów generacji promieniowania rentgenowskiego, a także rozwiązań technicznych, ze szczególnym uwzględnieniem aspektu ich miniaturyzacji. Na tej podstawie sformułowano wymagania projektowe dla źródła rentgenowskiego MEMS, ze szczególnym uwzględnieniem problemów takich jak długoterminowe utrzymanie próżni, integracja targetu transmisyjnego w strukturze MEMS czy ograniczenie ryzyka przebiegów elektrycznych.

W dalszej części prac skoncentrowano się na zaprojektowaniu geometrii oraz modelowaniu funkcjonalnym poszczególnych komponentów struktury. Opracowano modele katod polowych wykonanych z ostrzy krzemowych i nanomateriałów (w tym nanorurek węglowych), uwzględniając ich stabilność emisji, odporność na wyładowania oraz wpływ procesów technologicznych (np. bondingu anodowego) na ich parametry. Wykonano również szereg symulacji dotyczących rozkładu pola elektrycznego wewnątrz struktury oraz efektywności ogniskowania wiązki elektronowej. Targety transmisyjne zaprojektowano z uwzględnieniem geometrii oraz doboru materiałów (np. Si, Ni, Ta), mając na celu optymalizację widma generowanego promieniowania oraz jego intensywności. Osobno przeprowadzono analizę rozwiązań technologicznych umożliwiających zapewnienie i długoterminowe utrzymanie warunków wysokiej próżni w ograniczonej objętości.

W ramach pracy zaplanowano i przeprowadzono pełny proces technologiczny służący do wytworzenia źródła, obejmujący takie etapy jak: fotolitografia, trawienie krzemu i szkła, osadzanie warstw metalicznych oraz bonding anodowy.

Po wytworzeniu poszczególnych komponentów przeprowadzono ich testy funkcjonalne i elektryczne. Obejmowały one m.in.:

- badania emiterów polowych: charakterystyki I–V, stabilność emisji, wielkość plamki elektronów, odporność na uszkodzenia,
- testy kolumny elektronowej: analiza możliwości elektrostatycznego ogniskowania wiązki elektronów,
- testy ogniskowania magnetycznego wiązki elektronów,
- badania targetów transmisyjnych: wpływ parametrów geometrycznych i materiałowych na widmo i intensywność promieniowania,
- testy mikropompy: pomiary efektywności działania oraz trwałości układu.

Zwieńczeniem prac było połączenie wszystkich komponentów w szczelną, zintegrowaną strukturę próżniową zdolną do samodzielnej pracy. Urządzenie zostało poddane testom generacji promieniowania poza komorą próżniową, z zastosowaniem detektorów (scyntylatorów, spektrometrów SDD (ang. *Silicon Drift Detector*)) umożliwiających pomiar energii, intensywności oraz kształtu plamki rentgenowskiej. W dalszej kolejności przeprowadzono również testy długookresowe mające na celu ocenę niezawodności źródła w typowych warunkach aplikacyjnych.

Zakres rozprawy obejmuje również wstępną analizę możliwych zastosowań opracowanej struktury. Szczególną uwagę poświęcono wykorzystaniu źródła w kompaktowych analizatorach fluorescencji rentgenowskiej XRF, wykorzystywanych m.in. w geologii, archeologii, analizie środowiskowej i przemysłowej.

Praca stanowi zatem nie tylko projekt i realizację nowej klasy urządzenia w technologii MEMS, ale także jego kompleksową walidację i osadzenie w kontekście realnych aplikacji. Praca ta wpisuje się w szerszy nurt badań nad mikrosystemami zintegrowanymi, otwierając nowe perspektywy dla rozwoju miniaturowej analityki rentgenowskiej, technologii medycznej i kosmicznej oraz nowoczesnej elektroniki próżniowej.

1.3. Metodyka badań i podejścia do problemu

Realizacja niniejszej rozprawy doktorskiej wymagała zastosowania kompleksowego podejścia badawczego łączącego projektowanie, symulacje, techniki mikrofabrykacji, testy eksperymentalne oraz analizę funkcjonalną. Ze względu na interdyscyplinarny charakter opracowywanego miniaturowego źródła promieniowania rentgenowskiego MEMS, konieczne było uwzględnienie zagadnień z obszaru mikroelektroniki, technologii MEMS, fizyki promieniowania rentgenowskiego, inżynierii wysokiej próżni, a także analizy spektralnej.

Metodyka badań obejmowała następujące etapy:

- Projektowanie i modelowanie struktur MEMS — w tym etapie badań wykorzystano narzędzia CAD (ang. *Computer-Aided Design*) (AutoCAD, Fusion 360) oraz oprogramowanie COMSOL Multiphysics do modelowania elementów źródła rentgenowskiego MEMS oraz symulowania pola elektrycznego i trajektorii elektronów. Głównym celem tego etapu był dobór odpowiedniej geometrii emitera, kolumny elektrono-optycznej, targetu i mikropompy oraz dobór materiałów zapewniających trwałość i zgodność technologii.
- Mikrofabrykacja komponentów w technologii MEMS — etap ten polegał na wytworzeniu struktur MEMS z wykorzystaniem technik fotolitografii, trawienia (krzemu oraz szkła), magnetronowego osadzania metalizacji oraz bondingu anodowego. Wytworzone zostały struktury emitera, targetu, elektrody ekstrakcyjnej, skupiającej oraz mikropompy jonowo-sorpcyjnej.
- Testy elektryczne i charakteryzacja komponentów — po wytworzeniu elementy struktury poddano badaniom eksperymentalnym prowadzonym w warunkach próżniowych. Wykonano pomiary charakterystyk elektrycznych z wykorzystaniem stanowiska pomiarowego obejmującego zasilacze wysokiego napięcia oraz precyzyjne układy pomiaru prądu. Przeprowadzono również pomiary widma i intensywności emitowanego promieniowania rentgenowskiego z zastosowaniem spektrometru rentgenowskiego. Dodatkowo wykonano pomiary rozkładu przestrzennego wiązki elektronowej oraz generowanego promieniowania poprzez obserwację plamki na ekranie luminoforowym.
- Integracja komponentów i hermetyzacja struktury — po przeprowadzeniu testów częściowych wykonano integrację wszystkich elementów w szczelną strukturę MEMS. Zastosowano bonding krzem-szkło celem zamknięcia komory wewnętrznej, zawierającej emiter, układ ogniskowania, target i elementy układu utrzymania próżni.
- Generacja promieniowania rentgenowskiego — po integracji przeprowadzono eksperymentalną weryfikację zdolności struktury do generacji promieniowania rentgenowskiego poza komorą próżniową, z wykorzystaniem detektorów SDD oraz luminoforów.
- Analiza aplikacyjna i testy funkcjonalne — przeprowadzono wstępne testy zastosowania źródła w spektroskopii XRF. Sprawdzone potencjał zastosowania układu jako przenośnego, niskoenergetycznego analizatora XRF do detekcji pierwiastków.

Rozdział 2. Źródła i detektory promieniowania rentgenowskiego

Promieniowanie rentgenowskie — powszechnie nazywane promieniowaniem X — jest formą promieniowania elektromagnetycznego o bardzo krótkich długościach fal (od kilku pikometrów do kilku nanometrów), odpowiadających energiom od ok. 0,1 keV do kilkuset keV. Jego podstawowe cechy to wysoka przenikliwość przez materiały oraz zdolność do indukowania jonizacji w materii, co przesądza o jego specjalnym znaczeniu zarówno w naukach przyrodniczych, jak i w inżynierii. Właściwości te determinują szerokie spektrum zastosowań, co przekłada się na powszechne wykorzystanie w diagnostyce medycznej, badaniach materiałowych oraz w naukach podstawowych.

Rozwój technologii generacji promieniowania rentgenowskiego jest nierozzerwalnie związany z przełomowymi odkryciami w fizyce próżni, elektroniki próżniowej oraz inżynierii materiałowej. Od chwili, gdy Wilhelm Conrad Röntgen w 1895 roku przypadkowo odkrył nowe, przenikliwe promienie podczas eksperymentów z lampą Crookesa, rozpoczęła się epoka, która nie tylko zmieniła oblicze diagnostyki medycznej, ale też stworzyła fundamenty współczesnej techniki badań nieniszczących i spektroskopii [18].

Systematyka źródeł promieniowania rentgenowskiego jest rozległa i obejmuje procesy emisji oraz mechanizmy fizyczne o diametralnie różnej naturze i skali energetycznej. W ujęciu fundamentalnym, emisja promieniowania X jest nieodłącznym atrybutem Wszechświata, a kosmiczne źródła rentgenowskie stanowią kluczowy obiekt badań współczesnej astrofizyki. Promieniowanie to jest generowane w procesach wysokoenergetycznych, takich jak akrecja materii na obiekty zwarte (czarne dziury, gwiazdy neutronowe), emisja termiczna z gorącego gazu międzygalaktycznego w gromadach galaktyk, czy promieniowanie synchrotronowe relatywistycznych elektronów w pozostałościach po supernowych [19], [20].

W dziedzinie techniki, źródła konstruowane przez człowieka można klasyfikować na podstawie wykorzystywanego zjawiska fizycznego, parametrów wyjściowych wiązki oraz docelowego zastosowania. Wśród wielkoskalowych źródeł rentgenowskich można wyróżnić źródła synchrotronowe, w których promieniowanie generowane jest przez relatywistyczne elektrony poruszające się w polach magnetycznych urządzeń wstawianych w linię akceleratora, takich jak undulatory i wiglery. Emitują one niezwykle intensywne, szerokopasmowe lub quasi-monochromatyczne wiązki fotonów, które są podstawowym narzędziem w zaawansowanych badaniach strukturalnych [21]. Ewolucją tej technologii są lasery na swobodnych elektronach (XFEL – ang. *X-ray Free Electron Laser*), zdolne do generowania ultrakrótkich, femtosekundowych impulsów promieniowania rentgenowskiego o znaczącej mocy szczytowej i pełnej koherencji przestrzennej [22], [23]. Umożliwiają one badanie ultraszybkich zjawisk dynamicznych w materii.

Inną klasę stanowią plazmowe źródła rentgenowskie, gdzie medium emisyjnym jest plazma o wysokiej gęstości i temperaturze. W zależności od metody jej wytworzenia, wyróżnia się m.in. źródła typu LPP (ang. *Laser-Produced Plasma*) lub DPF (ang. *Dense Plasma Focus*). Generują one impulsowe promieniowanie w szerokim zakresie spektralnym, od skrajnego ultrafioletu EUV (ang. *Extreme Ultraviolet*) po twarde promieniowanie X, znajdując zastosowanie w badaniach fizyki wysokich gęstości energii, mikroskopii rentgenowskiej czy litografii nowej generacji [24], [25].

W odrębnym spektrum zastosowań, głównie w aparaturze przenośnej, wykorzystuje się źródła izotopowe. Emitują one promieniowanie charakterystyczne w wyniku procesów rozpadu jądrowego, takich jak wychwyt elektronu (np. w izotopie ^{55}Fe) lub są źródłem promieniowania gamma (np. ^{241}Am), które może być stosowane bezpośrednio lub do wzbudzania fluorescencji. Ich główną zaletą jest niezależność od zewnętrznego zasilania i stabilność emisji w czasie [26], [27].

Pomimo istnienia wielu zaawansowanych technologii generacji promieniowania X, podstawą zdecydowanej większości aplikacji medycznych, przemysłowych i analitycznych pozostają

klasyczne lampy rentgenowskie [28]. Ich zasada działania bazuje się na nieelastycznym oddziaływaniu wiązki elektronów przyspieszonych w polu elektrycznym z materiałem anody, co prowadzi do emisji zarówno promieniowania hamowania (o widmie ciągłym), jak i promieniowania charakterystycznego (o widmie liniowym) [29], [30].

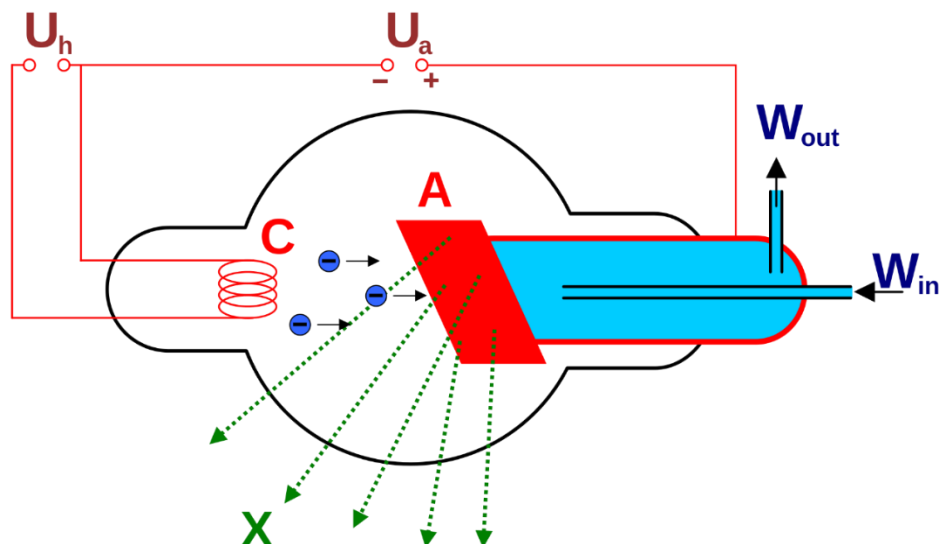
Konstrukcje tego typu rozwijane są od ponad stu lat — od pierwszych lamp Crookesa, przez lampy Coolidge’a, aż po współczesne rozwiązania z anodą obrotową i zaawansowanymi systemami chłodzenia [31]. Niezawodność oraz możliwość pracy przy dużych mocach sprawiają, że klasyczne lampy RTG (rentgen) są wciąż niezastąpione tam, gdzie wymagana jest duża intensywność wiązki, szeroki zakres napięć pracy i stabilność parametrów w długim czasie użytkowania. Parametry te są jednak osiąmane przy niskiej efektywności konwersji energii elektronów na promieniowanie X, co skutkuje znacznym grzaniem się źródła i koniecznością stosowania różnych metod odprowadzania ciepła [32], [33].

Zważywszy na nadrzędny cel niniejszej rozprawy, którym jest rozwój i charakteryzacja miniaturowego źródła rentgenowskiego, dalsze analizy w tym rozdziale zostały zawężone do systematyki, ewolucji technologicznej i właściwości fizycznych elektronowiązkowych źródeł rentgenowskich.

2.1. Klasyczne makroskalowe źródła rentgenowskie

Pierwsze źródła promieniowania X były w istocie prostymi lampami próżniowymi, których zasada działania bazowała na zjawisku jonizacji gazu resztkowego pod wpływem interakcji z przyspieszonymi elektronami. W oryginalnych lampach Crookesa elektrony emitowane z katody były przyspieszane w rozrzedzonej atmosferze w kierunku pokrytych metalem ścianek „bańki” próżniowej. Ich oddziaływanie z gazem oraz materiałem bańki szklanej prowadziło do świecenia [34]. Röntgen zauważył jednak, że pewna część niewidzialnego promieniowania przenika przez materiały nieprzezroczyste i powoduje fluorescencję ekranów pokrytych cyjanoplatynianem baru. Już kilka miesięcy po tym odkryciu skonstruowano pierwsze dedykowane lampy rentgenowskie, w których skupiono się na wytwarzaniu elektronów w kontrolowany sposób i kierowaniu ich na specjalnie dobrane tarcze metalowe, najpierw z platyny, później z wolframu.

Przełomem w rozwoju technicznym było odejście od lamp wykorzystujących jonizację resztkowego gazu na rzecz lamp próżniowych z katodą emitującą elektrony w wyniku termicznej emisji elektronów takie jak lampa Coolidge’a [35], [36] [Rys. 2.1]. Zamiast polegać na jonizacji resztkowego gazu, zaczęto wykorzystywać zjawisko emisji elektronów z rozgrzanego drutu — zazwyczaj wolframowego — co pozwalało precyzyjnie regulować ilość emitowanych elektronów i uzyskiwać ich stabilny, powtarzalny strumień [37]. W latach 20. XX wieku takie lampy z katodą żarzoną i stacjonarną anodą stały się standardem w szpitalach i laboratoriach, a inżynierowie zaczęli poszukiwać sposobów na zwiększenie ich trwałości, wydajności i bezpieczeństwa.

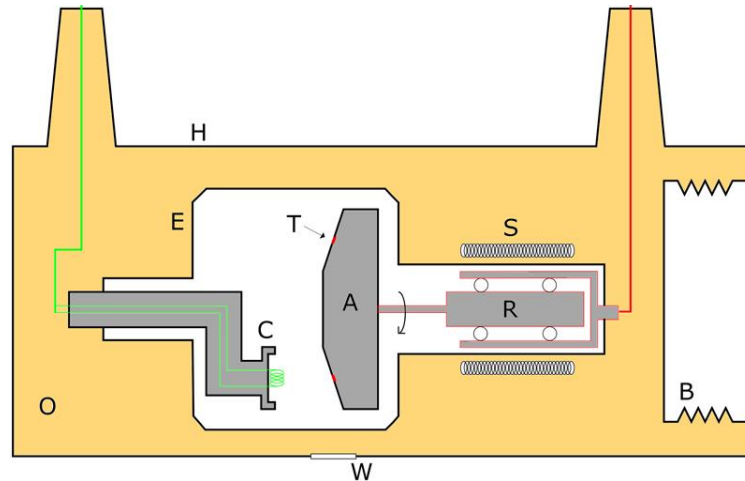


Rysunek 2.1. Schemat budowy lampy Coolidge’a (C - katoda, A – anoda, W_{in} – wlot wody układu chłodzącego, W_{out} – wylot wody układu chłodzącego [36].

Lampy z anodą stacjonarną to najprostsza konstrukcja: nieruchoma anoda (zwykle tarcza lub stożek wolframowy) jest umocowana w miedzianym bloku z chłodzeniem wodnym (jak w lampie Coolidge’a [Rys.1.1]). Takie lampy charakteryzują się niewielkimi rozmiarami ogniska i prostą budową, co przekłada się na niższy koszt produkcji. Wystarczają one do zastosowań niskomocowych – stosuje się je m.in. w przenośnych aparatach RTG i stomatologii, gdzie wymagane prądy anodowe są rzędu kilku–kilkunastu mA. Główną wadą anod statycznych jest jednak ograniczona wydajność cieplna: całe ciepło z bombardowania koncentruje się na niewielkim obszarze, co drastycznie obniża możliwą ciągłą moc lampy i maksymalny czas ekspozycji. Lampy te są najczęściej chłodzone wodą cyrkulującą wewnątrz miedzianej oprawy. Dla zapewnienia izolacji przy wysokim napięciu często wykorzystuje się konstrukcje z dwoma biegunami: lampy dwubiegunowe wymagają chłodziwa izolacyjnego (oleju) wokół anody, zaś lampy jednobiegunowe (anoda uziemiona) mogą być chłodzone mieszanką wodno-glikolową [36].

Wprowadzenie anody obrotowej w latach 30. XX wieku rozwiązało fundamentalny problem nadmiernego nagrzewania się obszaru interakcji elektronów [38]. W klasycznej lampie z anodą stacjonarną cała moc kinetyczna wiązki elektronów skupiała się w jednym punkcie, co prowadziło do szybkiej degradacji materiału anody [31]. Zastosowanie wirującej tarczy z wolframu pozwalało rozproszyć energię cieplną na znacznie większej powierzchni, co umożliwiło zwiększenie mocy wiązki elektronów bez ryzyka stopienia lub spękania tarczy. W praktyce otworzyło to drogę do uzyskiwania mocnych lamp diagnostycznych o stabilnym widmie i znacznie dłuższej żywotności. W tych lampach wolframowa tarcza anodowa obraca się z dużą prędkością (na ogół kilka–kilkanaście tysięcy obrotów na minutę) wewnątrz bańki próżniowej [Rys. 2.2]. Dzięki rotacji ciepło z ogniska rozkłada się na większą powierzchnię, co w porównaniu z anodą statyczną znacząco zwiększa zdolność lampy do odprowadzania energii. W efekcie można pracować z dużo wyższymi mocami i krótszymi czasami ekspozycji niż w lampach statycznych. Typowa anoda obrotowa ma budowę kompozytową — powierzchnia czynna wykonana jest z wolframu (lub stopu wolframu z renem, W–Re), natomiast podłoże stanowi molibden lub grafit, co poprawia przewodnictwo cieplne i redukuje naprężenia termiczne. Warstwa wolframowa jest napawana, napyłana lub dyfuzyjnie łączona z podłożem. Całość mocowana jest na wirującym trzpieniu wykonanym ze stopów niklu (np. Inconel) lub molibdenu, osadzonym na łożyskach ceramicznych, które umożliwiają stabilną pracę w wysokiej próżni i temperaturze. Bańka lampy wykonywana jest zazwyczaj ze szkła borokrzemowego lub kwarcowego, natomiast w wysokowydajnych konstrukcjach stosuje się obudowy metalowo-

ceramiczne, zapewniające lepsze odprowadzanie ciepła i większą trwałość próżni. Dla poprawy chłodzenia część wirująca anody jest połączona z układem chłodzenia olejowego lub z przewodzeniem ciepła przez metaliczny trzpień. Dodatkowo w lampach obrotowych często stosuje się konstrukcję z dwoma ogniskami – małym i dużym. Małe ognisko (np. $\lesssim 0,5$ mm) daje ostrzejszy obraz, ale ogranicza maksymalny prąd; duże ognisko (około 1 mm i więcej) pozwala na wyższe prądy kosztem nieco gorszej rozdzielczości obrazu [39], [40].



Rysunek 2.2. Schemat budowy obrotowej lampy anodowej (A - anoda, B – mieszek dylatacyjny, C – katoda z obwodem żarnika, E – rura próżniowa, H – ołowiana lub miedziana obudowa, O – dielektryczny olej chłodzący, R – wirnik na łożyskach, S - stojan, T – tarcza anody, W – okno lampy [36].

Oprócz typowego podziału według rodzaju anody (stała, obrotowa) wyróżnia się też konstrukcje transmisyjne i odbiciowe, lampy z różnymi wielkościami ogniska, a także lampy chłodzone powietrzem lub cieczą [41], [42], [43] [Tab. 2.1]. W anodzie transmisyjnej używa się bardzo cienkiej warstwy materiału, przez które powstałe promieniowanie X transmitowane jest na zewnątrz. Dzięki temu możliwe jest umieszczenie próbki bardzo blisko źródła (duża ostrość i rozdzielczość obrazu). Przykładem jest mikroźródło Moxtek, w którym na powierzchnię okienka berylowego naniesiono cienką warstwę srebra jako anodę. Wadą źródła transmisyjnego jest ograniczona moc promieniowania (cienka folia szybko się nagrzewa) i konieczność precyzyjnego chłodzenia tej cienkiej warstwy [44]. W wypadku anod odbiciowych stosowana jest gruba anoda blokowa. Część powstałego promieniowania ukierunkowana do wewnątrz komory transmitowana jest na zewnątrz poprzez oko z materiału o małej liczbie atomowej (zazwyczaj berylu). Zaletą takiego rozwiązania jest możliwość pracy przy znacznie wyższej mocy - gruba anoda lepiej odprowadza ciepło. Wadą są większe wymiary i masa lampy oraz trudniejsze uzyskanie małej plamki.

Tabela 2.1. Porównanie cech targetów transmisyjnych i odbiciowych.

	Target transmisyjny	Target odbiciowy
Budowa	Bardzo cienka warstwa (nm– μ m)	Grubsza tarcza (masywna)
Grubość efektywna	Bardzo mała → mała samo absorpcja przy niskich energiach	Znaczna → większa absorpcja wewnętrzna
Maks. przenoszona moc	Niska (ograniczenia cieplne)	Wysoka
Kierunek emisji X	Przechodzi przez target (transmisja)	Odbicie / emisja z powierzchni
Zalety	Małe odległości do próbki, dobre do niskich energii, integracja MEMS	Wyższa moc, większa żywotność, nadaje się do przemysłowych aplikacji
Wady	Ograniczona moc	Większe wymiary, ograniczona możliwość integracji on-chip
Typowe zastosowania	Źródła MEMS / mikroźródła, XRF on-chip	Lampy przemysłowe, medyczne aplikacje wysokiej mocy

Równoległe z udoskonaleniem konstrukcji mechanicznych i termicznych rozwijała się technologia wytwarzania wysokiej próżni wewnątrz obudowy źródła [45], [46], [47]. Utrzymanie niskiego ciśnienia gazów w komorze jest niezbędne do stabilnej pracy katod i zapobiegania wyładowaniom oraz nadmiernemu osadzaniu się zanieczyszczeń — w praktyce wymaga to zastosowania odpowiednich procedur przygotowania powierzchni wewnętrznych elementów układu próżniowego, szczelnych technik pakowania oraz systemów usuwania gazów reszkowych. Początkowo w tym celu wykorzystywano pompy rtęciowe i mechaniczne, później wprowadzono pompy dyfuzyjne i turbomolekularne, które umożliwiały obniżenie ciśnienia wewnątrz lampy do poziomu 10^{-6} hPa i niżej. To z kolei, minimalizowało zjawiska niepożądanego jonizacji reszkowych cząsteczek gazu, redukowało prądy upływu i zwiększało stabilność oraz trwałość katody. W praktyce oznaczało to, że lampy mogły pracować przy wyższych napięciach anodowych (nawet powyżej 150 kV) i wyższych prądach elektronowych, co wprost przekładało się na moc generowanego promieniowania.

Lata 50. i 60. XX wieku przyniosły dalszą optymalizację lamp w zastosowaniach medycznych, przemysłowych i badawczych. Rozwój układów zasilania wysokim napięciem, transformatorów olejowych oraz lepsze systemy chłodzenia cieczą pozwalały konstruować lampy rentgenowskie o mocach rzędu kilkudziesięciu kilowatów w impulsie, co było niezbędne zwłaszcza w tomografii komputerowej czy inspekcji dużych odlewów i spoin stalowych [48].

W tym samym czasie pojawiła się również potrzeba zwiększenia rozdzielczości obrazowania. To doprowadziło do rozwoju technologii lamp mikroogniskowych. Zamiast ogniska o średnicy kilku milimetrów, nowe konstrukcje umożliwiały skupienie wiązki elektronów na plamce o średnicy poniżej 50 mikrometrów [49]. Taka miniaturyzacja ogniska wymagała precyzyjnych układów skupiających, często z dodatkowymi soczewkami magnetycznymi lub elektrostatycznymi, a także materiałów anody o zoptymalizowanej geometrii i chłodzeniu punktowym [50]. Dzięki lampom

mikroogniskującym możliwe stało się obrazowanie strukturalne z rozdzielczością rzędu pojedynczych mikrometrów – kluczowe w badaniach mikrouszkodzeń, defektów w mikroelektronice czy inspekcji elementów lotniczych.

Przykłady konkretnych rozwiązań

W praktyce przemysłowej i medycznej stosuje się lampy komercyjne, które implementują omówione zasady budowy i działania. Na przykład firma Comet (X-Ray Technology) oferuje linię lamp MXR do NDT (ang. *Non-Destructive Testing*). Model MXR 225-21 to jednostronna lampa monoblokowa wodno-chłodzona o wolframowej anodzie kierunkowej – nominalnie 225 kV, dwa ogniska (1,0 mm i 3,0 mm) i moc od 640 do 1600 W. Tuby z serii MXR 225 służą do inspekcji odlewów, kompozytów czy skanowania bagażu, zapewniając zarówno możliwość wykrywania większych defektów (ognisko duże), jak i obrazowanie wysokiej rozdzielczości (ognisko małe). Dla niższych napięć Comet ma analogiczne tuby 160 kV i 225 kV (MXR 160, MXR 225) z mocą do ~1,6 kW i różnymi wariantami wiązki (w tym nawet fan-beam do skanerów bezpieczeństwa) [51].

Varian Medical Systems (obecnie część Siemens Healthineers) produkuje tuby do zastosowań medycznych. Na przykład Varian M-1500 to lampa mammograficzna o małym ognisku i kompaktowej konstrukcji, przeznaczona dla ultrawysokiej przepustowości badań piersi [52]. Varian zaprezentował także tubę FP1000 do przenośnych tomografów operacyjnych i systemów interwencyjnych – specjalistyczną lampę obrotową zoptymalizowaną pod duże obciążenia cieplne. GE Healthcare oferuje serię turbin Performix do CT (ang. *Computed Tomography*); model Performix HDw to metalowo-ceramiczna lampa z zaawansowanym systemem dynamicznej kontroli ogniska (regulowanego w obu osiach), co poprawia rozdzielczość obrazów w całym polu badania [53]. Podobne rozwiązania oferują Canon Medical (dawniej Toshiba), Philips czy Shimadzu – wszystkie te firmy dostarczają lampy RTG do systemów radiografii i tomografii o zbliżonych parametrach (wysokowydajne płytki anodowe z chłodzeniem, konstrukcja izolatorów zapewniająca wytrzymałość HV (ang. *High Voltage*), podwójne ogniska, itp.).

Problemy eksploatacyjne i miniaturyzacja

Tradycyjne lampy rentgenowskie narażone są na typowe awarie i zużycie. Jednym z głównych problemów są wyładowania wewnętrzne (łuki) spowodowane osadzaniem się odparowanego wolframu na izolatorach. Cząsteczki metalu z anody i katody sedymentują na wewnętrznych ściankach lampy. W efekcie następuje niepożądane przewodzenie, co może prowadzić do lawinowych uszkodzeń. Kolejnym skutkiem działania wysokich temperatur są mikropęknięcia anody. Gdy skupiona wiązka elektronów ogrzewa anodę, podpowierzchniowe naprężenia mogą spowodować powstanie drobnych pęknięć. Z biegiem cykli termicznych pęknięcia się rozrastają, co obniża wydajność odprowadzania ciepła i z czasem powoduje obniżenie intensywności emitowanego promieniowania. Problem ten jest szczególnie nasilony w lampach z nieruchomą anodą, gdzie temperatury ogniska mogą przekraczać 2800°C (a nawet dochodzić do topnienia wolframu) – w takich warunkach przyrost mikropęknięć jest bardzo szybki [54].

W lampach obrotowych częstą przyczyną awarii są łożyska napędowe. Pracują one z bardzo dużą prędkością i przy wysokiej temperaturze, co zużywa metalowy smar (zazwyczaj oparty na srebrze lub ołowiu) i w końcu prowadzi do zatarcia. Przy konserwatywnym użytkowaniu łożyska zwykle wytrzymują dłużej niż elektronika lampy, jednak ich uszkodzenie zawsze wiąże się z końcem eksploatacji urządzenia – silnik przestaje działać, a anoda zatrzymuje się nieruchomo, co natychmiast prowadzi do wytopienia kontaktu ogniska [54], [55], [56].

W nowoczesnych systemach generowania promieniowania X klasyczne lampy rentgenowskie są nadal powszechnie stosowane dzięki sprawdzonej technologii i dużej elastyczności parametrów

pracy. W ostatnich latach pojawiły się natomiast nowe trendy, szczególnie w zakresie miniaturyzacji źródeł, ale temu aspektowi zostanie poświęcony Rozdział 4 niniejszej pracy.

2.2. Detekcja promieniowania rentgenowskiego

Oprócz systemów generacji promieniowania rentgenowskiego istotnym elementem większości układów wykorzystujących promieniowanie X są systemy jego detekcji. Detektory promieniowania rentgenowskiego umożliwiają rejestrację natężenia, rozkładu przestrzennego oraz widma energetycznego promieniowania, stanowiąc podstawę działania wielu technik obrazowania i analizy materiałowej. Dodatkowo systemy detekcyjne mogą być wykorzystywane do charakteryzacji źródeł promieniowania rentgenowskiego, co jest szczególnie istotne w kontekście niniejszej pracy.

Detektory promieniowania rentgenowskiego przekształcają fotony X na sygnały elektryczne lub światło widzialne, a wybór konkretnej technologii zależy od przedziału energetycznego promieniowania i wymagań dotyczących czułości, rozdzielczości energetycznej czy czasowej oraz od natężenia wiązki. Wśród detektorów promieniowania rentgenowskiego znajdują się detektory scyntylacyjne, półprzewodnikowe, gazowe oraz układy hybrydowe. Do poprawnej oceny działania źródła rentgenowskiego konieczne jest dobranie odpowiedniego systemu detekcji. Poniższy przegląd omawia zasadę działania każdej z tych technologii, ich parametry oraz ograniczenia, a także typowe obszary zastosowań¹.

Detektory scyntylacyjne

Detektory scyntylacyjne wykorzystują zjawisko luminescencji: materiał scyntylacyjny (kryształy NaI (Tl), CsI (Tl), LaBr₃(Ce) lub szybko tłumienne tworzywo sztuczne) emituje impuls światła pod wpływem fotonu rentgenowskiego. Ten impuls jest następnie konwertowany na sygnał elektryczny za pomocą fotopowielacza lub innego przetwornika optoelektronicznego (fotodiody, matrycy CCD (ang. *Charge Coupled Device*) itp.). Typowe scyntylatory charakteryzują się dużą efektywnością pochłaniania (dzięki obecności pierwiastków o wysokim Z) oraz wysoką wydajnością świetlną [57].

Czas zaniku światła scyntylacji zależy od rodzaju kryształu: NaI (Tl) ma czas zaniku $\sim 0,25 \mu\text{s}$ (co daje w praktyce narastanie impulsu $\sim 0,5 \mu\text{s}$), natomiast kryształy LaBr₃(Ce) emitują światło znacznie szybciej ($\sim 30 \text{ ns}$). Rozdzielczość energetyczna detektorów scyntylacyjnych jest stosunkowo ograniczona – dla NaI (Tl) osiąga ona 7–8% FWHM (ang. *Full Width at Half Maximum*) przy energii fotonów 662 keV (dla niższych energii błąd procentowy jest zwykle jeszcze większy). Zaletą detektorów scyntylacyjnych jest duża czułość (wysokie prawdopodobieństwo absorpcji fotonu X) i możliwość skonstruowania dużych powierzchni czynnych, wadą – konieczność zastosowania dodatkowej elektroniki (fotopowielaczy) oraz zazwyczaj spore wymiary układu. Scyntylatory sprzężone z kamerami CCD/CMOS (ang. *Charge Coupled Device / Complementary Metal-Oxide-Semiconductor*) umożliwiają rejestrację obrazów rentgenowskich o bardzo wysokiej rozdzielczości przestrzennej (ograniczonej głównie rozmiarem ziaren scyntylatora) [57], [58].

Typowe zastosowania detektorów scyntylacyjnych to pomiar dawki promieniowania (scyntylatory z fotopowielaczami, tzw. liczniki scyntylacyjne) oraz obrazowanie rentgenowskie. W technikach radiografii cyfrowej i tomografii komputerowej stosuje się cienkie warstwy scyntylatora (np. CsI lub Gd₂O₂S) sprzężone z matrycą detektorów światła widzialnego. Scyntylatory plastikowe, ze względu na bardzo krótki czas zaniku, używane są tam, gdzie ważna jest szybkość pomiaru. Ogólnie, detektory te są optymalnym wyborem, gdy potrzebujemy dużej

¹ Uwagi: Przedstawione informacje bazują na przeglądzie opisanym w załączonej publikacji naukowej „Review of X-ray detection systems” [60].

powierzchni detekcji i umiarkowanej rozdzielczości energetycznej przy zadawalającej rozdzielczości czasowej [59], [60].

Detektory gazowe

W detektorach gazowych foton rentgenowski jonizuje gaz znajdujący się w komorze pomiarowej, tworząc pary jon–elektron. Pod wpływem przyłożonego pola elektrycznego elektrony przemieszczają się do drutu anodowego, co generuje impuls prądowy. W zależności od energii wyróżniamy trzy typy detektorów gazowych: komorę jonizacyjną, detektor proporcjonalny oraz licznik Geigera-Müllera.

Przy niskim napięciu mamy do czynienia z „komorą jonizacyjną” – wzmocnienia nie ma, impuls jest proporcjonalny do liczby zjonizowanych atomów. Taki układ stosuje się do pomiaru dużych strumieni promieniowania, ponieważ daje niski, ale liniowy sygnał [60], [61].

Zwiększając napięcie można wejść w tryb proporcjonalny: powstają lawiny elektronów, a amplituda impulsu pozostaje proporcjonalna do energii fotonu. Typowe detektory proporcjonalne osiągają rozdzielczość rzędu 16–20% FWHM dla linii rentgenowskiej 5,9 keV. Jako gazy czynne używa się mieszanek gazów szlachetnych (np. P-10: 90% Ar + 10% CH₄) lub czystych gazów (krypton, ksenon) dobranych do zakresu energii. Umożliwia to detekcję promieni rentgenowskich o różnej energii (np. neon dla niskich energii, ksenon dla wyższych) [61], [62].

Przy jeszcze wyższym napięciu komora pracuje w trybie Geigera-Müllera: każdy foton wywołuje pełną lawinę jonizacyjną niezależną od jego energii, co daje duży i łatwy do zliczenia impuls. Wadą jest brak informacji spektralnej i długi czas martwy (~setki μ s) potrzebny na wygaszenie rozładowania [61].

Detektory gazowe cechuje niska efektywność (ze względu na małą gęstość gazu), ale za to prostota i niski koszt. Zwykle stosuje się je do pomiarów punktowych: jak zauważono, detektory gazowe służą głównie pojedynczym pomiarom i nie nadają się do obrazowania matrycowego z powodu dużych wymiarów i konstrukcji. W praktyce, „komory jonizacyjne” stosowane są głównie w monitorach dawki i dozymetrach, natomiast liczniki proporcjonalne znajdują zastosowanie w pomiarach widmowych promieniowania rentgenowskiego (np. analiza próbek w twardym promieniowaniu X). Dla zliczania promieniowania (bez pomiaru energii) używa się prostych liczników Geigera-Müllera [61].

Detektory półprzewodnikowe

Detektory półprzewodnikowe przekształcają energię fotonów rentgenowskich w nośniki ładunku w ciele stałym. Zwykle są zbudowane jako złącza p-n (lub p-i-n) spolaryzowane zaporowo – gdy foton X przechodzi przez obszar zaporowy, wytwarzane są w nim pary elektron–dziura. Nośniki te są następnie zbierane przez pole elektryczne i dają na wyjściu impuls elektryczny (po wstępnym wzmocnieniu) proporcjonalny do energii fotonu. Dzięki niewielkim wymiarom elementu aktywnego detektory półprzewodnikowe mogą być realizowane jako matryce pikselowe umożliwiające dwuwymiarowe obrazowanie rozkładu wiązki rentgenowskiej [60], [61].

Energia potrzebna do wytworzenia pary elektron–dziura w krzemie (~3,7 eV) lub germanu (~2,8 eV) jest znacząco mniejsza niż energia jonizacji w gazie (~30 eV). W praktyce oznacza to, że pojedynczy foton generuje w półprzewodniku kilkakrotnie więcej nośników ładunku niż w detektorze gazowym. Rezultatem jest bardzo dobra rozdzielczość energetyczna – detektory Ge i Si chłodzone kriogenicznie mogą osiągać FWHM rzędu kilku promili energii fotonu (dla porównania: NaI (Tl) uzyskuje ~7–8% przy 662 keV). Detektory krzemowe osiągają często rozdzielczość kilkuset elektronowoltów dla linii rentgenowskich o energii kilkunastu keV. Bardzo dobre wyniki dają też spektrometry bazujące na krzemowych detektorach dryftowych SDD, w których amplituda impulsu jest proporcjonalna do energii fotonu [60], [61], [63].

Ze względu na silny szum termiczny większość detektorów Si/Ge pracuje w niskich temperaturach (np. chłodzenie ciekłym azotem). Alternatywą są detektory z materiałów półprzewodnikowych o większej przerwie wzbronionej (CdTe, CdZnTe), które działają w temperaturze pokojowej, ale ich rozdzielczość energetyczna jest zwykle gorsza niż w detektorach krzemowych. Do zalet detektorów półprzewodnikowych należą wysoka efektywność wykrywania fotonów o niskich energiach oraz możliwość budowy detektorów o dużej rozdzielczości przestrzennej (np. matryce CCD/CMOS w astronomii rentgenowskiej). Ograniczeniem są wysoki koszt materiałów wysokiej czystości i złożoność chłodzenia oraz elektroniki, a także zwykle niewielka powierzchnia czynna pojedynczego detektora [64], [65].

Detektory półprzewodnikowe znajdują zastosowanie tam, gdzie wymagana jest wysoka rozdzielczość spektralna lub przestrzenna. Używa się ich w spektroskopii fluorescencji rentgenowskiej (analiza składu pierwiastkowego), w aparaturze dozymetrycznej (gdzie mierzy się dawkę promieniowania), a także w obrazowaniu rentgenowskim o dużej rozdzielczości (detektory CCD/CMOS) [66].

Układy hybrydowe

Detektory hybrydowe stanowią szczególną klasę półprzewodnikowych detektorów promieniowania, w których każdy element matrycy zawiera odpowiedni układ elektroniczny, rejestrujący nie tylko intensywność, ale również rozkład energetycznych fotonów rentgenowskich. W efekcie możliwe jest rejestrowanie widma promieniowania w każdym pikselu osobno. Przykładami tego typu rozwiązań są detektory z rodziny Medipix, Pilatus czy Timepix, stosowane m.in. w obrazowaniu synchrotronowym oraz eksperymentach fizyki wysokich energii. Układy te umożliwiają zliczanie pojedynczych fotonów w każdym pikselu oraz rejestrację parametrów sygnału, takich jak energia lub czas detekcji [67], [68].

Zaletą układów hybrydowych jest bezpośrednia detekcja fotonów (bez konieczności scyntylacji) oraz wysoka dokładność pomiaru energii i czasu. Umożliwia to zaawansowane techniki obrazowania: np. spektroskopowe obrazowanie rentgenowskie („kolorowy” RTG) czy pomiary fazowe w synchrotronowych eksperymentach. Przykładem jest wykorzystanie detektorów Pilatus/Eiger w dyfrakcji rentgenowskiej czy detektora Timepix do obrazowania medycznego z jednoczesnym pomiarem energii i czasu przelotu fotonu. Ograniczeniem jest duża złożoność technologii (wymagane chłodzenie i precyzyjne lutowanie układów pikselowych) oraz wysoki koszt, co na razie ogranicza ich użycie do zastosowań badawczych i specjalistycznych [69].

Opisane metody detekcji promieniowania rentgenowskiego mają różne właściwości: detektory gazowe cechują się prostotą i stosuje się je głównie do monitoringu i prostych pomiarów dawki, detektory scyntylacyjne – umożliwiają budowę dużych powierzchni detekcyjnych do obrazowania przy umiarkowanej rozdzielczości energetycznej, a półprzewodnikowe – gwarantują wysoką czułość i znakomitą rozdzielczość spektralną przy relatywnie małych rozmiarach elementu detekcyjnego. Nowoczesne układy hybrydowe (detektory pikselowe) łączą zalety bezpośredniej detekcji i zaawansowanej elektroniki, umożliwiając liczenie i analizę pojedynczych fotonów. Wybór konkretnego detektora zależy od kompromisu między żadaną precyzją pomiaru a ograniczeniami praktycznymi (wielkością, kosztem, potrzebą chłodzenia itp.).

W kontekście niniejszej pracy, czyli w przy opracowywaniu i charakteryzacji miniaturowych źródeł promieniowania rentgenowskiego, dobór detektora nabiera dodatkowego znaczenia. Ograniczona moc źródła, niewielkie natężenie wiązki oraz często szerokie spektrum energetyczne wymagają zastosowania detektorów o wysokiej czułości, dobrej rozdzielczości energetycznej oraz stabilnych parametrach pracy. Doborowi odpowiednich elementów i systemów detekcji poświęcono podrozdział 6.3

Rozdział 3. Teoria promieniowania rentgenowskiego

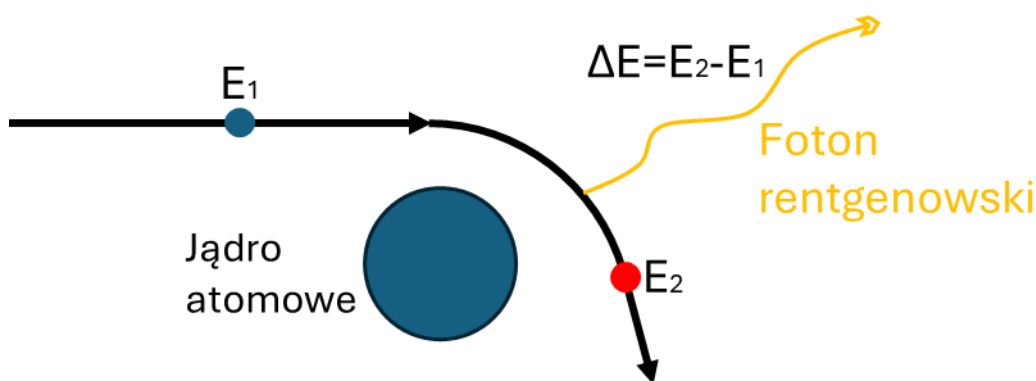
Jak wspomniano, promieniowanie rentgenowskie może być generowane w wyniku różnych mechanizmów fizycznych. Każdy z nich prowadzi do powstawania promieniowania o odmiennych właściwościach. W niniejszej pracy skupiono się wyłącznie na generacji stymulowanej uderzeniem elektronów, wykorzystywanej w lampach rentgenowskich, w których wysokoenergetyczne elektrony oddziałują z materiałem anody, prowadząc do emisji promieniowania X [70], [71]. Pozostałe mechanizmy generacji, takie jak procesy jądrowe, plazmowe czy synchrotronowe, nie mieszczą się w zakresie tej pracy.

W niniejszym rozdziale szczegółowo omówiono podstawy fizyczne generacji promieniowania rentgenowskiego, ze szczególnym uwzględnieniem mechanizmów zachodzących w lampach próżniowych, parametrów wpływających na uzyskiwane widmo promieniowania oraz mechanizmów oddziaływania promieniowania z materią.

3.1. Fizyka emisji promieniowania X – generacja promieniowania rentgenowskiego stymulowana uderzaniem elektronów

W lampach rentgenowskich promieniowanie powstaje w wyniku oddziaływania wysokoenergetycznych elektronów z materią. Zjawiska odpowiedzialne za taką generację promieniowania X można podzielić na dwa główne mechanizmy: emisję hamowania (bremsstrahlung) oraz emisję charakterystyczną, związaną z przejściami elektronowymi w atomach [72], [73].

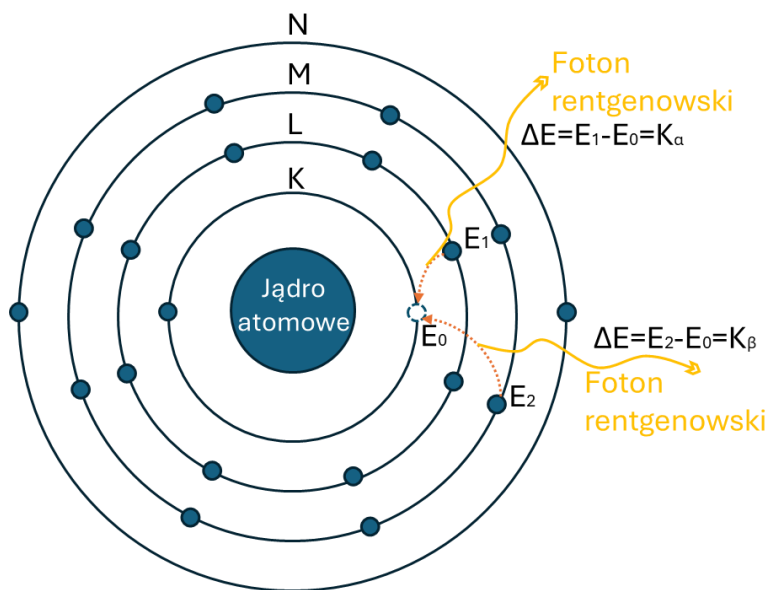
Hamowanie elektronów (Bremsstrahlung) to proces emisji promieniowania elektromagnetycznego, który zachodzi, gdy elektron o wysokiej energii ulega wyhamowaniu lub odchyleniu w polu elektrostatycznym jądra atomowego [74] [Rys. 3.1]. Podczas takiego oddziaływania elektron traci część swojej energii kinetycznej, która przekształca się w foton promieniowania X. W wyniku tego procesu powstaje widmo ciągłe, którego energia fotonów może przyjmować dowolne wartości od zera do maksymalnej wartości odpowiadającej energii elektronów padających. Bremsstrahlung jest procesem probabilistycznym, którego intensywność rośnie wraz ze wzrostem liczby atomowej (Z) atomów w materiale tarczy (anody). Zjawisko to dominuje w klasycznych lampach rentgenowskich przy wysokich napięciach przyspieszających.



Rysunek 3.1. Schemat generacji fotonu rentgenowskiego w wyniku hamowania elektronu w polu elektrycznym jądra atomowego (na podstawie [75]).

Charakterystyczne promieniowanie X powstaje, gdy elektron o dostatecznie wysokiej energii wybija elektron z wewnętrznej powłoki atomowej (najczęściej z powłoki K lub L), tworząc w atomie lukę energetyczną [74] [Rys. 3.2]. Następnie elektron z wyższej powłoki energetycznej „przeskakuje” na niższy poziom, a różnica energii tych poziomów jest emitowana w postaci fotonu o ściśle

określonej energii. Ta energia jest charakterystyczna dla danego pierwiastka, stąd nazwa tego typu promieniowania. Dla powłoki K oznacza to emisję całej serii linii charakterystycznych ($K\alpha$, $K\beta$, $K\gamma$ itd.), odpowiadających przejściom elektronów z kolejnych wyższych powłok na powłokę K. Największą intensywność wykazują linie $K\alpha$ (przejście z powłoki L na K) oraz $K\beta$ (przejście z powłoki M na K). Linie wyższych rzędów cechują się znacznie mniejszym prawdopodobieństwem emisji, co wynika z większego prawdopodobieństwa zajścia konkurencyjnych procesów relaksacyjnych. Analogicznie definiuje się przejścia do powłoki L (linie $L\alpha$, $L\beta$ itd.). Położenie energetyczne tych linii zależy od liczby atomowej materiału tarczy i stanowi podstawę dla technik takich jak fluorescencja rentgenowska XRF [76] i spektroskopia EDS (ang. *Energy Dispersive Spectroscopy*).



Rysunek 3.2. Schemat generacji promieniowania charakterystycznego (na podstawie [76]).

Konsekwencją opisanych powyżej mechanizmów oddziaływania elektronów z materiałem anody jest charakterystyczny kształt widma promieniowania X generowanego w klasycznych lampach rentgenowskich, obejmujący zarówno widmo ciągłe, jak i linie charakterystyczne [74] [Rys. 3.3]:

- **Widma ciągłego (Bremsstrahlung)** – rozpoczyna się od energii bliskiej zeru i rozciąga się do energii granicznej, odpowiadającej maksymalnej energii elektronów (określanej przez napięcie przyspieszające). Widmo to ma charakter gładkiej krzywej, której intensywność rośnie dla niższych energii fotonów. W rzeczywistych pomiarach intensywność promieniowania maleje dla najniższych energii ze względu na silniejsze tłumienie fotonów rentgenowskich o niższych energiach oraz ograniczone zdolności detekcyjne urządzeń pomiarowych [75].

Graniczna energia fotonów wynika z zasady zachowania energii – w przypadku całkowitej konwersji energii kinetycznej elektronu na energię pojedynczego fotonu maksymalna energia promieniowania dana jest zależnością:

$$E_{max} = eU \quad (3.1)$$

gdzie:

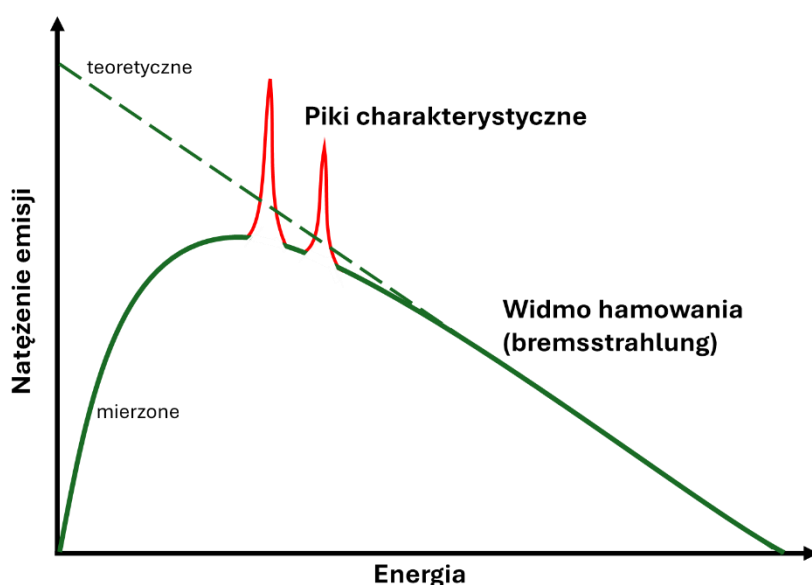
- e – ładunek elementarny,
- U – napięcie przyspieszające.

Odpowiadająca jej minimalna długość fali promieniowania spełnia zależność:

$$\lambda_{min} = \frac{hc}{eU} \quad (3.2)$$

gdzie:

- λ_{min} – minimalna długość fali promieniowania X,
 - h – stała Plancka,
 - c – prędkość światła w próżni,
 - e – ładunek elementarny,
 - U – napięcie przyspieszające.
- **Widma charakterystycznego** – nakładają się na widmo ciągłe w postaci ostrych pików o ściśle określonych energiach, odpowiadających różnicom poziomów energetycznych atomów materiału anody [77]. Położenie tych linii jest determinowane wyłącznie strukturą elektronową atomów i nie zależy od energii elektronów bombardujących anodę, o ile ich energia przekracza próg jonizacji danej powłoki.



Rysunek 3.3. Składowe widma rentgenowskiego (na podstawie [77]).

Opis jakościowy procesu generacji wymaga dodatkowo uzupełnienia o formalne wprowadzenie wielkości fizycznych pozwalających na ilościową charakterystykę promieniowania. Zagadnienie to stanowi przedmiot kolejnego podrozdziału.

3.2. Parametry promieniowania rentgenowskiego

Promieniowanie rentgenowskie, niezależnie od mechanizmu jego generacji, opisuje się zestawem uniwersalnych parametrów fizycznych, które określają jego właściwości oraz wpływają na możliwość i efektywność jego wykorzystania w praktyce. Do najważniejszych z nich należą energia i długość fali promieniowania (opisane w poprzednim podrozdziale), intensywność i strumień fotonów, widmo promieniowania, rozkład kątowy emisji oraz zdolność przenikania przez materię. Zrozumienie i prawidłowe określenie tych parametrów jest niezbędne zarówno w projektowaniu źródeł promieniowania, jak i w doborze odpowiednich systemów detekcji oraz w analizie otrzymywanych wyników eksperymentalnych [61].

Wśród wymienionych wielkości kluczową rolę w opisie natężenia promieniowania odgrywa strumień fotonów (photon flux), który oznacza liczbę fotonów przechodzących przez jednostkę powierzchni na jednostkę czasu i zwykle wyraża się go w $[\text{fotony} \cdot \text{cm}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}]$ [61]. Z kolei całkowity strumień (liczba fotonów na sekundę, $\dot{N}$) oraz moc promieniowania (energia przekazywana na

jednostkę powierzchni na jednostkę czasu, [$\text{W}\cdot\text{m}^{-2}$]) są ze sobą powiązane przez energię pojedynczego fotonu:

$$I = \Phi \cdot E \quad (3.11)$$

gdzie:

- I - irradiancja / moc promieniowania padająca na jednostkę powierzchni [$\text{W}\cdot\text{m}^{-2}$],
- Φ - strumień fotonów (photon flux) [$\text{ph}\cdot\text{cm}^{-2}\cdot\text{s}^{-1}$],
- E — energia pojedynczego fotonu [J/ph], można przeliczyć z elektronowoltów korzystając ze stałej $1\text{ eV} = 1,602176634 \times 10^{-19}\text{ J}$ [61], [78].

Przy tej samej liczbie fotonów zmiana energii fotonów wpływa więc bezpośrednio na moc oraz na głębokość penetracji w materiale.

Rozkład kątowy emisji opisuje kierunkowość wiązki rentgenowskiej. W lampach rentgenowskich otrzymujemy zazwyczaj stożek o pewnym kącie rozbiegu, zależnym od konstrukcji anody i kształtu ogniska. W źródłach specjalistycznych (np. synchrotrony, lasery na swobodnych elektronach) uzyskuje się silnie kierunkowe, niemal równoległe wiązki [61].

Kolejnym ważnym parametrem jest jasność (brilliance/brightness). Jasność mierzy gęstość fotonów w czterowymiarowej przestrzeni fazowej i łączy liczbę fotonów emitowanych na sekundę z rozmiarem plamki źródła oraz kątem bryłowym emisji — w praktyce jest to liczba fotonów przypadająca na jednostkę powierzchni źródła, jednostkę kąta i zakres procentowy szerokości pasma energetycznego [79]. Dla miniaturowych źródeł (np. MEMS) ma to bezpośrednie znaczenie: mała plamka i skupiona emisja podnoszą jasność geometryczną, co poprawia rozdzielczość przestrzenną i skraca wymagany czas ekspozycji przy zadanym stosunku sygnału do szumu (SNR – ang. *Signal-to-Noise Ratio*).

Z punktu widzenia metrologii i zastosowań technicznych kluczowe są również:

- Stabilność parametrów – dryft energetyczny linii czy zmian natężenia w czasie,
- Precyzja pomiaru – niepewność pomiaru strumienia fotonów,
- Efektywność konwersji – stosunek energii promieniowania X do energii dostarczonej do źródła (zwykle rzędu promili), co wpływa na wymagania dotyczące chłodzenia i zarządzania mocą źródła [61].

3.3. Oddziaływanie promieniowania z materią

Oddziaływanie promieniowania rentgenowskiego z materią jest determinowane przede wszystkim energią fotonów, składem materiałowym ośrodka oraz geometrią propagacji wiązki, które decydują o dominujących mechanizmach absorpcji i rozpraszania. Procesy te wpływają zarówno na właściwości propagującej się wiązki, takie jak jej osłabienie, zmiana kierunku propagacji czy modyfikacja widma energetycznego, jak również na stan fizyczny i strukturalny materiału, w którym dochodzi do depozycji energii.

Zrozumienie mechanizmów odpowiedzialnych za absorpcję i rozpraszanie promieniowania ma kluczowe znaczenie dla interpretacji wyników badań obrazowych i spektroskopowych, a także dla oceny wpływu promieniowania na badane obiekty.

Do opisu tych mechanizmów wprowadza się wielkości charakteryzujące osłabianie promieniowania w materii oraz miary pochłaniania energii, powszechnie stosowanych w dozymetrii i ocenie bezpieczeństwa radiologicznego.

W trakcie propagacji w ośrodku wiązka promieniowania ulega osłabieniu zgodnie z zależnością wykładniczą:

$$I(x) = I_0 e^{-\mu x} \quad (3.12)$$

gdzie:

- I_0 - natężenie/irradiacja padająca na wejściu materiału,
- $I(x)$ - natężenie po przebyciu grubości x [m],
- μ - liniowy współczynnik tłumienia [m^{-1}] [80].

Liniowy współczynnik tłumienia μ uwzględnia sumaryczny wkład procentowy oddziaływania promieniowania z materiałem, takich jak pochłanianie fotoelektryczne, rozpraszanie Comptona oraz, w odpowiednim zakresie energii, inne mechanizmy. W praktyce stosuje się również masowy współczynnik tłumienia μ/ρ oraz pojęcie grubości półprzepuszczającej (HVL – ang. *Half-Value Layer*), które umożliwiają porównywanie właściwości osłabiających różnych materiałów niezależnie od ich gęstości [81].

Z punktu widzenia dozymetrii i bezpieczeństwa ważne są miary pochłaniania energii i ich jednostki. Dawka pochłonięta wyrażana jest w grayach: $1 \text{ Gy} = 1 \text{ J/kg}$ i opisuje energię pochłoniętą na jednostkę masy. Dawka równoważna lub skuteczna wyrażana jest w siwertach (Sv) i uwzględnia efekty biologiczne przez stosowne współczynniki wagowe; dla promieniowania rentgenowskiego współczynnik jakości promieniowania wynosi zwykle 1, co upraszcza zamianę $\text{Gy} \rightarrow \text{Sv}$ w kontekście oceny efektów radiobiologicznych [82], [83]. Przy pomiarach w powietrzu stosuje się również pojęcia kerma oraz exposure (C/kg lub historycznie roentgen), które bywają użyteczne przy kalibracji detektorów i konwersji sygnału detektora na dawkę [80].

Dla praktycznych przeliczeń z liczb fotonów na szybkość dawki użyteczny jest związek z masowym współczynnikiem pochłaniania energii μ_{en}/ρ . Dla monenergetycznej wiązki:

$$\dot{D} \text{ (Gy/s)} = \Phi \text{ (ph/m}^2\text{/s)} \times E \text{ (J/ph)} \times \left(\frac{\mu_{\text{en}}}{\rho}\right) \text{ (m}^2\text{/kg)} \quad (3.13)$$

gdzie:

- $\dot{D}$ - szybkość dawki pochłoniętej [$\text{Gy} \cdot \text{s}^{-1}$] ($1 \text{ Gy} = 1 \text{ J/kg}$),
- Φ - strumień fotonów [$\text{ph} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$],
- E - energia fotonu [J/ph],
- μ_{en}/ρ — masowy współczynnik pochłaniania energii (mass energy-absorption coefficient) [$\text{m}^2 \cdot \text{kg}^{-1}$] — uwzględnia część energii fotonu, która jest rzeczywiście oddana ośrodkowi (po odjęciu energii traconej przez promieniowanie wtórne i inne procesy); wartości zależne od energii fotonu i składu ośrodka [84].

Dla widma ciągłego odpowiednia wielkość powstaje przez całkowanie strumienia po energii: $\dot{D} = \int \Phi(E) E (\mu_{\text{en}}/\rho)(E) dE$. W praktyce, wartości μ_{en}/ρ są silnie zależne od energii i najlepiej korzystać z tabelarycznych danych (np. z baz metrologicznych) przy wykonywaniu dokładnych obliczeń [84], [85]. Dodatkowo, w geometrii punktowego źródła bez absorpcji przybliżenie rozkładu strumienia ma postać odwrotności kwadratu odległości:

$$\Phi(r) = \dot{N}/(4\pi r^2) \quad (3.14)$$

gdzie:

- $\Phi(r)$ - strumień fotonów w odległości r od źródła [$\text{ph} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$],
- $\dot{N}$ - całkowity strumień (liczba fotonów emitowanych przez źródło na sekundę) [$\text{ph} \cdot \text{s}^{-1}$],
- r - odległość od źródła [m] [86], a osłabienie w materiale opisuje prawo Beera–Lamberta

Znajomość i kontrola tych parametrów pozwalają na optymalizację dowolnego systemu wykorzystującego promieniowanie rentgenowskie – od aparatów medycznych, przez spektrometry analityczne, po eksperymenty naukowe wymagające najwyższej precyzji energetycznej i koherentnej.

Oddziaływanie promieniowania rentgenowskiego z materią nie ogranicza się jednak wyłącznie do osłabiania wiązki i depozycji energii. W określonych warunkach procesy te mogą prowadzić do wtórnej emisji promieniowania charakterystycznego, stanowiącej podstawę technik analitycznych oraz alternatywnych metod generacji promieniowania X.

Jednym z efektów oddziaływania wysokoenergetycznych fotonów z materią jest emisja wtórnego promieniowania rentgenowskiego, wynikająca z jonizacji wewnętrznych powłok elektronowych atomów. Proces ten znany jest jako fluorescencja rentgenowska indukowana fotonami (XRF) [87], [88]. Gdy foton o energii przekraczającej energię wiązania elektronu w powłoce K, L lub wyższej zostaje zaabsorbowany przez atom, elektron zostaje wybity, a na jego miejsce przeskakuje elektron z wyższej powłoki. Różnica energii poziomów zostaje wyemitowana w postaci promieniowania X o charakterystycznej długości fali dla danego materiału.

W przeciwieństwie do wzbudzania cząstkami naładowanymi, w przypadku wzbudzania fotonowego nie zachodzi Bremsstrahlung, a uzyskane widmo składa się wyłącznie z linii charakterystycznych dla badanego materiału, z minimalnym tłem. Efektywność tego procesu zależy od przekroju czynnego fotoabsorpcji, który jest największy dla fotonów o energiach nieco przekraczających energię wiązania elektronów w danej powłoce [89].

Należy podkreślić, że wzbudzenie fotonowe zawsze towarzyszy innym mechanizmom generacji promieniowania rentgenowskiego. Promieniowanie pierwotnie powstałe w wyniku oddziaływania elektronów, jonów lub cząstek ciężkich z materią, oddziałując z otaczającym materiałem, może indukować wtórną fluorescencję X. Oznacza to, że generacja promieniowania X w rzeczywistych układach często tworzy ciąg wzajemnie powiązanych zjawisk, w którym każdy etap wpływa na kolejny.

Co więcej, choć bezpośrednio w procesie wzbudzenia fotonowego nie powstaje Bremsstrahlung, należy zauważyć, że elektrony wybite przez fotony nadal posiadają energię kinetyczną i mogą oddziaływać z materiałem, prowadząc do emisji wtórnego promieniowania hamowania [90], [91]. Oznacza to, że Bremsstrahlung może pojawić się pośrednio jako efekt kolejnych interakcji wybitych elektronów z jądrami atomów.

Złożona natura tych procesów powoduje, że w wielu przypadkach nie da się jednoznacznie oddzielić pierwotnych i wtórnych źródeł promieniowania rentgenowskiego — generacja promieniowania X w rzeczywistych warunkach jest często wynikiem całego łańcucha oddziaływań zachodzących pomiędzy cząstkami i materią. Analiza tych zjawisk wymaga uwzględnienia zarówno podstawowych mechanizmów emisji, jak i ich wzajemnych powiązań oraz efektów wtórnych, które wpływają na ostateczny kształt uzyskanego widma promieniowania.

Analiza przedstawionych mechanizmów wskazuje, że skuteczność absorpcji oraz transmisji promieniowania rentgenowskiego jest w sposób zasadniczy determinowana energią kwantów oraz intensywnością wiązki. Wielkości te definiują zarówno głębokość penetracji promieniowania w materiale, jak i kontrast obrazowania. Ponieważ parametry energetyczne i natężeniowe promieniowania wynikają z warunków generacji w lampie rentgenowskiej, ich kontrola stanowi podstawowy element optymalizacji procesu projektowania źródła rentgenowskiego. Zależności te omówiono w następnym podrozdziale.

3.4. Wpływ parametrów pracy źródła na emisję promieniowania X

Parametry emitowanego promieniowania rentgenowskiego są bezpośrednio związane z konstrukcją i parametrami pracy źródła rentgenowskiego. W szczególności napięcie przyspieszające oraz prąd anodowy determinujące energię i strumień elektronów. Właściwości materiału anody wpływają z kolei na moc, intensywność oraz charakterystykę widmową generowanego promieniowania X. Zrozumienie tych zależności jest kluczowe zarówno z punktu widzenia projektowania źródeł rentgenowskich, jak i kontroli ich parametrów w zastosowaniach praktycznych.

Podstawowym parametrem określającym ilość energii dostarczanej do anody jest moc wiązki elektronów, która dana jest wzorem:

$$P_e = U \cdot I_a \quad (3.15)$$

gdzie:

- P_e – moc wiązki elektronów (W),
- U – napięcie przyspieszające (V),
- I_a – prąd anodowy (A).

Jedynie niewielka część energii wiązki elektronów przekształca się w promieniowanie X — większość zamienia się w ciepło w anodzie. Moc emitowanego promieniowania można zapisać jako:

$$P_X = \eta(U, Z) P_e \quad (3.16)$$

gdzie:

- P_X – moc emitowanego promieniowania X (W),
- η – sprawność konwersji (zwykle jest rzędu ułamków procenta),
- U – napięcie przyspieszające (V),
- Z – liczba atomowa materiału anody,
- P_e – moc wiązki elektronów (W).

Przybliżone empiryczne wyrażenie dla sprawności konwersji ma postać:

$$\eta \approx 9 \times 10^{-10} Z U \quad (3.17)$$

gdzie:

- η – sprawność konwersji (zwykle jest rzędu ułamków procenta),
- Z – liczba atomowa materiału anody,
- U – napięcie przyspieszające (V),

co dla wolframu ($Z \approx 74$) i $U = 100$ kV daje $\eta \sim 0,7\%$.

Po uwzględnieniu powyższych zależności empirycznie obserwuje się, że moc promieniowania rentgenowskiego rośnie w przybliżeniu proporcjonalnie do kwadratu napięcia przyspieszającego oraz prądu anodowego i masy atomowej materiału targetu:

$$P_X \propto Z U^2 I_a \quad (3.18)$$

gdzie:

- P_X – moc emitowanego promieniowania X (W),
- Z – liczba atomowa materiału anody,
- U – napięcie przyspieszające (V),
- I_a – prąd anodowy (A).

Ze wzoru 3.6 wynika, że parametrem mającym największy wpływ na moc promieniowania jest napięcie przyspieszające. Zwiększenie napięcia przyspieszającego powoduje wzrost maksymalnej energii fotonów promieniowania X, co przesuną granicę krótkofalową widma w stronę mniejszych długości fal. Wyższe napięcie zwiększa też całkowitą intensywność emitowanego promieniowania — zarówno w części ciągłej (Bremsstrahlung), jak i w liniach charakterystycznych — przy czym emisja linii charakterystycznych dla danego pierwiastka pojawia się dopiero powyżej progu energetycznego równego energii wiązania odpowiedniej powłoki (np. linia $K\alpha$ wolframu wymaga przybliżonego napięcia $U \gtrsim 69,5$ kV). Oprócz napięcia przyspieszającego istotnym parametrem wpływającym na całkowitą moc emitowanego promieniowania jest też prąd anodowy, który określa liczbę elektronów docierających do anody w jednostce czasu. Wzrost prądu prowadzi do proporcjonalnego zwiększenia liczby generowanych fotonów, a tym samym intensywności promieniowania. Na sprawność konwersji energii kinetycznej elektronów na promieniowanie rentgenowskie wpływa również liczba atomowa materiału anody (Z).

Wybór materiału anody determinuje nie tylko całkowitą moc promieniowania, ale też energie linii charakterystycznych obecnych w widmie. Materiały o wysokiej liczbie atomowej (Z), takie jak wolfram (W), molibden (Mo), srebro (Ag), czy miedź (Cu), są powszechnie stosowane w lampach rentgenowskich, ponieważ zapewniają efektywną produkcję promieniowania X oraz szeroki zakres energii charakterystycznych linii emisyjnych [92], [93], [94], [95], [96].

Dodatkowo, dobór materiału anody pozwala na kształtowanie widma pod kątem konkretnego zastosowania, np. [94], [95], [96]:

- **Wolfram** – szerokie widmo, wysokie energie – stosowany w tomografii komputerowej i klasycznej diagnostyce medycznej.
- **Miedź** – charakterystyczna linia $K\alpha$ ok. 8 keV – stosowany w dyfraktometrach rentgenowskich.
- **Molibden** – linie charakterystyczne w zakresie niskiej energii – stosowany w mammografii.

Odpowiednie zestawienie napięcia przyspieszającego i materiału anody pozwala na uzyskanie pożądanego kształtu widma, zoptymalizowanego pod kątem charakterystyki absorpcji badanego materiału, kontrastu obrazowania oraz wymaganej głębokości penetracji.

Parametry pracy lampy oraz jej dobór materiałów determinują całkowitą moc generowanego promieniowania rentgenowskiego, natomiast jego geometria i to jak promieniowanie jest tłumione na drodze swojej propagacji decyduje o rozkładzie przestrzennym, czyli o intensywności w konkretnym punkcie przestrzeni.

W procesie generacji promieniowania rentgenowskiego kluczowym etapem jest oddziaływanie wysokoenergetycznych elektronów z materiałem anody (targetu). To właśnie podczas tych interakcji dochodzi do emisji promieniowania rentgenowskiego, zarówno w formie promieniowania hamowania, jak i charakterystycznych linii widmowych. Zrozumienie mechanizmów pochłaniania, rozpraszania oraz strat energii elektronów w materiale jest niezbędne do prawidłowego projektowania źródeł promieniowania X, w tym doboru odpowiednich grubości warstw targetów oraz materiałów anody. Ze względu na konieczność pogodzenia wytrzymałości termicznej oraz mechanicznej targetu z efektywnym generowaniem promieniowania jest to szczególnie istotne w targetach transmisyjnych.

Zasięg elektronów w materiale – równania opisowe

Podczas wnikania w materiał anody, elektrony stopniowo tracą energię w wyniku licznych interakcji z atomami ośrodka. Proces ten jest statystyczny i zależy od energii początkowej elektronów, gęstości materiału oraz jego liczby atomowej. Średni dystans, jaki pokonuje elektron zanim całkowicie straci swoją energię, nazywany jest **zasięgiem elektronów** [97], [98].

Jednym z klasycznych podejść do oszacowania zasięgu elektronów jest wykorzystanie równania Bethego, opisującego średnią stratę energii na jednostkę drogi w ośrodku:

$$\frac{dE}{dx} = \frac{4\pi e^4 Z n}{m_e v^2} \ln \left(\frac{2m_e v^2}{I} \right) \quad (3.20)$$

gdzie:

- e – ładunek elementarny,
- Z – liczba atomowa materiału,
- n – liczba atomów na jednostkę objętości,
- m_e – masa elektronu,
- v – prędkość elektronu,
- I – średni potencjał jonizacji materiału.

W uproszczonych analizach praktycznych często stosuje się empiryczne zależności opisujące zasięg elektronów w funkcji ich energii oraz gęstości materiału. Przykładem jest zależność Pokrowski-Russella, w której zasięg R elektronów o energii E w materiale o gęstości ρ można aproksymować równaniem [99]:

$$R(g/cm^2) = 0,412 * E^{1.265} - 0,0954 * \ln(E) \quad (3.21)$$

Dla większości metali o wysokiej liczbie atomowej, takich jak wolfram, molibden czy złoto, zasięg elektronów w zakresie energii od 5 do 20 keV wynosi od kilkuset nanometrów do kilku mikrometrów [100]. To bezpośrednio przekłada się na optymalną grubość warstwy targetu w transmisyjnych źródłach promieniowania rentgenowskiego.

Podczas penetracji materiału elektrony oddziałują przede wszystkim z elektronami powłok atomowych oraz z jądrami atomów, co prowadzi do rozpraszania oraz emisji promieniowania hamowania. Energia kinetyczna elektronów spada w sposób ciągły, a widmo generowanego promieniowania rentgenowskiego zmienia się w zależności od głębokości wnikania [101].

Istotnym zjawiskiem, które należy uwzględnić przy projektowaniu źródła, jest **efekt samoabsorpcji**. Promieniowanie rentgenowskie powstałe w głębokich warstwach targetu może zostać częściowo pochłonięte zanim wydostanie się z materiału. Zjawisko to powoduje osłabienie intensywności rejestrowanego promieniowania oraz selektywne tłumienie poszczególnych długości fal, zwłaszcza w zakresie niższych energii [100], [102].

W praktyce oznacza to, że istnieje optymalna grubość targetu, dla której uzyskuje się maksymalną intensywność promieniowania wyjściowego. Zbyt cienki target nie zapewni wystarczającej efektywności konwersji energii elektronów w promieniowanie X, natomiast zbyt gruby target będzie powodował nadmierną samoabsorpcję generowanego promieniowania.

Optymalna grubość targetu zależy od:

- energii elektronów (napięcia przyspieszającego),
- materiału targetu (liczby atomowej, gęstości, współczynnika absorpcji masowej),
- zamierzonej charakterystyki widma (czy chcemy otrzymać promieniowanie szerokopasmowe, czy selektywne, charakterystyczne).

Przy opracowywaniu miniaturowych źródeł promieniowania rentgenowskiego parametry omówione w niniejszym podrozdziale bezpośrednio determinują warunki pracy źródła oraz charakter generowanego promieniowania. Ograniczone napięcia przyspieszające, typowe dla tego typu struktur, definiują maksymalną energię emitowanych fotonów oraz zakres dostępnych linii charakterystycznych, a jednocześnie prowadzą do istotnego zmniejszenia zasięgu elektronów w materiale anody. W konsekwencji konieczne jest stosowanie cienkich targetów transmisyjnych,

których grubość — kontrolowana z precyzją nanometrową — ma kluczowe znaczenie dla sprawności konwersji energii elektronów na promieniowanie X, poziomu samoabsorpcji oraz kształtu widma emisyjnego. Intensywność generowanego promieniowania jest z kolei związana z prądem emisji elektronów oraz efektywnością oddziaływania z materiałem anody, natomiast dobór materiału anody umożliwia kształtowanie widma pod kątem konkretnego zastosowania. Dodatkowo, ograniczenia mocy i warunki odprowadzania ciepła charakterystyczne dla struktur MEMS narzucają kompromis pomiędzy intensywnością emisji a stabilnością pracy źródła. Odpowiednie modelowanie oddziaływania elektronów z materiałem targetu oraz procesów generacji promieniowania pozwala na całościową optymalizację parametrów pracy miniaturowych źródeł MEMS pod kątem efektywności, jakości uzyskiwanego sygnału oraz niezawodności działania [103].

Rozdział 4. Stan badań nad miniaturyzacją źródeł rentgenowskich

Tradycyjne źródła rentgenowskie, pomimo wysokiej mocy i stabilności, charakteryzują się dużymi gabarytami, wymagają zaawansowanej infrastruktury oraz odpowiednich systemów osłon i chłodzenia [104], [105], [106], [107]. W rezultacie ogranicza to możliwość wykorzystania technik rentgenowskich w warunkach mobilnych lub w ramach zintegrowanych, kompaktowych platform pomiarowych.

Ograniczenia związane z rozmiarem źródeł stanowią istotną barierę dla wielu potencjalnych zastosowań promieniowania rentgenowskiego. Wśród obszarów, które szczególnie mogłyby skorzystać z miniaturyzacji, wymienić można m.in.:

- diagnostyka medyczna [108],
- inspekcję nieniszczącą komponentów i materiałów w warunkach terenowych [107],
- spektroskopię fluorescencyjną do analizy składu chemicznego próbek o niewielkiej objętości [109], [110],
- tomografię wysokiej rozdzielczości w badaniach materiałowych [109], [110],
- monitoring i badania konserwatorskie dziedzictwa kulturowego [109], [110],
- zastosowania w systemach bezpieczeństwa i mobilnych platformach inspekcyjnych [109].

Prace nad miniaturyzacją źródeł promieniowania rentgenowskiego prowadzone są od kilkudziesięciu lat. Dotychczas opracowane miniaturowe źródła rentgenowskie stanowią obiecujące rozwiązanie w kontekście częściowego zaspokojenia opisanych potrzeb aplikacyjnych. Jednak obecnie systemy te pozostają niewystarczające w kontekście bardziej zaawansowanych zastosowań wymagających wysokiej rozdzielczości, precyzyjnej kontroli dawki, stabilności energetycznej oraz możliwości integracji z miniaturowymi i przenośnymi systemami analitycznymi. Ograniczenia te obejmują także problemy z odprowadzaniem ciepła w małych konstrukcjach, ograniczenia związane z rozmiarem ogniska (focal spot) oraz trudności w zapewnieniu stabilności spektralnej.

Technologia MEMS stwarza perspektywę pokonania wielu z wymienionych barier. Dzięki potencjałowi precyzyjnej, seryjnej produkcji mikrostruktur, możliwości integracji z innymi mikrosystemami, technika ta daje perspektywę do tworzenia kompaktowych źródeł rentgenowskich o lepszej niż w dotychczasowych rozwiązaniach wydajności, stabilności i precyzji. Technologia ta potencjalnie pozwala na rozwój urządzeń zdolnych do realizacji zaawansowanych zastosowań, w tym integracji z systemami *lab-on-chip*, mobilnymi platformami pomiarowymi czy systemami przenośnymi, które obecne miniaturowe źródła jeszcze nie obsługują.

Celem niniejszego rozdziału jest przedstawienie aktualnego stanu miniaturowych źródeł promieniowania rentgenowskiego oraz krytyczna analiza ich możliwości i ograniczeń w kontekście potencjalnych zastosowań. W rozdziale omówiono istniejące koncepcje i rozwiązania technologiczne, ich zasady działania oraz charakterystyczne parametry operacyjne.

4.1. Miniaturowe źródła rentgenowskie – generacja wiązki elektronów

Klasyfikując miniaturowe źródła promieniowania X, można wyróżnić kilka grup w zależności od sposobu generowania i formowania wiązki elektronów. Do podstawowych mechanizmów emisji elektronów, które są lub mogą być wykorzystane w miniaturowych źródłach promieniowania rentgenowskiego należą emisja termoelektronowa, emisja polowa, emisja fotoelektronowa oraz emisja piroelektryczna. W literaturze spotyka się również rozwiązania wykorzystujące przyspieszanie elektronów w polach o częstotliwości radiowej (RF).

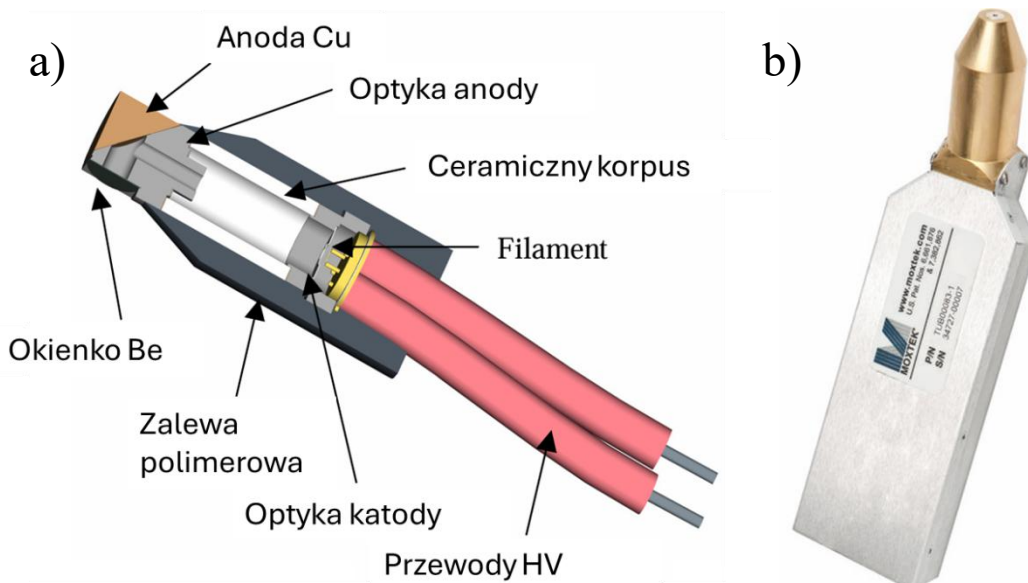
Źródła z termoemisją elektronów

Najbardziej klasyczne miniaturowe lampy wykorzystują termoemisję, podobnie jak lampy makroskalowe, ale w zmniejszonej skali. Emiterem jest mikro- lub nanożarnik, najczęściej wolframowy, wolframowo-renowy lub LaB₆, które łączą wysoką temperaturę topnienia z dużą stabilnością emisyjną. W źródłach termoemisyjnych katoda (np. wolframowa) jest podgrzewana, co prowadzi do emisji elektronów. Wyemitowane elektrony przyspieszane są w polu elektrycznym do anody, gdzie podczas gwałtownego hamowania powstaje promieniowanie X [111], [112], [113]. W miniaturowych lampach termoemisji stosuje się bardzo małe żarniki i układy magnetyczne do skupiania wiązki na niewielkiej plamce. Wymagana jest wysoka próżnia, aby zredukować rozpraszanie elektronów i uniknąć wyładowań jonowych ograniczających żywotność żarnika. Obecnie źródła z termoemisją pozostają konkurencyjne kosztowo i technologicznie tam, gdzie liczy się trwałość i niezawodność, a niska moc i czas nagrzewania nie są ograniczeniem krytycznym.

- Przykłady: W 1991 r. w biurze konstrukcyjnym Svetlana (Rosja) zaprezentowano miniaturową lampę RTG pracującą przy 45 kV i 200 μ A (9 W) [114] [Rys. 4.1]. Innym przykładem jest opracowana w 2012 r. miniaturowa lampa firmy Moxtek o wymiarach 42×15 mm², z wolframowym żarnikiem (17,5 kV, 95 μ A, moc ok. 4,4 W), zaprojektowana do zasilania bateryjnego [115] [Rys.4.2].



Rysunek 4.1. Źródło BS-1 [114].



Rysunek 4.2. Miniaturowa lampa rentgenowska firmy Moxtek: a) schemat, b) rzeczywiste urządzenie [115].

- Zalety: Sprawdzone rozwiązanie technologiczne, generowanie ciągłego strumienia elektronów o znanej charakterystyce. Możliwość uzyskania relatywnie wysokich prądów emisyjnych i pełnego spektrum rentgenowskiego [112].

- Ograniczenia: Wysoki pobór mocy na rozgrzanie katody, długi czas rozruchu, ograniczona trwałość żarnika ze względu na zużycie termiczne oraz potrzebna wysoka próżnia. Emisja powoduje ciągłe rozgrzewanie anody, co wymaga odprowadzania ciepła [112].
- Zastosowania: Przenośne spektrometry XRF, analiza fluorescencyjna i dyfraktometryczna małych próbek, mobilne urządzenia diagnostyczne (np. przenośna radiografia szczękowa). Miniaturowe lampy termoemisyjne trafiają również do instrumentów badawczych wymagających ciągłej emisji [112].
- Wyzwania technologiczne: Utrzymanie wysokiej próżni (aby minimalizować rozpraszanie elektronów i erozję katody), trwałość i stabilność żarnika przy intensywnej emisji, efektywne chłodzenie anody nawet przy małej mocy oraz bezpieczne zasilanie wysokim napięciem w bardzo małej obudowie [112].

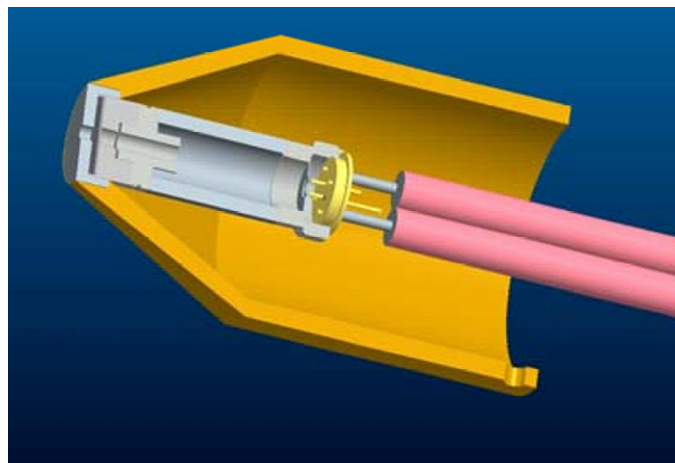
Źródła z emisją polową

Coraz większe znaczenie zdobywają miniaturowe źródła rentgenowskie z emisją polową (field emission), w których elektrony generowane są dzięki zjawisku tunelowej emisji z powierzchni bardzo ostrych emiterów, takich jak nanorurki węglowe, ostrza krzemowe czy inne struktury o wysokim współczynniku wzmocnienia pola. W takich źródłach elektrony są przyspieszane w polu elektrycznym i kierowane na anodę, gdzie ich hamowanie prowadzi do emisji promieniowania rentgenowskiego. Praca w niskich temperaturach pozwala ograniczyć pobór energii oraz zmniejszyć wymagania dotyczące odprowadzania ciepła w porównaniu z klasycznymi źródłami termoemisyjnymi. Charakterystyczną cechą tego rozwiązania jest bardzo małe ognisko emisji (nawet poniżej 10 μm) oraz możliwość natychmiastowego wytwarzania promieniowania po włączeniu. Dzięki tym właściwościom źródła rentgenowskie z emiterami polowymi znajdują zastosowanie m.in. w mikrotomografii przemysłowej, tomografii stomatologicznej czy mobilnej mammografii. Ich eksploatacja wymaga jednak utrzymania stabilnych warunków próżniowych oraz pokonania wyzwań technologicznych związanych z trwałością i jednorodnością emiterów [12], [116], [117].

- Przykłady: W 2002 r. zbudowano lampę z katodą z jednościennej nanorurki węglowej (SWCNT – ang. *Single-Walled Carbon Nanotube*) w komorze o próżni 10^{-7} Torr. Po podaniu impulsów 1 kHz uzyskano widmo rentgenowskie z charakterystycznymi liniami $\text{Cu K}\alpha$ i $\text{K}\beta$ oraz wyraźne obrazy [118] [Rys. 4.3]. W 2011 r. opisano kolejną odbiciową lampę rentgenowską z emiterem z CNT (ang. *Carbon Nanotubes*), dającą plamkę elektronów $\sim 0,3$ mm przy 10 mm od katody [119]. Komercyjnie pojawiają się prototypowe tuby rentgenowskie z katodami CNT firmy Moxtek [120] [Rys. 4.4].



Rysunek 4.3. Konstrukcja miniaturowej lampy rentgenowskiej z emiterem elektronów CNT [119].



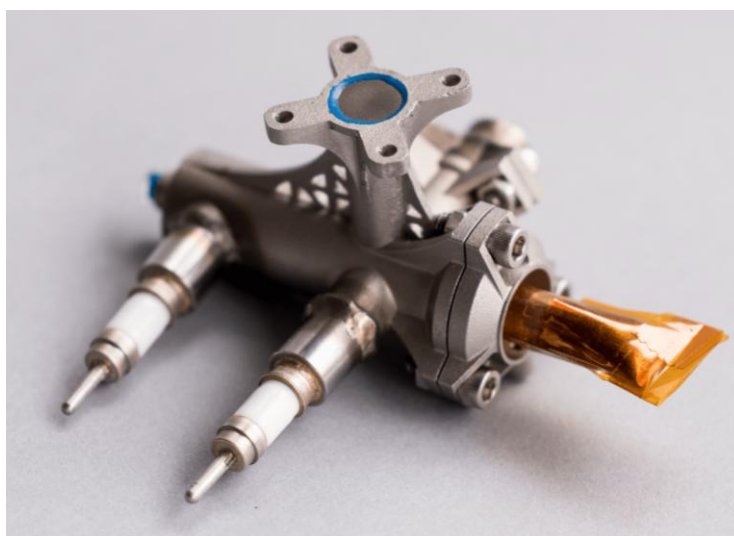
Rysunek 4.4. Przekrój poprzeczny lampy rentgenowskiej z tarczą transmisyjną firmy Moxtek.

- **Zalety:** Brak potrzeby rozgrzewania katody – bardzo niski pobór mocy spoczynkowej i możliwość natychmiastowego załączania (impulsowania) promieniowania. Bardzo mała plamka emisji, szybkie przełączanie impulsowe i teoretycznie długa żywotność zimnej katody. Pracę w temperaturze pokojowej oraz potencjał do integracji z elementami krzemowymi. Umożliwia miniaturyzację źródła i precyzyjną kontrolę prądu poprzez zmienne pole elektryczne [117].
- **Ograniczenia:** Wymagana wysoka próżnia (typowo $<10^{-5}$ Torr) oraz skomplikowana konstrukcja komory. Prądy emisyjne niższe niż w katodach termicznych, trudności w uzyskaniu jednorodnej emisji na dużych powierzchniach. Stabilność emisji zależy od stabilności materiału i mogą występować degradacje [116].
- **Zastosowania:** Zaawansowane techniki obrazowania (mikro-CT), mobilne spektrometry rentgenowskie o dużej rozdzielczości przestrzennej, przenośne urządzenia badawcze wymagające szybkiej modulacji wiązki [121].
- **Wyzwania technologiczne:** Utrzymanie wysokiej próżni (konieczność kompaktowych pomp próżniowych), trwałość katody (np. stabilne wiązanie nanorurek do podłoża), chłodzenie anody (mimo niskiej mocy, gęstość energii w małej plamce jest wysoka) oraz ochrona przed nadmierną emisją jonów i łukiem elektrycznym [116].

Źródła z emisją fotoelektronową

W lampach fotoelektronowych elektrony są uwalniane z fotokatody pod wpływem padającego promieniowania (zazwyczaj UV (ang. *Ultraviolet*) lub światła). Przykładem jest koncepcja NASA: fotokatodowa lampa rentgenowska MXS (Modulated X-ray Source) [122]. W MXS użyto metalowych fotokatod (Al, Mg) naświetlanych diodami LED UV (255–350 nm), co powoduje emisję prądu fotoelektronowego. Promieniowanie X emituje się w momencie, gdy fotoelektrony zostaną przyspieszone do anody. Kluczową zaletą jest możliwość bardzo szybkiego modulowania natężenia promieniowania (wystarczy sterować oświetleniem katody). Dodatkową zaletą źródła MXS jest jego wysoka odporność eksploatacyjna – fotokatoda umieszczona wewnątrz powielacza elektronów pozwala pracować nawet przez wiele tygodni bez degradacji.

- Przykłady: Demonstracyjnym źródłem tego typu jest NASA MXS – lampa o regulowanym natężeniu, w której fotokatoda z Al/Mg wytwarza prąd fotoelektronowy sterowany diodami UV. W prototypie MXS efektywność konwersji UV–prąd wynosiła $\sim 10^{-4}$, ale całość została tak zaprojektowana, aby była niewielka i tania [Rys.4.5].



Rysunek 4.5. Zminiaturyzowane, modulowane źródło promieniowania rentgenowskiego MXS [123].

- Zalety: Brak podgrzewania katody – zerowy czas rozruchu i niemal brak mocy biernej. Bardzo szybka modulacja wiązki (zmiana charakterystyki następuje w nanosekundach) oraz długa żywotność źródła dzięki zastosowaniu trwałych materiałów. Konstrukcja może być odporna na obecność powietrza (fotokatoda w powielaczu jest bardzo odporna) [122].
- Ograniczenia: Bardzo niska sprawność (tylko ułamek fotonów UV powoduje emisję elektronów, efektywność $\sim 10^{-4}$) i stosunkowo mały uzyskiwany prąd. Wymagane źródło promieniowania (np. UV LED) o odpowiedniej mocy, co zwiększa złożoność układu. Ponadto, mimo odporności, źródło wciąż wymaga zachowania warunków próżni lub gazu obojętnego dla swobodnego ruchu elektronów [122].
- Zastosowania: Szybko modulowane źródła rentgenowskie – np. eksperymenty z transmisją danych poprzez promieniowanie X, badania dynamiczne z wysoką rozdzielczością czasową oraz precyzyjna kontrola dawki w medycynie. Dzięki łatwej kontroli można ich używać w urządzeniach, gdzie włącza się i wyłącza wiązkę X w bardzo krótkich odstępach czasu [124].
- Wyzwania technologiczne: Opracowanie wydajnych i trwałych fotokatod (materiały odporne na zanieczyszczenia i tlen), uzyskanie silnych źródeł UV w kompaktowej formie oraz

integracja elektryczno-optyczna tak, aby system zachował szczelność próżniową. Ponadto konieczne jest chłodzenie anody przy krótkotrwałej, ale intensywnej emisji [122].

Źródła mikrofalowe i RF

Ciekawą niszą są miniaturowe generatory rentgenowskie oparte na wzbudzaniu elektronów polem mikrofalowym. Źródła te wykorzystują fale mikrofalowe (RF) do generowania plazmy i przyspieszania elektronów. Przykładem jest źródło ECR (ang. *Electron Cyclotron Resonance*): zastosowano tam komorę rezonansową TE₁₁₁ z zasilaniem mikrofalowym (magnetron 2,45 GHz, 2 kW) oraz pole magnetyczne zapewniające warunki rezonansu cyklotronowego, w których elektrony w plazmie efektywnie absorbują energię z pola mikrofalowego i uzyskują wysokie energie kinetyczne [125], [126]. W przeciwieństwie do klasycznych lamp, w źródle ECR nie wymaga się wysokiego napięcia DC na anodzie – elektronami steruje się polem mikrofalowym i magnetycznym. Lampy mikrofalowe są potencjalnie przenośne, ale same generatory mikrofal i magnesy czynią je bardziej złożonymi [127], [128].

- Przykłady: Źródło ECR opracowane w Radiałosyftyce IGG (Indie) – z magnetronem 2,45 GHz/2 kW oraz układem magnesów, pracujące przy około 40 keV. Uzyskuje regulowaną energię promieniowania przez zmianę parametrów plazmy [129].
- Zalety: Brak konieczności użycia wysokiego napięcia DC (niższe ryzyko przebicia), możliwość zmiany energii promieniowania przez sterowanie falami mikrofalowymi. System może być tańszą alternatywą dla źródeł radioizotopowych (np. Am-241) ze względu na regulowaną energię i wymiennosc anod.
- Ograniczenia: Bardzo skomplikowana i ciężka konstrukcja – potrzebny jest magnetron wysokiej mocy, system falowodów, magnesy stałe oraz próżniowa komora. Wydajność promieniowania jest umiarkowana (np. kilka mGy/h przy kilkudziesięciu keV) i zazwyczaj niższa niż w lampach elektronowych. Całość bywa bardziej masywna niż miniaturowe lampy konwencjonalne.
- Zastosowania: Źródło o zmiennej energii do kalibracji dozymetrii (badania z użyciem termoluminescencyjnych detektorów – TLD), gdzie przydaje się regulowany zakres od kilku do kilkudziesięciu keV. Może być stosowane w przenośnych systemach NDT, zwłaszcza tam, gdzie nie chcemy używać źródeł promieniotwórczych, oraz w badaniach nad obrazowaniem medycznym.
- Wyzwania technologiczne: Zarządzanie wysoką mocą mikrofal (stabilne sterowanie magnetronem), utrzymanie plazmy i pola magnetycznego, efektywne chłodzenie magnesów i magnetronu. Ponadto źródło wymaga szczelnej, skomplikowanej obudowy (fala magnetronowa, magnesy, próżnia), co ogranicza rzeczywistą miniaturyzację tego rozwiązania.

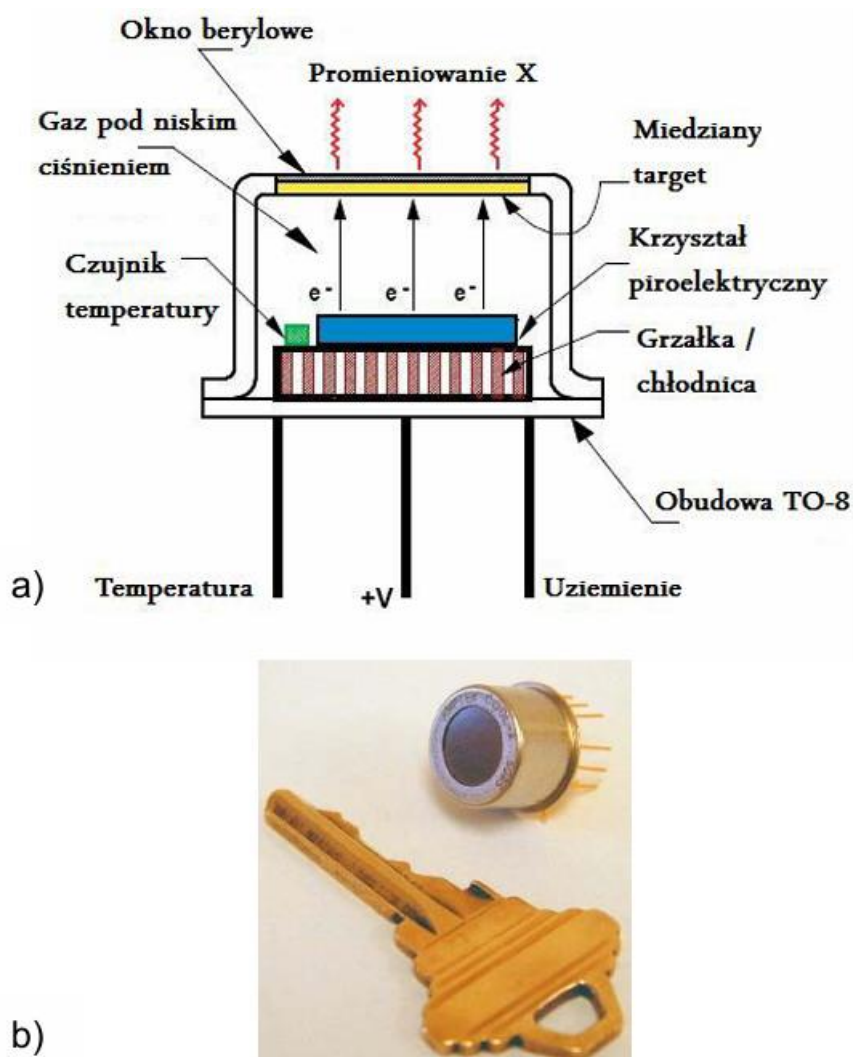
Źródła piroelektryczne

Osobną, także niszową kategorię miniaturowych generatorów promieniowania rentgenowskiego stanowią źródła piroelektryczne, w których wiązka elektronów powstaje w wyniku zjawiska piroelektrycznego zachodzącego w kryształach (np. LiTaO₃) [130]. Zmiana temperatury kryształu powoduje silne pole elektryczne, które przy odpowiednich warunkach próżniowych (10^{-3} – 10^{-5} hPa) prowadzi do emisji elektronów z powierzchni kryształu lub innego materiału piroelektrycznego. Elektrony te uzyskują wysokie energie kinetyczne w wyniku przyspieszania w polu elektrycznym indukowanym zmianą temperatury kryształu, bez konieczności stosowania klasycznego zasilania wysokim napięciem. Promieniowanie rentgenowskie generowane jest przez uderzenie tych elektronów w target [131], [132].

Zaletą źródeł piroelektrycznych jest ekstremalnie prosta konstrukcja: nie wymagają żarnika ani dodatkowej elektroniki HV, co pozwala miniaturyzować je do formatu wielkości kilku centymetrów. Wadą jest jednak bardzo mały prąd elektronowy (rzędu nA) i ograniczona moc promieniowania, dlatego stosuje się je głównie do kalibracji detektorów, eksperymentów dydaktycznych lub przenośnych analiz XRF do próbek o niskim Z [133]. Przykładowe zastosowania obejmują mobilne laboratoria geologiczne i badania laboratoryjne nad źródłami niskomocowymi.

Obecnie źródła piroelektryczne pozostają głównie w fazie eksperymentalnej, choć trwają prace nad ich integracją z systemami detekcji XRF i miniaturowymi spektrometrami.

- Przykłady: Pierwszą demonstrację zastosowania piroelektryka do generacji rentgena przeprowadził Brownridge w 1992 r [130]. Obecnie na rynku znajduje się urządzenie Amptek Cool-X – miniaturowa lampa (15×10 mm²) z kryształem LiTaO₃, zasilana baterią 9 V [134] [Rys. 4.6]. Maksymalne napięcie przyśpieszania to 35 kV (do anodowego targetu z Cu), ale strumień promieniowania jest bardzo mały i ograniczony impulsami wraz z cyklem termicznym.



Rysunek 4.6. Piroelektryczne źródło COOL-X firmy Amptek: a) schemat b) rzeczywista struktura [134], [135].

- Zalety: Bardzo prosty układ – brak katody żarzonej i towarzyszących jej napięć sterujących, niskie napięcie zasilania (np. jedna bateria 9 V) oraz minimalne wymiary źródła.
- Ograniczenia: Bardzo niska moc promieniowania – generowane są jedynie krótkie impulsy (rzędu pojedynczych mikrokulombów) o niskiej intensywności. Emisja jest pulsacyjna

i nieregularna (zależna od szybkości cykli temperaturowych). Ograniczenie napięciowe (kilkadziesiąt keV) powoduje, że źródło nie nadaje się do zastosowań wymagających dużej energii X.

- Zastosowania: Eksperymenty naukowe i edukacyjne, przenośne spektroskopy rzadko wymagające dużego natężenia promieniowania. W praktyce wykorzystuje się je w prostych miniaturowych spektrometrach XRF niskiej mocy.
- Wyzwania technologiczne: Zapewnienie efektywnego i szybkiego zmieniania temperatury kryształu (zwykle stosuje się moduły Peltiera), kontrola zużycia materiału piezoelektrycznego przy cyklach termicznych, oraz utrzymanie szczelności (umiarkowana próżnia) potrzebnej do utrzymania pola elektrycznego bez szybkiego neutralizowania ładunków. Dodatkowo trzeba efektywnie odprowadzać ciepło z elementów grzejno-chłodzących, aby szybkimi cyklami nie uszkodzić układu.

Podsumowując, teoretycznie wszystkie przedstawione mechanizmy emisji elektronów mogą stanowić podstawę konstrukcji miniaturowych źródeł promieniowania rentgenowskiego, jednak o różnym zakresie parametrów pracy i dla różnych zastosowań. Poszczególne mechanizmy różnią się jednak wymaganiami dotyczącymi warunków pracy, zapotrzebowaniem na energię oraz możliwościami miniaturyzacji układów emisyjnych. Zestawienie najważniejszych cech omawianych metod przedstawiono w tabeli 4.1. Analiza tych właściwości wskazuje, że w kontekście projektowania kompaktowych i mobilnych źródeł promieniowania rentgenowskiego szczególnie korzystne są rozwiązania wykorzystujące emisję polową. Umożliwiają one pracę w temperaturach zbliżonych do pokojowej, szybkie sterowanie emisją elektronów oraz uzyskanie bardzo małych rozmiarów ogniska emisji, co sprzyja miniaturyzacji źródeł oraz ich integracji z nowoczesnymi systemami pomiarowymi. Z tego względu w części eksperymentalnej pracy zdecydowano się na wykorzystywanie emiterów polowych.

Tabela 4.1. podsumowuje główne cechy (zalety/wady) opisanych typów źródeł.

Typ źródła	Zalety	Wady
Termoemisja	sprawdzona, ciągła emisja, pełne spektrum rentgenowskie	wysoka moc grzania katody, długi rozruch, krótka żywotność żarnika
Emisja polowa	brak żarnika, szybka modulacja, mała plamka, możliwość wydajnego sterowania parametrami emisji	wymagana ultrawysoka próżnia, ograniczony prąd, degradacja katody
Piroelektryczne	bardzo kompaktowe, zasilanie bateryjne, prosta budowa	bardzo niska intensywność, promieniowanie pulsacyjne, ograniczona energia
Fotoelektronowe	brak katody żarzonej, natychmiastowa modulacja, trwałość	niska efektywność konwersji, wymaga silnego źródła UV
Mikrofalowe / RF	brak wysokiego napięcia DC, regulowana energia	skomplikowana budowa (magnesy, magnetron), duże wymiary, umiarkowana moc

4.2. Miniaturowe źródła rentgenowskie – technologia

Miniaturowe źródła możemy podzielić nie tylko ze względu na mechanizm emisji, ale także ze względu na materiały i metody ich wytwarzania. Większość z nich jest konstruowana analogicznie

do klasycznych lamp rentgenowskich i przy wykorzystaniu tych samych procesów technologicznych, jedynie ich wymiary są mniejsze. Do głównych podejść należą: technologie szklane oraz metalowo-ceramiczne. Natomiast w literaturze pojawiają się z wolna doniesienia o wykorzystaniu bardziej nowatorskich technik, jak technologii MEMS, technik addytywnych czy hybrydowych. Poniżej omówiono każdą z tych technologii pod kątem zasady działania, procesów wytwarzania, parametrów, zalet i ograniczeń.

Technologie szklane

Cześć z miniaturowych źródeł rentgenowskich wykonywana jest bardzo podobnie do dawnych lamp próżniowych. Struktura wykonana jest w postaci próżniowej bańki szklanej z metalowymi wtapianymi przepustami. W bańce szklanej zintegrowane są wszystkie elementy konstrukcyjne: katoda termiczna lub polowa, układ kształtowanie wiązki oraz anoda z metalowym targetem [136]. Strumień emitowanych elektronów skupiany jest np. przez elektrodę Wehnelta i przyspieszany do napięć od kilkudziesięciu do kilkuset kV [137].

- Procesy i materiały: katoda (np. wolfram, CNT), anoda metaliczna (W, Cu, Mo) z oknem berylowym do emisji promieniowania, próżnioszczelna obudowa szklana [136].
- Miniaturyzacja i integracja: możliwe do wykonania w rozmiarach rzędu kilu cm [136].
- Zalety: sprawdzona, stabilna technologia, możliwość generacji wysokoenergetycznych fotonów rentgenowskich, możliwość pracy ciągłej przy umiarkowanych prądach.
- Ograniczenia: relatywnie duża masa i objętość (przy utrzymaniu wysokiego napięcia), ograniczona możliwość szybkiego modulowania strumienia elektronów. Konstrukcja oparta na elementach szklanych i montażu mechanicznym nie jest kompatybilna z technologiami mikroinżynierijnymi.

Technologie ceramiczne i metalowo-ceramiczne

Metalowo-ceramiczne źródła rentgenowskie to odmiana lamp próżniowych, w których elementy metalowe są trwale połączone z materiałami ceramicznymi (najczęściej Al_2O_3) w celu uzyskania hermetycznych, wysokopróżniowych struktur. Ceramika aluminiowa zapewnia doskonałą izolację dielektryczną i szczelność połączenia, natomiast metale (np. Kovar, stal nierdzewna) zapewniają mechaniczną wytrzymałość i dopasowany współczynnik rozszerzalności. Nowoczesne metody lutowania próżniowego pozwalają na połączenie cech metali i ceramiki w jednym module. Typowa lampa tego typu składa się z żarnika (np. wolframowego) oraz hermetycznej obudowy metalowo-ceramicznej o konstrukcji monolitycznej z bocznym okienkiem (np. Be) dla promieniowania. Przykładem jest komercyjna lampa NSI M502 (Rigaku), zawierająca ceramiczną konstrukcję z wolframowym żarnikiem. Wytwarzana jest z użyciem technik elektroniki próżniowej – formowanie elementów z molibdenu/wolframu, zastosowanie metod lokalnego nagrzewania (np. wiązką elektronową) w procesach technologicznych, a następnie lutowanie miękkie lub brazowanie ceramicznych podstawek (np. Al_2O_3 , BeO) z metalowymi kształtkami [105], [138].

Zaletą metalowo-ceramicznej konstrukcji jest zapewnienie wysokiej szczelności gazowej i wytrzymałości mechanicznej. W konstrukcji stosuje się ceramiczne izolatory (najczęściej Al_2O_3) z przylutowanymi metalowymi końcówkami (np. z molibdenu lub wolframu) [139]. Proces wytwarzania obejmuje naparowanie lub laminowanie cienkowarstwowe elektrod na ceramikę oraz spawanie spoiwem (brazem) typu Ag/Cu [140]. Przykładowo, w lampie NSI M502 zastosowano wkładkę Be jako okno emisji i stop Au, Ag, Rh lub W na anodzie [105]. Technologie ceramiczne umożliwiają też tworzenie zintegrowanych obudów i kanałów chłodzących, jednak wymagają precyzyjnej kontroli procesów brazowania (niejednorodności cieplne, różnice rozszerzalności).

- Procesy i materiały: korpus lampy wykonuje się z metalu o dopasowanym współczynniku rozszerzalności (np. stop Kovar) oraz ceramiki (wysokotemperaturowo prasowana Al_2O_3). Połączenia realizowane są przez lutowanie próżniowe. Wysoką szczelność zapewnia lutowanie wielostopniowe, odporne na napięcia termiczne [141]. Anody i katody montuje się wewnątrz ceramicznej tuby izolacyjnej.
- Miniaturyzacja i integracja: technologie te pozwalają na względnie kompaktowe rozwiązania (kilkadziesiąt mm), wykorzystywane zwłaszcza w lampach mikroogniskowych do analiz XRF i mikroskopii rentgenowskiej. Przykładem jest lampa Rigaku NSI M502 (50 kV, 5 W) zawierająca metalowo-ceramiczny moduł z katodą wolframową i oknem Be. Dzięki wysokiemu stopniowi integracji obudowa zawiera lampę, zasilacz HV i elektronikę sterującą w jednym module. Zaletą tego podejścia jest duża niezawodność – hermetyczność ceramiczna redukuje ryzyko nieszczelności i umożliwia większe napięcia robocze [141].
- Zalety: bardzo trwałe, stabilne lampy o wysokiej izolacji i odporności na obciążenia termiczne (ceramika zapewnia odporność na szok termiczny). Możliwość pracy przy wysokiej mocy (waty).
- Ograniczenia: ograniczona skalowalność rozmiarów (poniżej kilku cm). Złożoność wykonania (wieloletowe lutowania, wypalanie odtleniaczy) zwiększa koszty. Wymagane jest chłodzenie.

Technologie addytywne 3D

Drukowanie 3D metali i ceramiki pozwala na wykonanie niestandardowych elementów lamp rentgenowskich. Przykładowo, Philips/Dunlee (USA) zademonstrował drukowane części wolframowe przeznaczone do tub rentgenowskich. Dzięki DMLS można wytwarzać zintegrowane elementy chłodzące lub tarcze osłonowe o złożonych kształtach, wcześniej nieosiągalnych tradycyjnymi metodami. Udowodniono, że odpowiednio oczyszczone drukowane części wolframowe zachowują czystość próżniową i wytrzymują wysokie napięcia (testy masowej spektrometrii gazów resztkowych oraz testy w warunkach pracy lampy rentgenowskiej) [142]. Dzięki temu druk 3D umożliwia redukcję kosztów i ograniczenie masy. W obszarze ceramiki, techniki druku SLA i LOM pozwalają na wykonanie precyzyjnych elementów. Druk 3D aktualnie może być wykorzystywany jako technologia wspomagająca. Aktualnie nie zaprezentowano źródeł rentgenowskich wytwarzanych w całości w technologii druku 3D.

Technologia MEMS

Technologie MEMS otwierają perspektywę wysokiego stopnia integracji elementów lampy rentgenowskiej w zwartej strukturze krzemowo-szklanej. Zastosowanie charakterystycznych dla technologii MEMS procesów, takich jak litografia, trawienie krzemu oraz anodowe wiązanie warstw krzemowo-szklanych, stwarza możliwość wytwarzania zminiaturyzowanych elektrod oraz hermetycznych mikrokomór próżniowych [143].

- Dotychczasowe osiągnięcia: Publikacje naukowe prezentowały realizacje poszczególnych modułów źródła rentgenowskiego w technologii MEMS. Jednak do niedawna nie udało się skonstruować kompletnego, samodzielnie działającego źródła RTG wyłącznie w technologii MEMS. Zazwyczaj elementy takie jak komora źródła były wykonywane w klasycznych metodach próżniowych znanych od wielu lat lub elementy źródła testowano w dużych laboratoryjnych komorach próżniowych. Jednym z największych problemów było zapewnienie wysokiej próżni wewnątrz urządzenia.

- Przykład pełnego urządzenia: W momencie rozpoczynania niniejszej pracy nie istniały doniesienia o w pełni zintegrowanych, mobilnych źródłach promieniowania rentgenowskiego wykonanych w pełni w technologii MEMS.
- Zalety: potencjalnie pełna integracja z mikroelektroniką, możliwość uzyskania bardzo małych rozmiarów (pojedyncze milimetry) oraz niski pobór mocy. Pełna kompatybilność z układami scalonymi umożliwiłaby np. wbudowanie lampy X w przenośne lub jednorazowe sensory medyczne czy mikroskopijne systemy diagnostyczne.
- Ograniczenia: skomplikowane wytwarzanie (zaawansowane wiązania warstwowe), ograniczona energia promieniowania (kilkanaście–kilkadziesiąt keV).

Przedstawione technologie wytwarzania miniaturowych źródeł rentgenowskich różnią się istotnie pod względem skalowalności oraz integracji [Tab.4.2]. Klasyczne i metalowo-ceramiczne lampy próżniowe umożliwiają uzyskanie wysokich mocy promieniowania, jednak ich rozmiary, znaczna generacja ciepła oraz konieczność stosowania rozbudowanej izolacji wysokiego napięcia ograniczają możliwość dalszej miniaturyzacji. Technologie addytywne pozostają obecnie rozwiązaniem wspomagającym i nie stanowią samodzielnej platformy do realizacji kompletnego źródła RTG. Na tym tle technologie MEMS oferują unikalny potencjał w zakresie precyzyjnego kształtowania mikrostruktur, hermetycznego zamykania mikrokomór próżniowych oraz integracji wielu funkcji w zwartej strukturze krzemowo-szklanej. W połączeniu z emisją polową, umożliwiającą generację wiązki elektronów bez konieczności nagrzewania katody, podejście to pozwala znacząco obniżyć pobór mocy, zwiększyć szybkość sterowania prądem elektronowym oraz osiągnąć stopień miniaturyzacji nieosiągalny dla rozwiązań konwencjonalnych, czyniąc je szczególnie perspektywnym kierunkiem rozwoju miniaturowych źródeł rentgenowskich. Takie źródła otwierają szerokie możliwości nowych zastosowań promieniowania rentgenowskiego, a także pozwalają rozwijać i usprawniać obecnie stosowane systemy diagnostyczne, inspekcyjne i analityczne. Z tego względu podejście oparte na technologii MEMS zostało przyjęte jako główny kierunek badań w niniejszej pracy, stanowiąc bezpośrednią motywację do sformułowania celów i tez przedstawionych w kolejnym rozdziale.

Tabela 4.2. Porównanie głównych cech wymienionych technologii produkcji miniaturowych źródeł rentgenowskich.

Technologia	Przykłady / organizacje	Konstrukcje	Typowe parametry	Cechy
Szklane z elementami metalowymi	Hamamatsu, Oxford, Rigaku-NSI (M502)	Bańki szklane z wtopionymi elektrodami	Napięcie do 50 kV, prąd do 100–500 μ A, ognisko ~ 0.1 –1 mm	Sprawdzona technologia, wysoki prąd i napięcie
Metalowo-ceramiczne struktury	Morgan Advanced Ceramics, Dow Corning	Lutowanie ceramicznych izolatorów z metalem, wypalanie	Zbliżone do powyższych	Wysoka szczelność próżni, dobry przewodnik cieplny
MEMS	—	Dotychczas—pojedyncze komponenty krzemowo-szklane	—	Bardzo małe wymiary

Druk 3D metali (np. wolframu)	Philips/Dunlee	Opracowywanie detali anody/tarcz metodami addytywnymi	Elementy dopasowane do tub konwencjonalnych	Elastyczne kształty, oszczędność materiału, kompatybilność próżniowa
----------------------------------	----------------	---	--	---

Rozdział 5. Cele i tezy pracy

W kontekście przedstawionej analizy stanu wiedzy oraz przeglądu istniejących rozwiązań sformułowano główny cel pracy. **Celem głównym pracy było opracowanie, wytworzenie oraz charakteryzacja miniaturowego źródła promieniowania rentgenowskiego typu MEMS.**

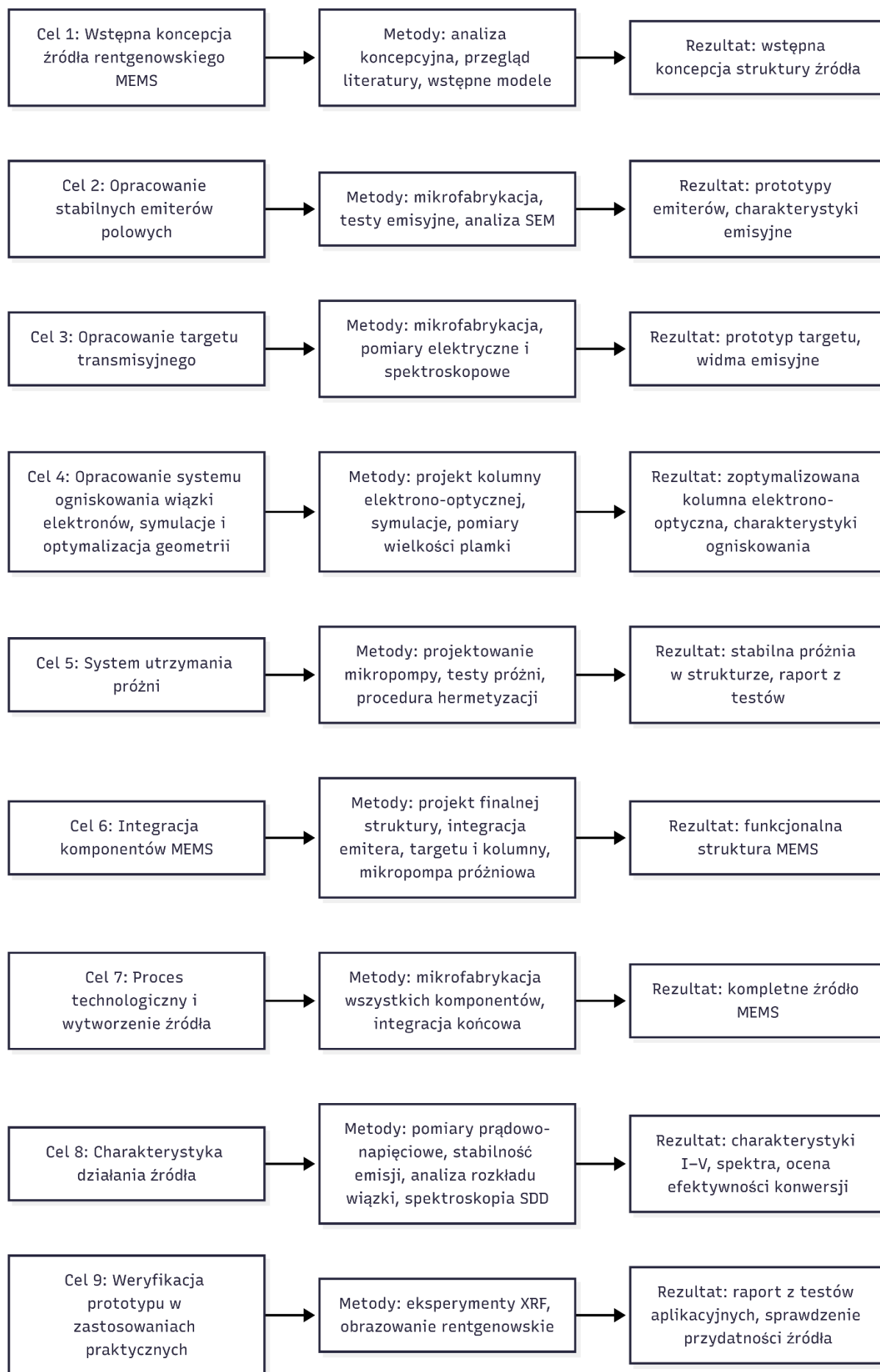
W pracy postawiono hipotezę badawczą, zgodnie z którą możliwe jest wytworzenie kompletnego miniaturowego źródła promieniowania rentgenowskiego w oparciu o technologię MEMS, które przy zachowaniu niewielkich rozmiarów i niskiego zapotrzebowania energetycznego będzie zdolne do stabilnej generacji promieniowania o parametrach użytecznych w zastosowaniach analitycznych i diagnostycznych.

5.1. Cele szczegółowe

Dla realizacji celu głównego wyznaczono następujące zadania badawcze, podzielone tematycznie:

- **Zaproponowanie wstępnej koncepcji źródła rentgenowskiego MEMS (1)**
- **Projektowanie i modelowanie poszczególnych komponentów źródła:**
 - (2) Opracowanie stabilnych emiterów polowych w technologii MEMS. Wykonanie testowych struktur emiterów, badanie ich charakterystyk emisyjnych.
 - (3) Opracowanie i wytworzenie targetu transmisyjnego o pożądanych właściwościach.
 - (4) Opracowanie i weryfikacja systemu ogniskowania wiązki elektronów, symulacje numeryczne oraz optymalizacja geometrii elementów kolumny elektrono-optycznej.
 - (5) Zaprojektowanie i wykonanie zintegrowanego systemu utrzymania wysokiej próżni wewnątrz struktury; opracowanie procedury hermetyzacji struktury i testowanie stabilności próżni
- **Integracja poszczególnych komponentów źródła:**
 - (6) Zaprojektowanie finalnej funkcjonalnej struktury MEMS integrującej emiter polowy, kolumnę elektrono-optyczną, target transmisyjny oraz układ systemu utrzymania próżni.
 - (7) Opracowanie procesu technologicznego i wytworzenie kompletnego źródła
- **Charakteryzacja i weryfikacja działania źródła:**
 - (8) Przeprowadzenie pełnej charakterystyki działania źródła: pomiary prądowo-napięciowe (charakterystyki emisyjne I–V), testy stabilności emisji w czasie, analiza przestrzennego rozkładu wiązki elektronów. Wykonanie pomiarów spektralnych generowanego promieniowania rentgenowskiego – przy użyciu detektora SDD – w celu określenia uzyskanych energii i efektywności konwersji.
 - (9) Weryfikacja działania całego prototypu w warunkach praktycznych: przeprowadzenie prób fluorescencji rentgenowskiej XRF lub obrazowania rentgenowskiego z użyciem stworzonego źródła, celem sprawdzenia przydatności do rzeczywistych zastosowań.

Realizacja powyższych celów szczegółowych umożliwiła kompleksową ocenę funkcjonalności, efektywności oraz potencjalnych ograniczeń miniaturowego źródła promieniowania rentgenowskiego MEMS, a także umożliwiła sformułowanie zaleceń do dalszego rozwoju tej technologii. Każdy z powyższych celów szczegółowych prowadzi krok po kroku do osiągnięcia głównego celu pracy [Rys.5.1].



Rysunek 5.1. Schemat realizacji celów pracy oraz powiązania etapów projektowania, wytwarzania i weryfikacji eksperymentalnej miniaturowego źródła promieniowania rentgenowskiego.

5.2. Oczekiwane rezultaty

W wyniku realizacji niniejszej pracy oczekiwano opracowania w pełni zintegrowanego miniaturowego źródła promieniowania rentgenowskiego wykonanego w technologii MEMS, zdolnego do autonomicznej pracy poza klasyczną aparaturą próżniową. Zakładano, że opracowany prototyp będzie charakteryzował się zestawem właściwości funkcjonalnych umożliwiających jego wykorzystanie w kompaktowych systemach analitycznych oraz zintegrowanych układach pomiarowych.

Opracowany prototyp źródła rentgenowskiego powinien charakteryzować się następującymi cechami:

- **Niewielkie wymiary fizyczne:** całkowita objętość źródła rzędu kilku cm^3 , co może umożliwić integrację z systemami przenośnymi i mikrosystemami.
- **Niskie zużycie energii:** pozwalający na zastosowanie źródła w systemach mobilnych lub autonomicznych – zakres energetyczny od 0,001 W do 5 W.
- **Możliwość regulacji parametrów pracy:** w tym napięcia przyspieszającego, ogniskowania wiązki, prądu emisji, co umożliwia dostosowanie źródła do różnych zastosowań badawczych i przemysłowych.
- **Stabilność długoterminowa** emisji elektronowej i utrzymania próżni umożliwiająca zastosowanie źródła w aplikacjach takich jak np. miniaturowy analizator XRF.

Oczekiwano, że urządzenie to będzie zdolne do generacji promieniowania rentgenowskiego o parametrach użytecznych w rzeczywistych zastosowaniach, takich jak:

- **fluorescencja rentgenowska XRF** do analizy składu pierwiastkowego materiałów,
- **inspekcja materiałowa** z wykorzystaniem promieniowania X w warunkach *in situ* (m.in. w mikrosystemach przepływowych).

Realizacja miniaturowego źródła promieniowania rentgenowskiego w technologii MEMS wiąże się z szeregiem ograniczeń wynikających zarówno z fizyki generacji promieniowania X, jak i z uwarunkowań technologicznych oraz materiałowych. W szczególności należy uwzględnić następujące czynniki ograniczające:

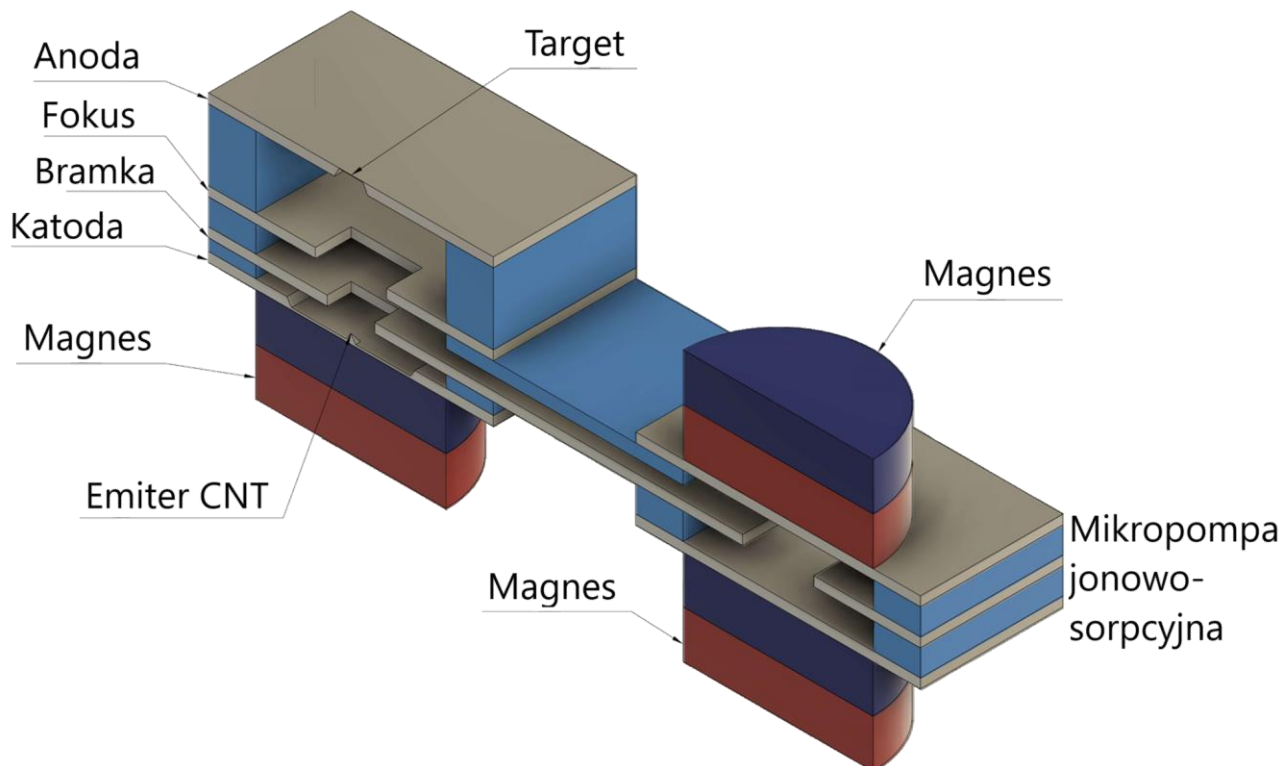
- **Ograniczenia termiczne:** w źródłach rentgenowskich istotnym ograniczeniem jest wydzielanie ciepła na targcie w wyniku interakcji z wysokoenergetycznymi elektronami. Nawet przy niskim poborze mocy lokalne nagrzewanie targetu przy dużym skupieniu wiązki (przy dużej gęstości mocy) może prowadzić do jego uszkodzenia. Mając to na uwadze sformułowano ograniczenie, według którego źródło będzie pracowało w zakresie mocy do 5 W.
- **Ograniczenia napięciowe i prądowe:** miniaturyzacja wymusza ograniczenie napięć przyspieszających i prądów emisji, co może zmniejszać maksymalną moc oraz energię promieniowania X w porównaniu z lampami makroskalowymi. Ze względu na ograniczenia wytrzymałości dielektrycznej i możliwości wystąpienia przebiegów elektrycznych między elementami zdecydowano o ograniczeniu napięcia przyspieszającego do 25 kV, a w efekcie maksymalnej energii generowanych fotonów do 25 keV. Ze względu na trwałość katody zdecydowano na ograniczenie prądu emisji do 1 mA.
- **Ograniczenia materiałowe:** wykorzystywane materiały konstrukcyjne ograniczają się do krzemu, szkła oraz innych materiałów kompatybilnych technologicznie z nimi.

Rozdział 6. Konstrukcja źródła rentgenowskiego MEMS

Zaprojektowanie i zrealizowanie miniaturowego źródła promieniowania rentgenowskiego w technologii MEMS wymagało precyzyjnego zdefiniowania szeregu parametrów konstrukcyjnych, technologicznych oraz funkcjonalnych. Źródło tego typu, w przeciwieństwie do klasycznych lamp rentgenowskich, musi łączyć w jednej zwartej strukturze zarówno elementy odpowiedzialne za generację i kontrolę wiązki elektronów, jak i komponenty zapewniające utrzymanie wysokiej próżni. Przy opracowaniu takiego systemu należało uwzględnić zarówno ograniczenia technologii mikrosystemowej, jak i wymagania wynikające z podstaw fizyki emisji elektronów oraz generacji promieniowania rentgenowskiego opisane we wstępnych częściach niniejszej pracy.

Badania przedstawione w niniejszym rozdziale obejmują opracowanie, wytworzenie i charakteryzację poszczególnych elementów składowych mikrosystemowego źródła promieniowania rentgenowskiego, a także ich późniejszą integrację. Kluczowym celem było nie tylko zademonstrowanie możliwości technologicznego wykonania poszczególnych komponentów, lecz przede wszystkim wykazanie możliwości ich skutecznego połączenia w jeden funkcjonalny mikrosystem zdolny do autonomicznej pracy. Opracowanie kompletnego i kompatybilnego procesu technologicznego, uwzględniającego wymagania materiałowe oraz konstrukcyjne wszystkich elementów, stanowi warunek konieczny do przeprowadzenia dalszych badań funkcjonalnych oraz oceny potencjału aplikacyjnego opracowanego źródła.

Koncepcja konstrukcji projektowanego źródła rentgenowskiego MEMS zakładała wykorzystanie krzemu monokrystalicznego do wytworzenia jego elektrod: katody z emiterym polowym, bramki ekstrakcyjnej umożliwiającej kontrolę prądu emisji, a tym samym intensywności generowanego promieniowania rentgenowskiego, elektrody ogniskującej umożliwiającej elektrostatyczne ogniskowanie wiązki elektronów oraz anody z targetem transmisyjnym w postaci cienkiej membrany [Rys. 6.1]. Jako dystansowniki między elektrodami wykorzystane zostały podłoża ze szkła borokrzemowego BOROFloat 33. Dystansowniki zapewniają odizolowanie elektryczne elektrod krzemowych, dodatkowo pozwalają na ustawienie odpowiednich odległości między elektrodami w kolumnie elektrono-optycznej. Istotnym elementem konstrukcji układu jest również mikropompa jonowo-sorpcyjna przeznaczona do utrzymania odpowiednich warunków próżniowych w strukturze źródła. Pompa ta wykonana jest w postaci chipu krzemowo-szklanego w pełni kompatybilnego materiałowo i technologicznie z kolumną elektrono-optyczną. Pełni ona funkcję układu usuwania gazów reszkowych, zarówno tych pozostałych po procesie hermetyzacji struktury, jak i powstających w trakcie pracy źródła. Dzięki temu możliwe jest utrzymanie odpowiednio niskiego ciśnienia w przestrzeni kolumny elektronowej, niezbędnego dla stabilnej emisji elektronów oraz poprawnej pracy źródła promieniowania rentgenowskiego. Szczegółowa konstrukcja oraz zasada działania mikropompy zostały przedstawione w dalszej części rozdziału.



Rysunek 6.1. Schemat źródła rentgenowskiego MEMS.

Opracowane źródło promieniowania rentgenowskiego działa w trybie transmisyjnym. Emitowane elektrony są przyspieszane przez silne pole elektryczne. Wygenerowana wiązka wysokoenergetycznych elektronów uderza w target, co powoduje emisję promieniowania rentgenowskiego w wyniku procesów opisanych we wcześniejszej części rozprawy.

6.1. Źródło elektronów

Emisja elektronów stanowi podstawowy proces inicjujący generację promieniowania rentgenowskiego. W elektronowiązkowych źródłach rentgenowskich niezbędne jest wygenerowanie wiązki elektronów, które zostają przyspieszone do zadanej energii i skierowane na odpowiednio dobrany target. Zderzenie wysokoenergetycznych elektronów z targetem prowadzi do emisji promieniowania rentgenowskiego, którego parametry zależą bezpośrednio od parametrów wiązki elektronów. W tym kontekście źródło elektronów jest krytycznym podzespołem każdego systemu rentgenowskiego, determinującym efektywność i jakość generowanego promieniowania.

Mając na uwadze przeprowadzony przegląd stanu badań oraz analizę w rozdziale 4 zdecydowano, że w opracowanym źródle promieniowania rentgenowskiego MEMS, preferowanym podejściem do generacji elektronów będzie emisja polowa. Kluczowym aspektem tego podejścia jest odpowiednie ukształtowanie geometrii emitera, umożliwiające lokalne wzmocnienie pola elektrycznego. Dzięki temu możliwe jest uzyskanie wymaganych wartości pola rzędu 10^9 V/m przy przyłożeniu napięcia kilkuset woltów.

Dobór konkretnego typu emitera polowego w układzie MEMS zależy od kilku czynników:

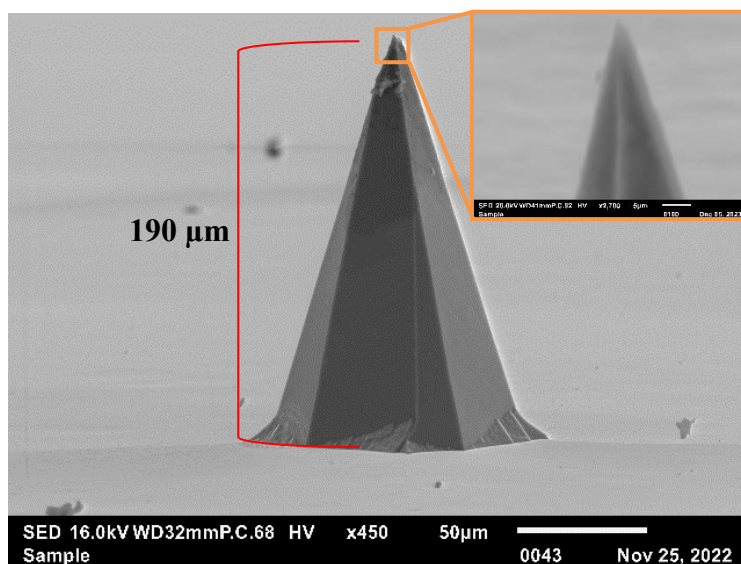
- geometrycznego wzmocnienia pola (β),
- pracy wyjścia materiału (ϕ),
- zgodności z procesami mikrofabrykacji,
- trwałości mechanicznej,
- podatności na odgazowanie i zanieczyszczenia powierzchniowe.

Istotna jest również odporność na warunki bondingu anodowego. Proces ten, niezbędny do uzyskania hermetycznej struktury, generuje wysokie pole elektryczne oraz temperaturę sięgającą 450°C, co może prowadzić do degradacji delikatnych struktur emisyjnych.

W dalszej części podrozdziału przedstawiono trzy typy emiterów elektronów zaprojektowanych, wytworzonych i przebadanych eksperymentalnie w ramach niniejszej pracy: emiter z mikroostrzem krzemowym, emiter krzemowy z warstwą nanorurek węglowych (CNT) oraz emiter w postaci mikroostrza kompozytowego CNT-PVP (ang. *Carbon Nanotubes–Polyvinylpyrrolidone*). Omawiane konfiguracje obejmują m.in. ostrza krzemowe, ostrza krzemowe pokryte nanorurkami węglowymi oraz emiter powstały przez termo-mechaniczne formowanie struktur CNT-PVP na płaskiej katodzie krzemowej. Celem analizy było dobranie emitery zgodnego z wymaganiami projektowymi poprzez porównanie charakterystyk emisyjnych oraz wybór najbardziej efektywnej i stabilnej technologii do zastosowania w zintegrowanym źródle rentgenowskim MEMS.

Mikroostrza krzemowe trawione

Pierwszym rozpatrywanym rozwiązaniem było ostrze wytrawione w krzemie monokrystalicznym metodą anizotropowego trawienia na mokro. Rozwiązanie to pozwala na bezpośrednie wytworzenie emitery w objętości katody krzemowej, bez potrzeby nanoszenia dodatkowych warstw przewodzących czy struktur funkcjonalnych. Proces technologiczny bazujący na selektywnym trawieniu krzemu w roztworze KOH (wodorotlenek potasu) (lub TMAH - wodorotlenek tetrametyloamoniowy) z wykorzystaniem maski fotolitograficznej umożliwia uzyskanie bardzo dobrze zdefiniowanych, powtarzalnych i symetrycznych ostrzy, o kącie wierzchołkowym determinowanym przez kąty między płaszczyznami krystalograficznymi [Rys. 6.2]. Taka geometria sprzyja koncentracji pola elektrycznego w pobliżu jego końcówki. Emitery takie cechują się dużą wytrzymałością mechaniczną oraz powtarzalnością kształtu i wymiarów. Struktury krzemowe jedynie w niewielkim stopniu sorbują gazy, co jest istotne ze względu na późniejszą możliwość degradacji próżni.

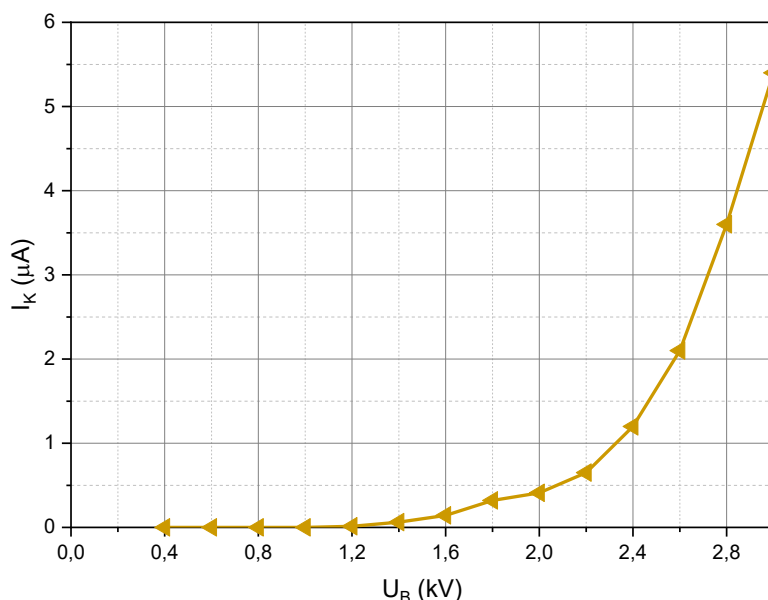


Rysunek 6.2. Obraz SEM (ang. *Scanning Electron Microscope*) końcówki mikroostrza krzemowego wytworzonego metodą anizotropowego trawienia na mokro.

Emitery tego typu cechują się również dużą wytrzymałością mechaniczną, co jest istotne w kontekście kolejnych etapów integracji. Struktura emisyjna jest integralną częścią katody.

Ograniczeniem emitery wykonanego wyłącznie z krzemu jest jednak stosunkowo niski współczynnik kształtu struktury emisyjnej, a tym samym stosunkowo wysoki próg napięciowy konieczny do uzyskania emisji.

W typowych strukturach testowych, które wykonano i przebadano, przy odległości między katodą a elektrodą ekstrakcyjną wynoszącej 0,5 mm, wymagane były napięcia około 1200 V do zainicjowania emisji. Przy napięciach ekstrakcyjnych dochodzących do 3000 V uzyskiwano prądy emisji rzędu pojedynczych mikroamperów [Rys. 6.3]. Były to wartości obiecujące, jednak w ograniczonym zakresie aplikacji. Część aplikacji takie jak m.in. obrazowanie obiektów wymagają znacznie większych prądów emisji, aby uzyskać większą intensywność promieniowania rentgenowskiego.

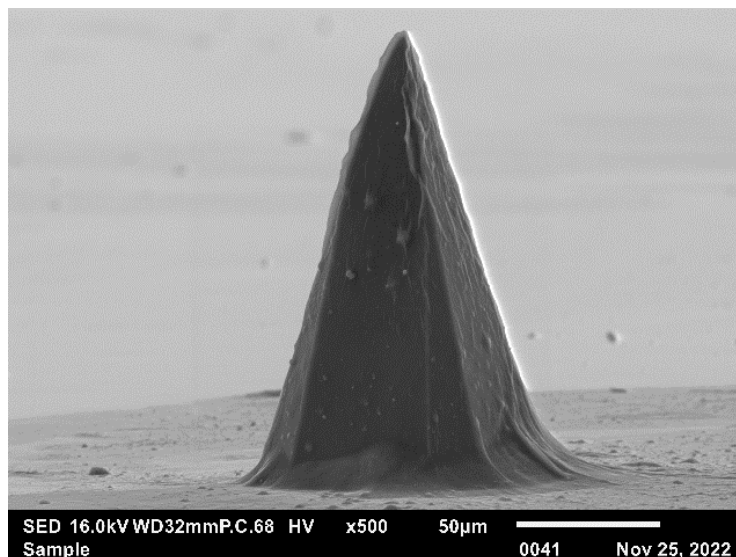


Rysunek 6.3. Charakterystyka emisyjna mikroostrza krzemowego zmierzona w warunkach wysokiej próżni (~10-5 hPa).

Dodatkowym problemem okazała się podatność ostrzy krzemowych na degradację w trakcie procesu bondingu anodowego. Wysoka temperatura (rzędu 400–450 °C) oraz obecność silnego pola elektrycznego mogą sprzyjać procesom utleniania krzemu oraz rzadziej - rekryształizacji, migracji powierzchniowej i generacji mikroszczelin, zwłaszcza w wierzchołku emitera, gdzie koncentracja pola jest największa. W efekcie, pomimo dobrej spójności z procesami mikrotechnologicznymi i mechanicznej stabilności w warunkach normalnych, emitery te nie nadawały się do trwałej integracji z hermetycznymi strukturami MEMS poddawanych procesom wysokotemperaturowym. Z tego powodu postanowiono kontynuować badania w celu uzyskania odporniejszych i efektywniejszych struktur emisyjnych.

Mikroostrza krzemowe z CNT

W celu zwiększenia efektywności emisji elektronowej mikroostrzy krzemowych testowano również struktury hybrydowe, w których końcówki emitera pokrywano warstwą nanorurek węglowych [Rys. 6.4]. W prezentowanym rozwiązaniu wykorzystano prostą metodę polegającą na nakrapianiu wodnego roztworu jednościankowych nanorurek węglowych stabilizowanych polimerem PVP. Roztwór nanoszono bezpośrednio na obszar końcówki emitera za pomocą mikropipety, a następnie osuszano w temperaturze 200°C.

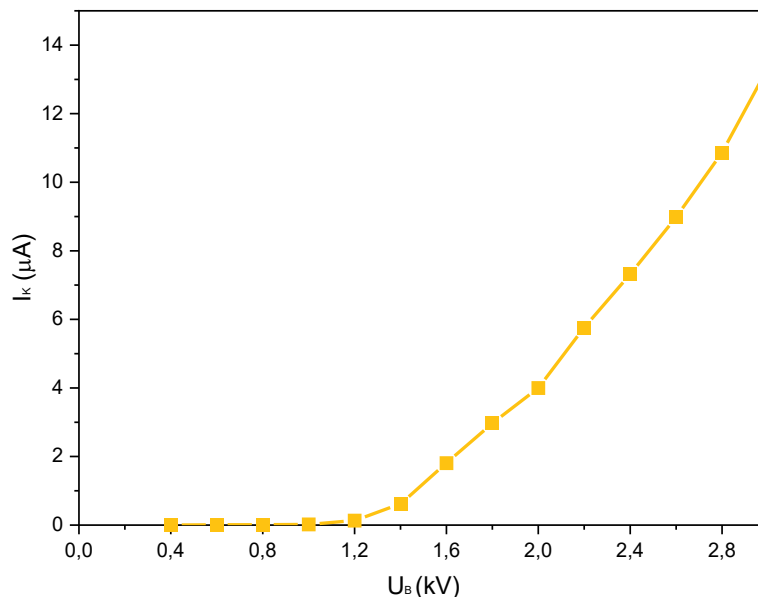


Rysunek 6.4. Obraz SEM końcówki emitera krzemowego pokrytego warstwą CNT-PVP zdeponowaną przez nakropienie roztworu.

Metoda ta, choć nie pozwala na precyzyjne kontrolowanie orientacji ani liczby nanorurek w obrębie końcówki, charakteryzuje się dużą prostotą wykonania i pełną kompatybilnością z procesami mikroelektronicznymi. Nanorurki, dzięki wysokiemu współczynnikowi kształtu znacznie poprawiają lokalne pole elektryczne, co prowadzi do obniżenia progu napięcia koniecznego do zainicjowania emisji. Warstwa CNT, mimo że niejednorodna i nieregularna w układzie przestrzennym, wykazywała wystarczającą przewodność oraz stabilność, by pełnić rolę efektywnej powierzchni emisyjnej.

W porównaniu do czystych ostrzy krzemowych, emitery z naniesioną warstwą CNT-PVP pozwalały na uzyskanie około 3-4 krotnie wyższych prądów emisji przy porównywalnym napięciu progowym emisji. Ich główną zaletą okazała się jednak wyjątkowa odporność na warunki bondingu anodowego, warstwa naniesiona metodą nakrapiania nie ulegała odspajaniu ani uszkodzeniom w czasie procesu hermetyzacji struktury MEMS. Struktury zachowywały swoją funkcjonalność emisyjną, co świadczy o dobrej adhezji i odporności termicznej warstwy CNT w tej konfiguracji.

Pomimo tych zalet, emitery nakrapiane wykazywały ograniczoną emisję prądową — typowe wartości dochodziły do kilkunastu mikroamperów [Rys. 6.5]. Główną przyczyną tego ograniczenia był niski współczynnik kształtu końcówki emitera: nanorurki zdeponowane w ten sposób często tworzą płaskie skupiska. W konsekwencji, mimo wysokiej niezawodności w warunkach procesu technologicznego, struktura ta okazała się niewystarczająca do zastosowań wymagających wysokiego natężenia emisji.



Rysunek 6.5. Prąd emisji w funkcji napięcia ekstrakcyjnego dla ostrza krzemowego pokrytego CNT-PVP.

Rozwiązanie to stanowiło jednak ważny etap w kierunku opracowania emitera o zwiększonej odporności na wysoką temperaturę i pole elektryczne. Zidentyfikowana potrzeba połączenia wysokiej emisyjności z odpornością na bonding anodowy stała się punktem wyjścia dla opracowania końcowego rozwiązania — emitera z termo-mechanicznie uformowaną końcówką zawierającą CNT, opisanego szczegółowo w dalszej części tego rozdziału.

Mikroostrza CNT+PVP wytwarzane metodą termo-mechaniczną

Wszystkie powyższe rozwiązania były znane w literaturze, jednak wykazały niedostateczne parametry pracy, co skłoniło do opracowania własnego rozwiązania w postaci ostrzy z kompozytu CNT-PVP formowanych na podłożu krzemowym. Metoda formowania struktur przestrzennych z CNT-PVP została opisana w patencie „Sposób mechaniczno-termicznego formowania na podłożu form przestrzennych z nanorurek węglowych”, a jej praktyczne zastosowanie w produkcji emiterek polowych w artykule „CNT-PVP field electron source formed by thermo-mechanical pulling of carbon nanotubes”.

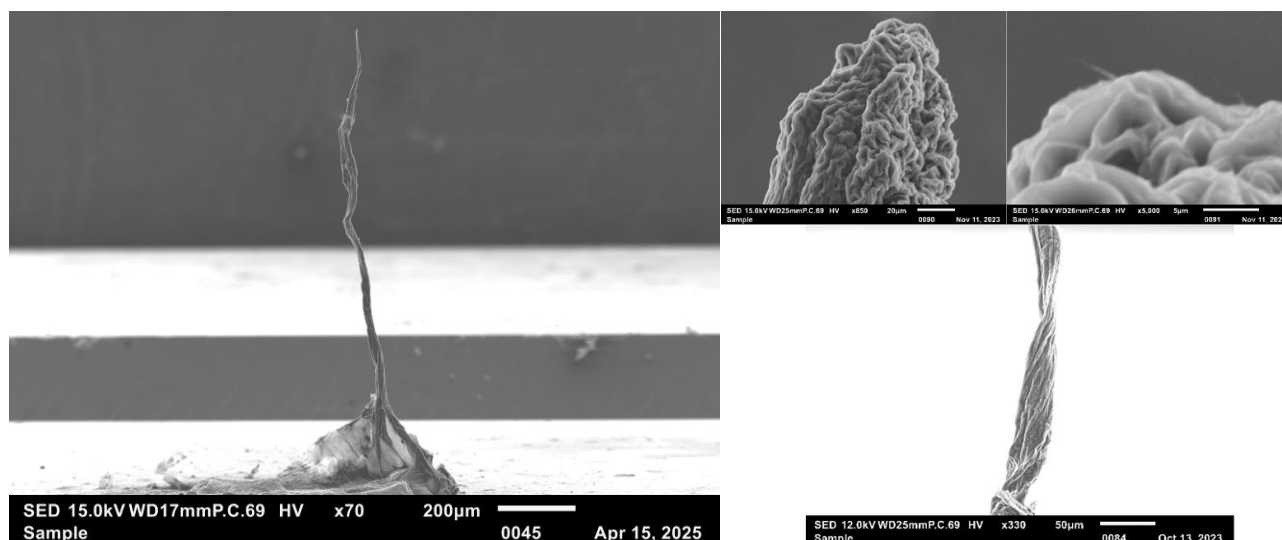
Własne rozwiązanie przedstawione w tej pracy bazuje na kompozycie nanorurek węglowych i poliwinylpirolidonu nanoszonym metodą termo-mechanicznego formowania struktur przestrzennych. Na końcówkę mikroigły naniesiono kroplę hydrożelu zawierającego zawieszone nanorurki węglowe z polimerem PVP [Rys. 6.6]. Następnie mikroigłę przyłożono do rozgrzanego podłoża (np. krzemowego) – kontakt z gorącą powierzchnią powoduje szybkie usieciowienie PVP oraz związanie polimeru z nanorurkami, tworząc kompozyt przy powierzchni. W kolejnym kroku gwałtowne odciągnięcie mikroigły powoduje mechaniczne rozciągnięcie jeszcze nie w pełni usieciowanego hydrożelu z nanorurkami – polimer ciągnie się razem z nanorurkami, formując smukłą, trójwymiarową strukturę ostrza. Otrzymany emiter ma kształt iglicy zakończonej ostrym wierzchołkiem utworzonym przez zbiór pionowo ustawionych nanorurek zatopionych w twardym kompozycie PVP. Materiałem bazowym jest podłoże krzemowe, co czyni metodę kompatybilną z technologią MEMS. PVP pełni funkcję spoiwa mechanicznego umożliwiając utwierdzenie nanorurek w polimerowej matrycy. Po utwardzeniu jest nierozpuszczalny w wodzie, a kompozyt CNT-PVP charakteryzuje się wysoką odpornością termiczną. Ponieważ proces formowania zachodzi w wysokiej temperaturze (około 300°C), polimer ulega usieciowieniu zaraz po zetknięciu z podłożem, co umożliwia szybkie i powtarzalne wykonanie ostrzy o smukłym kształcie. Metoda nie

wymaga zaawansowanej aparatury laboratoryjnej – wykorzystuje prostą mikroigłę oraz podgrzewane podłoże, co obniża koszty produkcji i przyspiesza wykonywanie prototypów. Metoda ta może zostać zautomatyzowana poprzez wykorzystanie manipulatora z dyszą dozującą hydrożel.



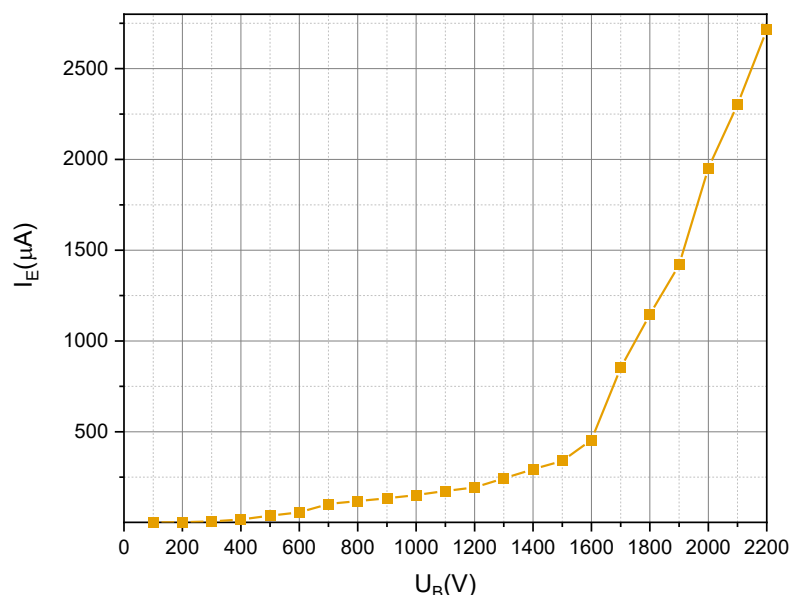
Rysunek 6.6 – Schemat formowania ostrza kompozytu CNT-PVP metodą termiczno-mechanicznego ciągnięcia.

Opracowaną metodą wytworzono smukłą strukturę emitera polowego. Zdjęcia SEM wykazały znacznie rozbudowaną powierzchnię struktury z licznymi umocowanymi w niej smukłymi włóknami [Rys. 6.7]. Struktura taka sprzyja wytwarzaniu wysokich prądów emisji oraz zapewnia redundancję emitera.



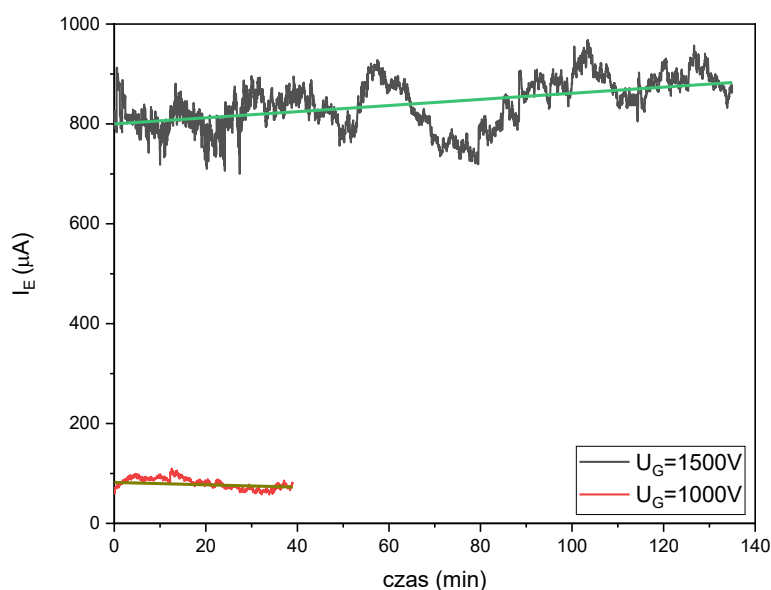
Rysunek 6.7. Struktura źródła elektronów z kompozytu CNT-PVP.

Eksperymenty wykazały duże wartości prądu emisji (nawet rzędu mA), co wynika z wielopunktowej emisji z matrycy wielu nanorurek [Rys. 6.8]. Dodatkowo progowe napięcie emisji okazało się znacznie niższe niż w innych analizowanych rozwiązaniach i wynosiło zaledwie 300 V. Tak wysokie prądy wynikają z równoległej emisji z licznych włókien CNT zanurzonych w matrycy PVP, co potwierdza dobrze widoczny w analizie mikrostrukturalnej efekt redundancji aktywnych wierzchołków. Kluczowym atutem kompozytu CNT-PVP okazała się jego odporność na warunki procesu bondingu anodowego.



Rysunek 6.8 – Charakterystyka prądowo-napięciowa emiterów CNT PVP.

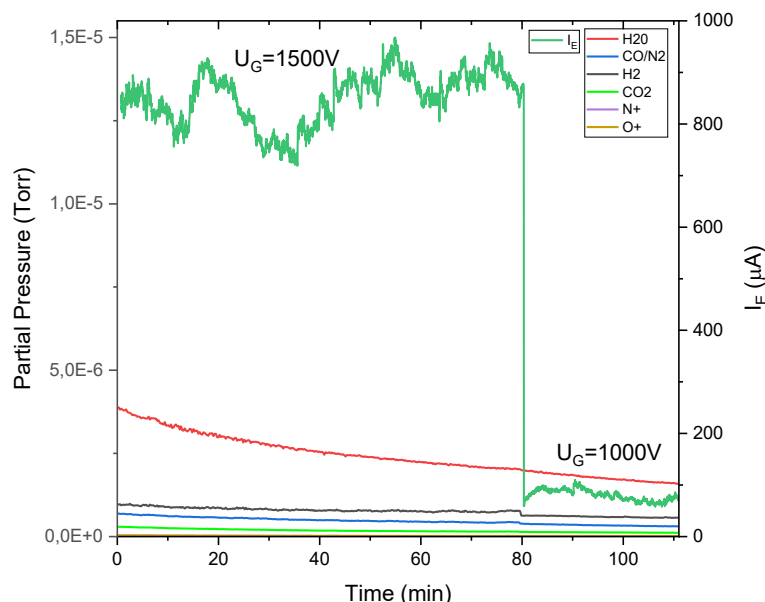
Stabilność emisji była badana po procesie bondingu przy stałym napięciu ekstrakcyjnym (1 kV oraz 1,5 kV). W wypadku napięcia ekstrakcyjnego 1000V osiągnięto średni prąd emisji wynoszący 80,3 μ A z odchyleniem standardowym wynoszącym 2,7 μ A, natomiast przy napięciu 1500 V średni prąd emisji wynosił 841 μ A i odchylenie standardowe 50 μ A [Rys. 6.9]. Analiza ponad dwugodzinnej nieprzerwanej pracy z prądem emisji wynoszącym niemal 1 mA wykazała brak degradacji własności emisyjnych struktury.



Rysunek 6.9 – Przebieg prądu emisyjnego w czasie (stabilność pracy emiterów CNT-PVP przy stałym napięciu ekstrakcyjnym).

Innym ważnym aspektem pracy emitery jest konieczność jego odgazowywania. Rozbudowana struktura emitery oraz obecność nanostruktur węglowych sprzyja sorpcji gazów, które po uszczelnieniu oraz podczas pracy urządzenia mogą desorbować, degradując próżnię i uniemożliwiając poprawne działanie urządzenia. Sama struktura MEMS podczas ostatecznego uszczelniania znajduje się w próżni oraz jest ogrzewana do wysokich temperatur (około 450°C), co pozwala na usunięcie dużej części zasorbowanych gazów poza strukturę. Kluczowe było jednak określenie, czy warunki podwyższonej temperatury doprowadzą do stanu, w którym rodzaj oraz ilość

desorbowanych gazów nie wpływa na działanie emitera. Przeprowadzono testy emisji elektronów po wygrzaniu struktury przez 30 min w temperaturze 250°C w warunkach próżni 10^{-5} hPa, analizując poziomy gazów w komorze metodą RGA (ang. *Residual Gas Analyzer*) [Rys. 6.10]. Prądy emisji były stabilne i ich wartości nie zmniejszały się w czasie, natomiast stężenia gazów były bliskie wartości tła i nie wzrastały podczas emisji. Pozwala to na stwierdzenie, że struktura emitera elektronów po odgazowaniu doskonale nadaje się do zastosowania w źródle rentgenowskim MEMS.



Rysunek 6.10. Analiza składu gazu podczas emisji elektronów ze źródła CNT-PVP.

Podsumowując, przeprowadzone eksperymenty potwierdziły, że emiter CNT-PVP formowany termo-mechanicznie jest obiecującym źródłem elektronów dla mikrosystemu rentgenowskiego i innych próżniowych mikrosystemów elektronowięzkowych. Uzyskuje on niski próg napięciowy, wysokie prądy emisyjne i zachowuje stabilność pracy nawet po procesie bondingu anodowym. W połączeniu z łatwością formowania ostrzy metodą formowania termo-mechanicznego oraz kompatybilnością z podłożem krzemowym, czyni to rozwiązanie atrakcyjnym w rozważanej aplikacji.²

6.2. Układ elektrono-optyczny i ogniskowanie magnetyczne

Wytworzenie emitera elektronów to pierwszy krok w konstrukcji miniaturowego źródła rentgenowskiego MEMS – aby uzyskać dobrze zogniskowaną wiązkę elektronów, konieczna jest konstrukcja pełnego układu kolumny elektrono-optycznej. Właściwe zarządzanie wiązką elektronów jest niezbędne do uzyskania pożądanej plamki elektronów na targacie oraz do minimalizacji strat wynikających z interakcji elektronów z innymi elementami struktury.

Kluczowym elementem kolumny elektrono-optycznej z emiterem polowym jest elektroda ekstrakcyjna, która odpowiada za ekstrakcję elektronów z powierzchni emitera oraz za określenie początkowego rozkładu pola elektrycznego w strefie emisji. W miniaturowych strukturach MEMS odległości pomiędzy elektrodami — w szczególności między emiterem, elektrodą ekstrakcyjną i elektrodą ogniskującą — mają kluczowe znaczenie, ponieważ determinują rozkład pola elektrycznego decydującego o charakterystyce sterowania parametrami wiązki elektronów.

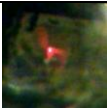
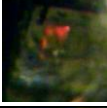
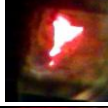
² Uwagi: Przedstawione w rozdziale 6.1. wyniki bazują na eksperymentach opisanych szczegółowo w załączonej publikacji naukowej „CNT-PVP field electron source formed by thermo-mechanical pulling of carbon nanotubes” [143], oraz zgłoszeniu patentowym „Sposób mechaniczno-termicznego formowania na podłożu form przestrzennych z nanorurek węglowych” [144].

W większości miniaturowych układów z wiązką elektronów ogniskowanie odbywa się za pomocą soczewek elektrostatycznych. Ze względu na małe wymiary układu soczewki te (jedna lub zestaw kilku) są zazwyczaj płaskie i mają okrągły otwór w środku. Mogą być wytwarzane w chipach krzemowych, płytkach metalowych lub wykonane z cienkich warstw metalu osadzonych na szkłe, ceramice lub innych cienkich warstwach izolacyjnych. W najprostszym przypadku elektroda ogniskująca jest umieszczona tuż nad ekstrakcyjną. Przyłożenie ujemnej polaryzacji względem katody spycha elektrony do osi kolumny. Ogniskowanie elektrostatyczne ma jednak pewne wady, które zostaną przedstawione w dalszej części rozdziału. Dlatego w rozważanej strukturze zastosowano nowatorskiego podejścia – wykorzystania pola magnetycznego do ogniskowania. W klasycznych układach ogniskujących wiązkę elektronów, np. w mikroskopie SEM, powszechnie stosuje się ogniskowanie magnetyczne, ale konwencjonalne soczewki magnetyczne są dużych rozmiarów, otaczają one wiązkę elektronów, która przez nie przechodzi. W układach miniaturowych nie ma miejsca na takie rozwiązania. W niniejszej pracy zaproponowano znacznie prostsze rozwiązanie, polegające na zastosowaniu małego magnesu neodymowego umieszczonego pod źródłem elektronów, który znacząco poprawił ogniskowanie wiązki elektronów.

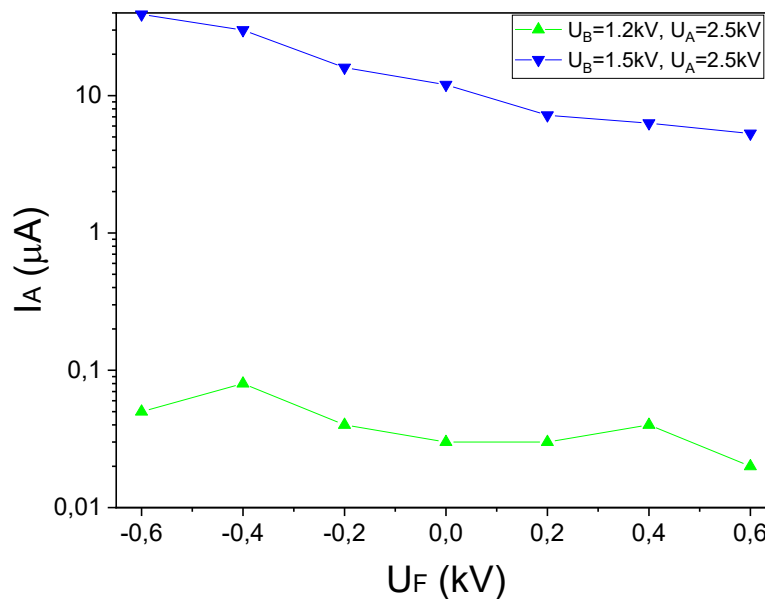
6.2.1. Ogniskowanie elektrostatyczne

W początkowych eksperymentach wiązka elektronowa była ogniskowana wyłącznie przy użyciu zestawu soczewek elektrostatycznych. W typowej konfiguracji elektroda ekstrakcyjna nadawała wstępną energię wiązkę, a dalsze skupienie zapewniała dodatkowa elektroda skupiająca. Obie elektrody wykonane były w postaci płytek krzemowych z perforowanym otworem. Badania wykazały, że zmiana napięcia na elektrodzie „fokusującej” znacząco wpływa na rozmiar plamki. Zwiększanie ujemnego napięcia fokusującego zmniejsza średnicę plamki (wiązka jest mocniej skupiona), ale równocześnie wzrastają aberracje i straty prądowe (część elektronów uderza w elektrody lub zostaje rozproszona). Zaobserwowano, że przy zbyt niskich napięciach skupiających plamka jest szeroka i nieregularna, a przy zbyt wysokich - pojawiają się dodatkowe ogniska i zniekształcenia krawędziowe wiązki. Tabela 6.1 podsumowuje zarejestrowane plamki przy różnych napięciach elektrostatycznej elektrody fokusującej. Najlepszy efekt ogniskowania uzyskano dla napięcia $U_F=0V$.

Tabela 6.1. Podsumowanie obrazów plamki elektronowej przy różnym napięciu na elektrodzie ogniskowej (rozmiar obrazu: 5,5 mm × 5,5 mm).

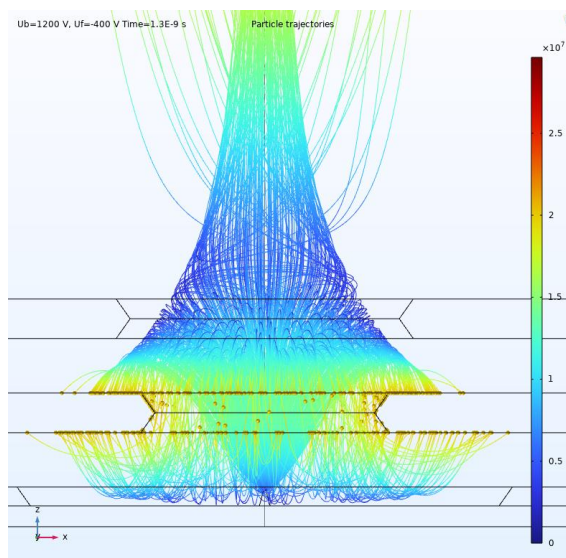
Napięcie elektrody ogniskującej U_F [kV]	$U_B = 1.2kV$	$U_B = 1.5kV$
-0,4		
0		
0,2		
0,4		
0,6		

Pomiar prądu na targacie w funkcji napięcia ogniskowania pokazuje spadek sygnału wraz ze wzrostem napięcia elektrody ogniskującej [Rys. 6.11]. Wiązka elektronów emitowana z emitera ma tendencję do rozprzestrzeniania się. Po przyłożeniu dodatniego potencjału do elektrody ogniskującej, ulega ona dalszemu rozproszeniu, a część elektronów nie dociera do anody.



Rysunek 6.11. Zależność prądu anodowego od napięcia ogniskowego.

Wyniki symulacji przeprowadzone za pomocą oprogramowania COMSOL Multiphysics potwierdziły, że straty przejścia przez kolumnę elektrono-optyczną wynikają głównie z uderzania elektronów w bramkę ekstrakcyjną [Rys. 6.12]. Wiązka ogniskowana jest dopiero na wysokości elektrody skupiającej, co wywołuje konieczność zastosowania dodatkowych mechanizmów ogniskowania wiązki szczególnie tuż nad emitern elektronów, tak aby zminimalizować uderzenia w bramkę ekstrakcyjną i umożliwić dalsze skupianie wiązki za pomocą elektrody skupiającej.

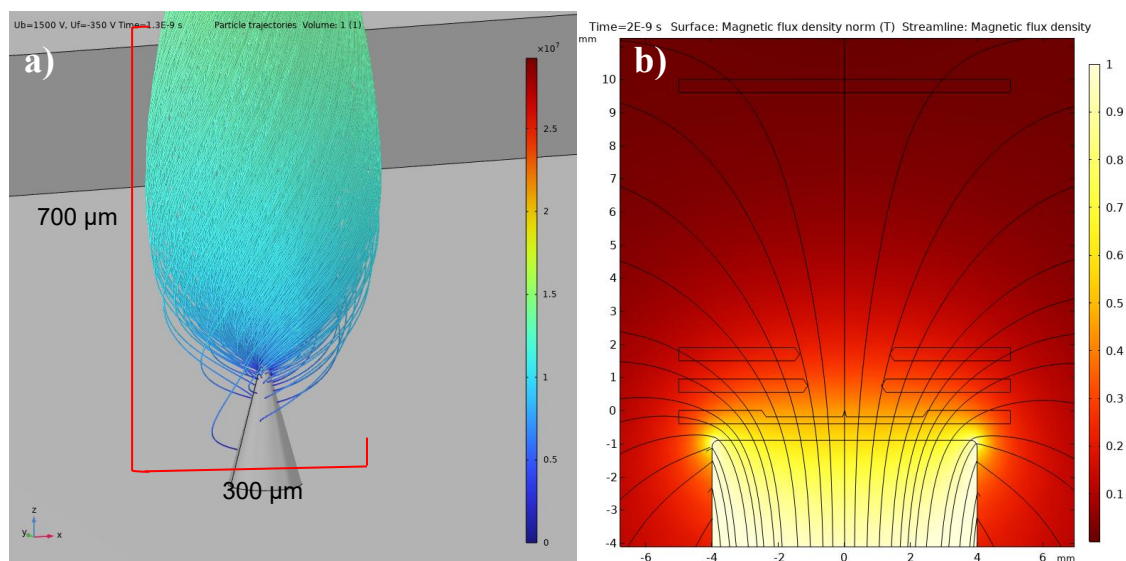


Rysunek 6.12. Symulacja emisji wiązki elektronów z emitera końcówki dla $U_B = 1,2$ kV i $U_F = -0,4$ kV.

6.2.2. Ogniskowanie magnetyczne

Rozwiązaniem problemów występujących przy ogniskowaniu elektrostatycznym okazało się użycie pola magnetycznego. W badaniach wykorzystano niewielki magnes neodymowy umieszczony bezpośrednio pod katodą z emitern elektronów. Pole magnetyczne wytwarzane przez taki magnes

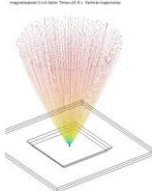
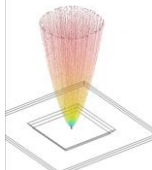
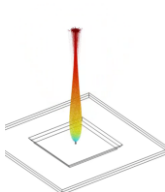
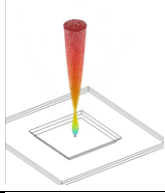
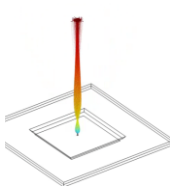
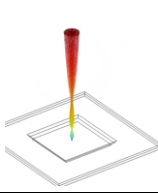
wymusza, aby wyemitowane elektrony podążały wzdłuż linii pola magnetycznego (okrążając go spiralnie) i skupiały się wokół osi kolumny [Rys. 5.13]. Skuteczność takiego ogniskowania spowodowała poprawę skupiania oraz jednorodności wiązki w porównaniu z samym ogniskowaniem elektrostatycznym.

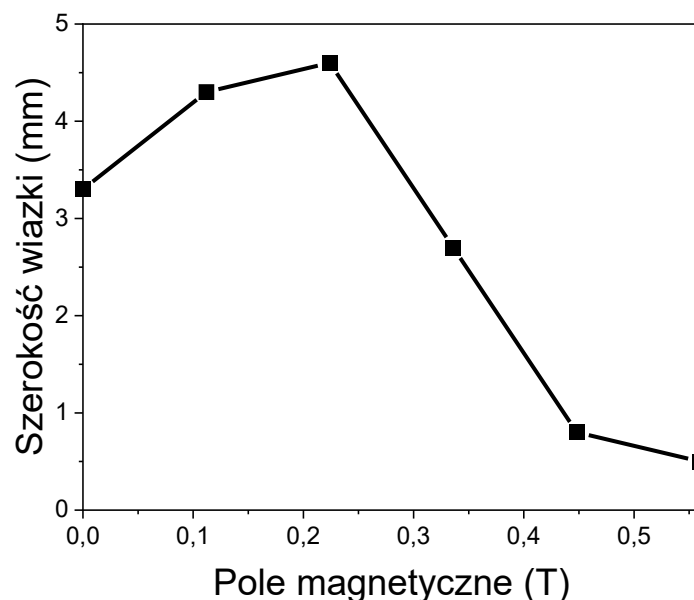


Rysunek 6.13. a) trajektorie elektronów emitowanych ze źródła elektronów, skupionych przez pole magnetyczne wytworzone przez magnes neodymowy, przy $U_B = 1,5$ kV i $U_F = 0,6$ kV, b) rozkład pola magnetycznego w obszarze emitera.

Zaproponowana koncepcja ogniskowania magnetycznego została zweryfikowana eksperymentalnie i symulacyjnie. Ze względów praktycznych te dwa podejścia nieznacznie się różniły. W przypadku symulacji zwiększono namagnesowanie magnesu nieruchomego. W eksperymencie - magnes był przesuwany w kierunku powierzchni katody w osi Z za pomocą manipulatora. Zarówno eksperyment, jak i symulacje wskazały na znaczną poprawę w ogniskowaniu wiązki przy wystarczająco dużym polu magnetycznym. Powstała plamka w układzie rzeczywistym stawała się coraz bardziej skupiona i jednorodna, gdy magnes zbliżał się do katody [Tabela 6.2, Rys. 6.14]. Symulacje wykazały, że przy rosnącym polu magnetycznym elektrony są coraz bardziej skupione. Sugerują one, że 0,22 T jest wystarczające do uzyskania najlepszego możliwego w takim układzie skupienia wiązki elektronów. Zaobserwowano, że zwiększanie pola magnetycznego prowadzi do powstawania większej ilości ognisk. Zjawisko wielu ognisk przy większych polach jest dobrze znane w układach TEM/STEM (ang. *Transmission Electron Microscope* / *Scanning Transmission Electron Microscope*) i wynika z tendencji elektronów do poruszania się po spirali wokół linii strumienia magnetycznego.

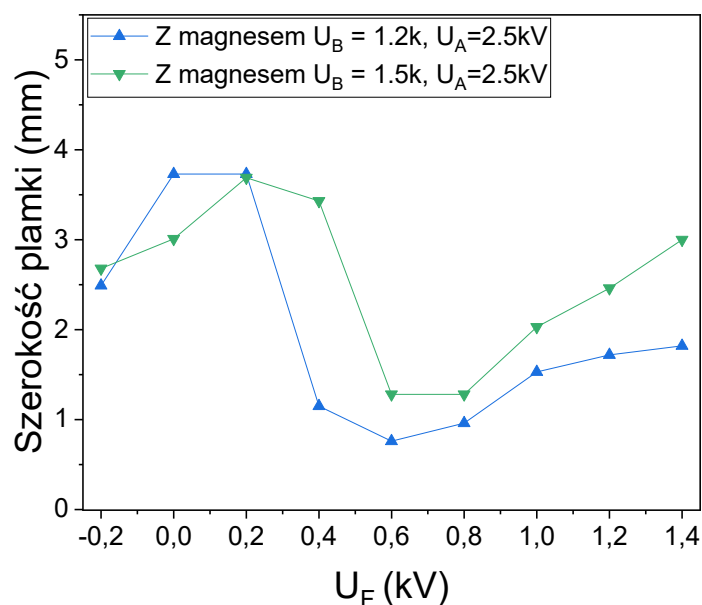
Tabela 6.2. Podsumowanie symulacji wiązki elektronów i obrazów plamki utworzonej na luminoforze dla różnych wartości pola magnetycznego (wartości pola magnetycznego są wyznaczone u podstawy końcówki emitera).

Pole magnetyczne [T]	Symulacja trajektorii elektronów	Plamka utworzona na luminoforze (rozmiar obrazu: 5.5mm × 5.5mm)
0		
0.11		
0.22		
0.34		
0.45		
0.56		



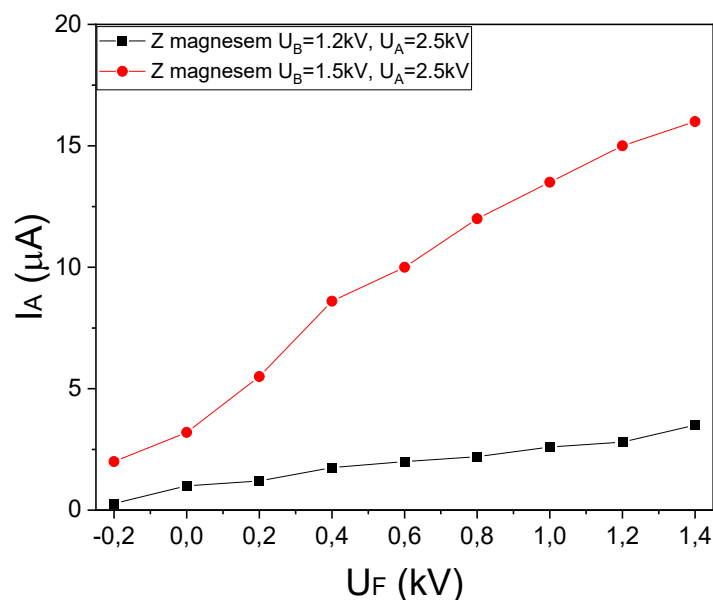
Rysunek 6.14. Wielkość zarejestrowanej plamki elektronów w zależności od natężenia pola magnetycznego.

Eksperymenty przeprowadzone na rzeczywistym systemie pozwoliły również zaobserwować cykliczne pojawianie się kolejnych punktów ogniskowych przy zmianie napięcia ogniskowego dla ustalonej pozycji ekranu [Rys. 6.15].



Rysunek 6.15. Wielkość zarejestrowanej plamki w zależności od napięcia na elektrodzie skupiającej.

Pomiary prądów anody wykazały również wzrost prądu względem wartości zarejestrowanych przy samym ogniskowaniu elektrostatycznym [Rys. 6.16]. Dodatkowo, trend zmian prądu anody zmienił się względem wersji z samym ogniskowaniem elektrostatycznym i wzrasta wraz ze wzrostem napięcia na elektrodzie skupiającej.



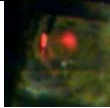
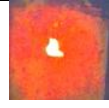
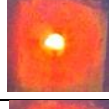
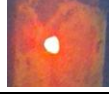
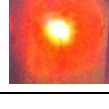
Rysunek 6.16. Zależność prądu na anodzie od napięcia na elektrodzie ogniskowej.

6.2.3. Porównanie metod i podsumowanie

W porównaniu do samego ogniskowania elektrostatycznego, wprowadzenie magnezu znacznie poprawiło jednorodność plamki, redukując fluktuacje. Ponadto zastosowanie magnezu przesuwa i rozszerza zakres napięć na elektrodzie ogniskującej umożliwiających ogniskowanie wiązki. W przypadku braku magnezu najlepsze efekty ogniskowania uzyskano dla napięcia na elektrodzie skupiającej od -200 do 0 V, natomiast z magnesem dla napięcia $U_F = 600$ V i wyższego [Tab. 6.3].

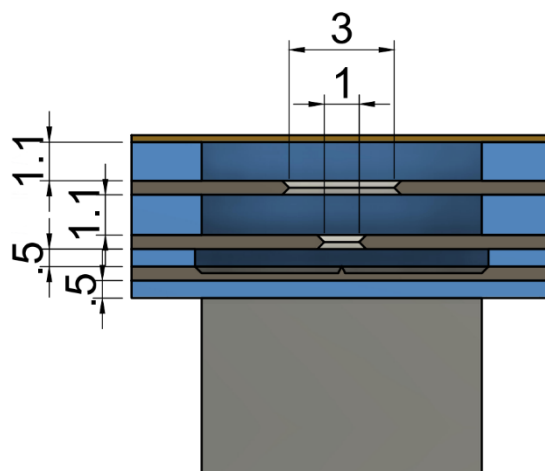
Tabela 6.3. Podsumowanie obrazów plamek elektronowych uzyskanych na ekranie ITO (ang. *Indium Tin Oxide*) dla $U_A = 2,5$ kV (rozmiar obrazu: 5,5 mm × 5,5 mm).

Napięcie elektrody skupiającej [kV]	Bez magnezu $U_B = 1.2$ kV	Bez magnezu $U_B = 1.5$ kV	Z magnesem $U_B = 1.2$ kV	Z magnesem $U_B = 1.5$ kV
-0.6			-	-
-0.4			-	-
-0.2				
0				
0.2				
0.4				

0.6				
0.8	-	-		
1	-	-		
1.2	-	-		

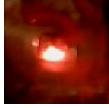
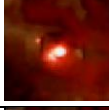
Analizując powyższe wyniki eksperymentalne oraz symulacyjne, najlepszym rozwiązaniem jest połączenie ogniskowania elektrostatycznego oraz magnetycznego. Wstępne skupienie za pomocą pola magnetycznego zapewnia wąską, jednorodną wiązkę tuż po wyjściu elektronów ze struktury emitera, co umożliwia przejście większości elektronów przez elektrodę ekstrakcyjną przy minimalnych stratach. Następnie wiązka, będąc na wysokości elektrody skupiającej, jest zawężana elektrostatycznie, co umożliwia skupienie jej na powierzchni anody.

Po zbadaniu mechanizmów zarządzania wiązką elektronów konieczne było jeszcze zoptymalizowanie konstrukcji kolumny. W celu uzyskania jak najlepszego ogniskowania wiązki elektronów w opracowanym źródle dostosowano rozmiar otworów w elektrodach ogniskującej i ekstrakcyjnej odpowiednio do 1 i 3 mm [rys. 6.17]. W połączeniu z ogniskowaniem magnetycznym umożliwiło to uzyskanie intensywnej i dobrze skupionej wiązki [Tab. 6.4].

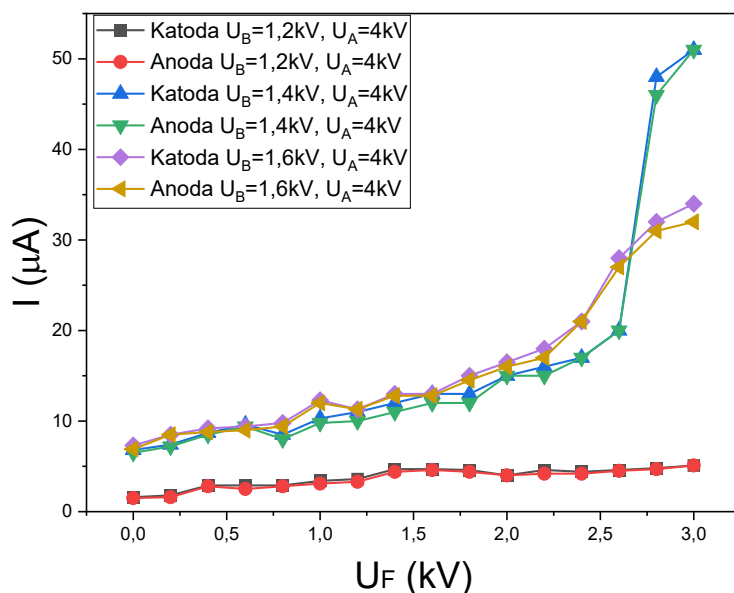


Rysunek 6.17. Schemat zoptymalizowanej kolumny elektronowej.

Tabela 6.4. Podsumowanie uzyskanych obrazów plamki dla zoptymalizowanej konfiguracji optyki elektronowej z ogniskowaniem magnetycznym (rozmiar obrazu: 5,5 mm × 5,5 mm).

U_F [kV]	$U_B=1,2$ kV	$U_B=1,4$ kV	$U_B=1,6$ kV
2,8			
1,8			
0,8			

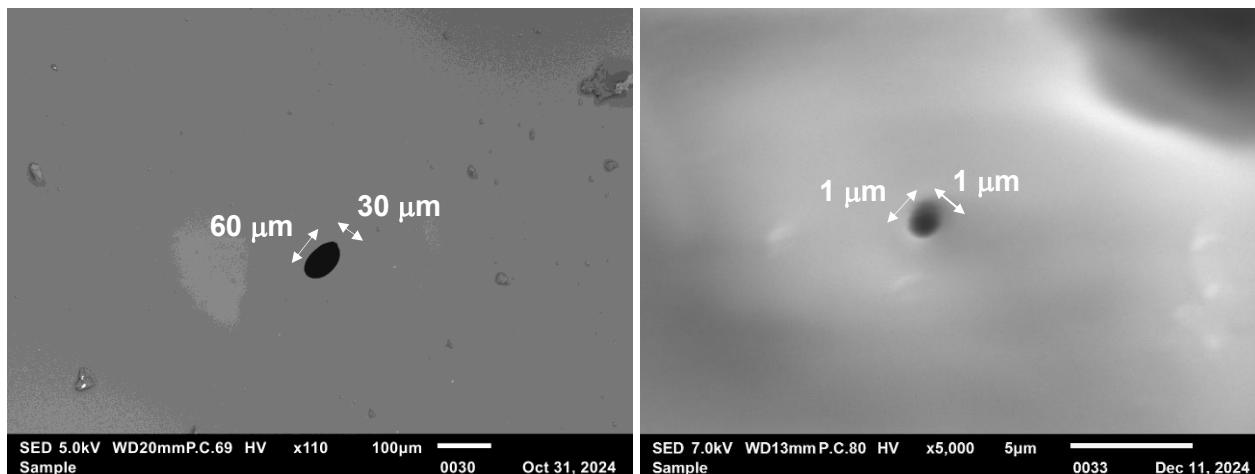
W celu zoptymalizowania konfiguracji, prąd emisji i prąd na anodzie mierzono jednocześnie. Rysunek 6.18 pokazuje, że opracowany układ umożliwia osiągnięcie prądów emisji rzędu kilkudziesięciu mikroamperów. Co więcej, w każdym pomiarze współczynnik transmisji wynosi co najmniej 95%, co oznacza wyjątkowo niskie straty emisji. Prawie wszystkie elektrony emitowane z katody docierały do anody.³



Rysunek 6.18. Zależność prądu katody i anody od napięcia ogniskowego dla różnych napięć bramki.

Należy jednak podkreślić, że poprawa jakości ogniskowania wiązki elektronowej nie pozostaje bez wpływu na obciążenie termiczne targetu. Zmniejszanie średnicy plamki przy zachowaniu pozostałych parametrów pracy prowadzi do wzrostu lokalnej gęstości mocy, a tym samym do intensywniejszego nagrzewania obszaru oddziaływania elektronów. W przypadku targetu transmisyjnego z membraną krzemową zjawisko to staje się jednym z istotnych ograniczeń eksploatacyjnych, ponieważ nadmierna gęstość mocy może prowadzić do uszkodzenia struktury. W badaniach eksperymentalnych zaobserwowano, że przy napięciu 10 kV i prądzie 600 μA w membranie powstawał ubytek o średnicy około 1 μm , natomiast przy napięciu 15 kV i prądzie 1 mA dochodziło do wyraźnego uszkodzenia w postaci otworu o wymiarach około $30 \times 60 \mu m$ [Rys. 6.19]. Wyniki te potwierdzają, że ogniskowanie wiązki oraz parametry pracy źródła powinny być zoptymalizowane nie tylko pod kątem minimalizacji plamki, lecz także z uwzględnieniem dopuszczalnej gęstości mocy i odporności termicznej targetu. Z tego względu w dalszych badaniach przyjęto maksymalną moc pracy źródła równą 5 W. Przy takiej mocy nie obserwowano uszkodzeń membrany.

³ Uwagi: Przedstawione w rozdziale 6.2. wyniki bazują na eksperymentach opisanych szczegółowo w załączonej publikacji naukowej „Point field emission electron source with a magnetically focused electron beam” [145]



Rysunek 6.19. Obrazy SEM uszkodzeń membrany krzemowej po pracy wiązki elektronowej: a) przy $U_A=10$ kV, $I=600$ μ A; b) przy $U_A=15$ kV, $I=1$ mA.

6.3. Detekcja sygnałów z miniaturowego źródła rentgenowskiego

W celu kompleksowej charakterystyki opracowywanego mikroźródła rentgenowskiego MEMS niezbędne było opracowanie odpowiedniego systemu detekcji niskoenergetycznego promieniowania rentgenowskiego, o energii do 25 keV. Ponieważ standardowe detektory rentgenowskie są optymalizowane pod kątem wysokich napięć i prądów, ich czułość na miękkie promieniowanie jest niewystarczająca, a rozdzielczość przestrzenna ograniczona. Z kolei detektory półprzewodnikowe czy gazowe, choć pozwalają na wykonanie precyzyjnych pomiarów dawki, nie umożliwiają matrycowego obrazowania wiązki z wymaganą szybkością i elastycznością nastaw akwizycji. Dodatkowo matrycowe detektory półprzewodnikowe są stosunkowo drogie, co uniemożliwiło ich zastosowanie w badaniach przeprowadzonych w niniejszej pracy. Dlatego oprócz komercyjnie dostępnego spektrometru rentgenowskiego stosowanego do pomiaru widm, w niniejszej pracy zastosowano metodę konwersji promieniowania X na światło widzialne za pomocą luminoforów i scyntylatorów, które następnie rejestrowane jest przez matrycę CMOS/CCD – podejście łączące wysoką czułość w zakresie niskoenergetycznym z możliwością szybkiej regulacji parametrów pomiaru (tj. czasu ekspozycji, czułości ISO) oraz dobrym odwzorowaniem rozkładu przestrzennego wiązki. Opisany system detekcji stanowi element modułarny całego źródła MEMS, umożliwiający iteracyjne optymalizowanie konstrukcji elementów składowych oraz charakteryzacji kompletnego prototypu urządzenia.

Element detekcyjny – matryca SONY ILCE-7R – został wybrany ze względu na możliwość regulacji parametrów akwizycji (czasu ekspozycji, czułości ISO itp.) oraz relatywnie dobrą rozdzielczością obrazu (36,4 megapiksela). W odróżnieniu od typowych kamer rentgenowskich, tutaj możliwe jest dopasowanie nastaw do bardzo krótkich czasów pomiarów i małych natężeń promieniowania.

Podstawowymi wymaganiami stawianymi układowi detekcji były wysoka czułość na niskoenergetyczne promieniowanie (energia fotonów X około kilku–kilkunastu keV), dobra rozdzielczość przestrzenna (zdeteterminowana m.in. rozmiarem ziaren materiału luminescencyjnego) oraz krótki czas zaniku świecenia, co umożliwia szybkie powtórzenie pomiaru. W tym celu przebadano różne luminofory oraz scyntylatory, aby określić ich parametry konwersji promieniowania rentgenowskiego na światło widzialne.

Układ pomiarowy zbudowano przy użyciu skaningowego mikroskopu elektronowego SEM, służącego jako punktowe źródło elektronów z dobrze zdefiniowaną wiązką. Wiązka elektronów przyspieszana była do katody z cienką membraną krzemową, co generowało promieniowanie rentgenowskie o małej, kontrolowanej pracy mikroskopu energii. Pod membraną umieszczano próbkę

badanego luminoforu lub scyntylatora, natomiast widzialne światło emitowane przez ten materiał rejestrowała kamera SONY ILCE-7R. Układ pomiarowy umożliwił szybkie przeprowadzenie serii testów różnych luminoforów i scyntylatorów przy stałych, kontrolowanych warunkach operacyjnych. Dla usystematyzowania pomiarów przyjęto następujące etapy badawcze:

1. **Dobór materiału luminescencyjnego.** Rejestracja obrazów rozkładu wiązki rentgenowskiej z wykorzystaniem wybranych luminoforów i scyntylatorów. Pomiary wykonywano dla kilku typowych czasów ekspozycji (np. 0,1–10 s) oraz napięć przyspieszających (np. 2–18 kV). Celem było wskazanie materiałów o najsilniejszym sygnale świetlnym.
2. **Szczegółowa charakterystyka materiału.** Dokładniejsza analiza wybranego luminoforu (lub scyntylatora) poprzez wykonanie dużej serii pomiarów dla wielu napięć przyspieszających oraz czasów ekspozycji.

Na rynku dostępnych jest wiele rodzajów luminoforów i scyntylatorów rentgenowskich, dostarczanych przez różne firmy, o różnych formach i przeznaczonych do różnych zastosowań. Aby wybrać najlepszy materiał do opracowanego miniaturowego źródła promieniowania rentgenowskiego, zebrano i przebadano szeroką ich grupę. Wszystkie zostały wymienione w tabeli 6.5. Wyboru najodpowiedniejszego materiału dokonano na podstawie energii promieniowania, na którą reaguje, czasu zaniku luminescencji oraz dostępnej formy. Forma tych elementów powinna umożliwiać ich łatwą integrację z resztą źródła promieniowania rentgenowskiego.

Tabela 6.5. Parametry luminoforów i scyntylatorów.

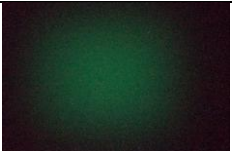
Luminofor, scyntylator	Maks. intensywność widmowa [nm]	Czas zaniku [μs]	Typ forma
Gd ₂ O ₂ S: Eu	627 (czerwony)	850	Luminofor w proszku
Gd ₂ O ₂ S: Pr	513 (zielony)	7	Luminofor w proszku
Gd ₂ O ₂ S: Tb	545 (zielony)	1 500	Luminofor w proszku
Luminofor z LRF_OS RAM (Ge)	(czerwony)	no data	Luminofor w proszku
Luminofor z LRF_POLAM (Ge)	(czerwony)	no data	Luminofor w proszku
(Zn, Cd)S:Ag	555 (czerwony)	1–100	Luminofor w proszku
Y ₂ O ₂ S:Tb	545 (niebieski)	1 500	Luminofor w proszku
ZnS:Ag	455 (niebieski)	80	Luminofor w proszku
Hamamatsu FOS J6679 [CsI (Tl)] scyntylator światłowodowy	(zielono-czerwony)	0.23	Scyntylator światłowodowy
Stintacor – luminescent film luminor ultra 5+	(zielony)	no data	Luminofor na folii

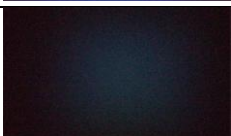
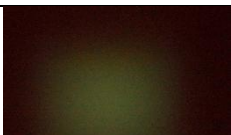
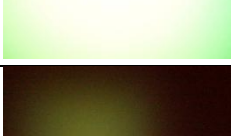
Folia fotoluminescencyjna z płyty fluorescencyjnej (SrAl ₂ O ₄ : Eu:Dy)	520 (zielony)	60 min to -luminance of 35 mcd/m ²	Luminofor na folii
Hamamatsu J8734-y020 [CsI (Tl)]	(zielono-czerwony)	0.23	Scyntylator

Rejestrowany obraz świetlny analizowano w skali szarości – przyjęto, że 0% odpowiada czarnemu pikselowi, 100% – białemu, a wartości pośrednie – proporcjonalnej jasności. Taki sposób kwantyfikacji sygnału pozwala porównać względne natężenie świecenia różnych materiałów.

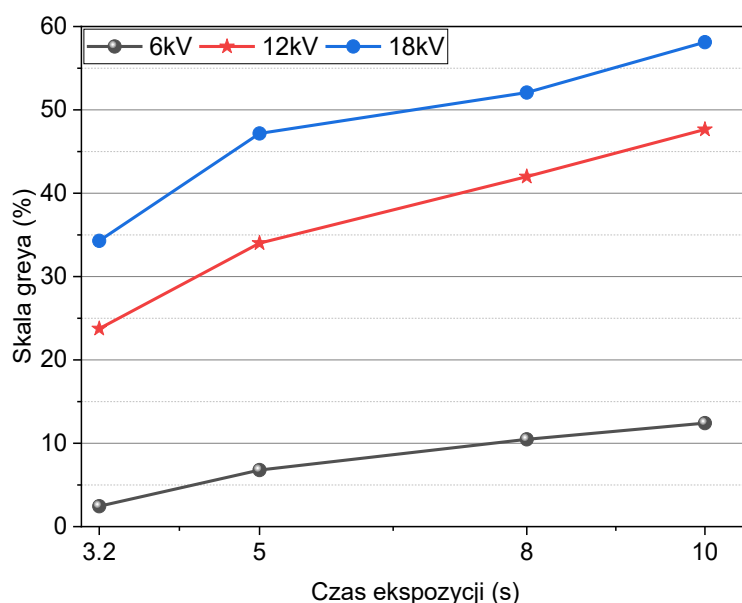
Analiza wyników wykazała, że najwyższą jasność optyczną wykazały próbki (Zn,Cd)S:Ag i Gd₂O₂S:Tb. Luminofor (Zn,Cd)S:Ag osiągał około 58% w skali szarości (przy U=18 kV, t=10 s), ustępując jedynie folii SrAl₂O₄:Eu,Dy (100%), lecz ta charakteryzuje się bardzo długim czasem zaniku, uniemożliwiającym szybkie pomiary [Tab. 6.6.]. Podobnie wysokie wyniki dała zielona folia Stintacor (~47%) oraz kryształ CsI(Tl) J8734-Y020 (~43%). Materiały o umiarkowanej wydajności świecenia (~20–40%) to m.in. ZnS:Ag (28%), Y₂O₂S:Tb (19%) i światłowodowy scyntylator FOS J6679 (35%). Natomiast luminofory germanowe z lamp fluorescencyjnych (LFR_OS RAM, LRF_POLAM) wykazały natężenia na poziomie szumów tła (<10%) i nie okazały się praktyczne. Podsumowując, biorąc pod uwagę zarówno intensywność emisji, jak i krótki czas zaniku, za najlepszy materiał konwersji promieniowania rentgenowskiego wybrano luminofor (Zn,Cd)S:Ag.

Tabela 6.6. Podsumowanie obrazów rentgenowskich plamki uzyskanych dla czasu naświetlania wynoszącego 10 s i napięcia wiązki elektronów wynoszącego 18 kV (membrana krzemowa o grubości - 15 μm).

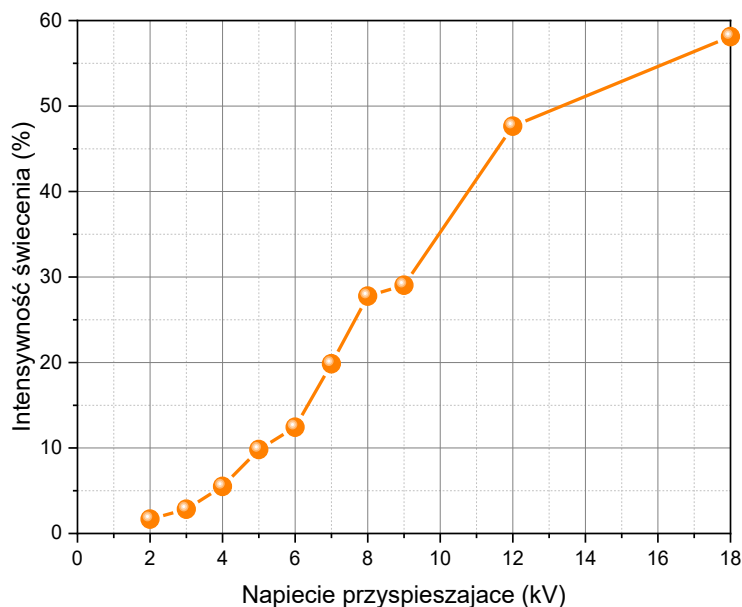
Luminofor/scyntylator	Obraz rentgenowski	Intensywność oświetlenia [%]
Gd ₂ O ₂ S: Eu		21.17
Gd ₂ O ₂ S:Pr		33.71
Gd ₂ O ₂ S:Tb		44.46
Luminophore from LRF_OS RAM (Ge)		8.62
Luminophore from LRF_POLAM (Ge)		7.29
(Zn, Cd)S:Ag		58.12

Y ₂ O ₂ S:Tb			39.44
ZnS:Ag			28.39
FOS J6679 [CsI (Tl)] fibre optic scintillator			35
Stintacor –luminescent film luminor ultra 5+			47.25
Photoluminescent foil from a fluorescent board (SrAl ₂ O ₄ :Eu:Dy)			100
J8734-y020 [CsI (Tl)]			43.4

Wybrany luminofor poddano szczegółowej charakteryzacji. Intensywność emitowanego przez niego światła rosła niemal liniowo wraz z czasem ekspozycji [Rys. 6.20], natomiast zależność od napięcia przyspieszającego wiązkę była nieliniowa [Rys. 6.21]. Przy bardzo niskich napięciach (<6 kV) sygnał był praktycznie niewidoczny, nawet przy długim czasie akwizycji; dla uzyskania mocnego sygnału konieczne było przekroczenie progu około 10 kV. Wraz ze wzrostem napięcia do 10–12 kV maksymalna wartość sygnału wyraźnie rośnie, jednak tempo wzrostu maleje dla jeszcze większych napięć.



Rysunek 6.20. Maksymalne wartości intensywności świecenia przy użyciu luminoforu (Zn, Cd)S:Ag, przy różnych czasach ekspozycji.



Rysunek 6.21. Maksymalne wartości intensywności świecenia przy użyciu luminoforu (Zn, Cd)S:Ag, przy różnych napięciach przyspieszających wiązkę elektronów oraz czasie ekspozycji równym 10s.

Zastosowany system detekcji umożliwia skuteczną rejestrację promieniowania rentgenowskiego generowanego przez miniaturowe źródło MEMS w analizowanym zakresie energii. Uzyskane wyniki potwierdzają możliwość jednoznacznej detekcji sygnału oraz wizualizacji rozkładu wiązki z rozdzielczością adekwatną do przyjętych założeń eksperymentalnych.⁴

Charakterystyka układu detekcyjnego, wynikająca m.in. z właściwości zastosowanego luminoforu oraz parametrów akwizycji, wpływa na szczegóły odwzorowania obrazu, jednak nie ogranicza funkcjonalności systemu w kontekście prowadzonych badań. W szczególności, osiągnięte parametry detekcji są w pełni wystarczające do oceny działania źródła oraz jego dalszej optymalizacji, co potwierdza praktyczną przydatność zaprojektowanego rozwiązania.

6.4. Target transmisyjny

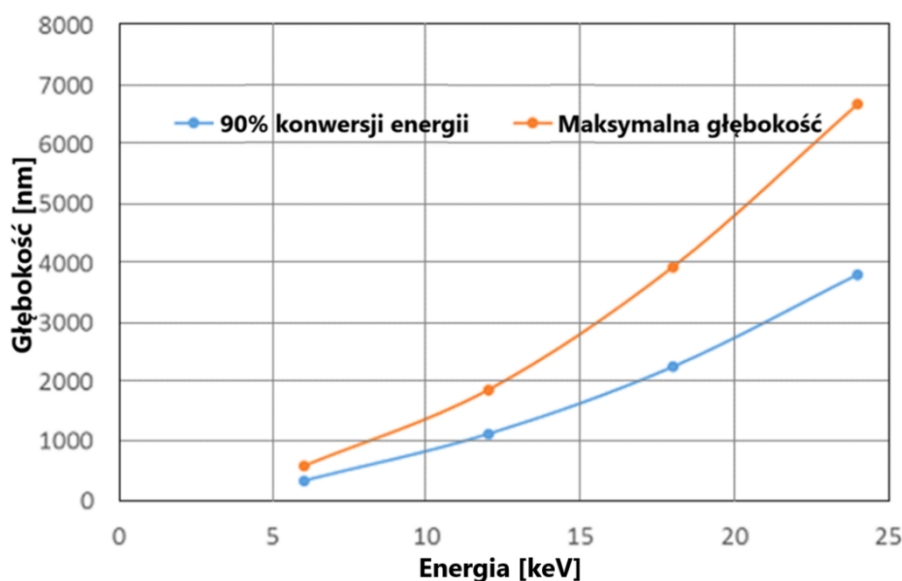
W kontekście miniaturowego źródła rentgenowskiego MEMS zastosowanie targetu transmisyjnego jest rozwiązaniem konstrukcyjnie uzasadnionym, dlatego postanowiono odejść od klasycznej geometrii refleksyjnej stosowanej w lampach RTG. W źródle refleksyjnym elektron uderza w pochyłą tarczę, a promieniowanie X opuszcza układ przez boczne okienko. Takie rozwiązanie sprawdza się przy dużej mocy i dużych gabarytach, ale nie pasuje do niewielkich struktur MEMS (krzem-szkło) – wymagałoby to skomplikowanej konstrukcji i układu chłodzenia. Z tego powodu zaproponowano tryb transmisyjny: wiązka elektronów pada na membranę wykonaną z krzemu, która może być pokryta cienką warstwą metalu, a wygenerowane promieniowanie rentgenowskie wychodzi przez target transmisyjny. Rozwiązanie to eliminuje potrzebę pochylania tarczy i pozwala zachować prostą, płaską geometrię układu.

Za materiał bazowy targetu wybrano krzem, głównie ze względów technologicznych. Krzem jest standardowym materiałem stosowanym w technologii MEMS, co umożliwia wykonanie cienkich okien membranowych o kontrolowanej grubości metodami litografii i trawienia w KOH. Dodatkowo krzemowa membrana integruje się dobrze z pozostałymi elementami. Jednak krzem ma stosunkowo niską liczbę atomową ($Z=14$), co w efekcie sprawia, że generuje mniej intensywne promieniowanie niż cięższe metale. Zaproponowanym w pracy rozwiązaniem poprawiającym intensywność

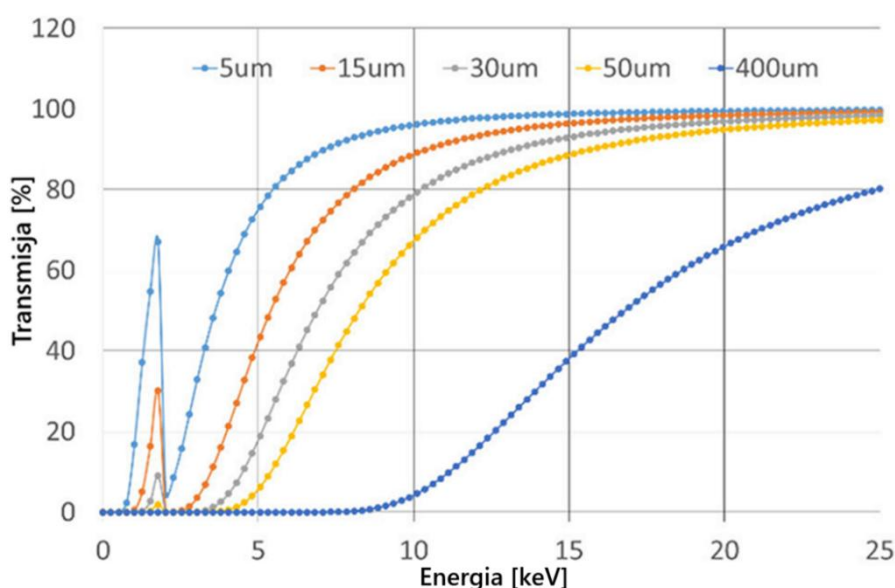
⁴ Uwagi: Przedstawione w rozdziale 6.3. wyniki bazują na eksperymentach opisanych szczegółowo w załączonej publikacji naukowej „Detection system for a miniature MEMS X-ray source” [146]

generowanego promieniowania jest pokrycie krzemu cienką warstwą metalizacji. W przypadku targetów transmisyjnych kluczowym parametrem jest jego grubość oraz w rozpatrywanym przypadku grubość warstwy metalizacji: zbyt cienka nie zapewnia pełnego zaabsorbowania energii elektronów, natomiast zbyt gruba wytlumi znaczną część powstałego promieniowania.

W celu wyznaczenia optymalnej grubości targetu wykonano symulacje Monte Carlo. Wykazały one, że przy energiach elektronów do 25 keV wszystkie elektrony tracą energię już w pierwszych $\sim 7 \mu\text{m}$ krzemowej warstwy, a 90% promieniowania rentgenowskiego powstaje w pierwszych $4 \mu\text{m}$ materiału [Rys. 6.22]. Oznacza to, że sama membrana nie musi być bardzo gruba, by zapewnić wyhamowanie elektronów, jednak grubsza membrana zapewnia większą wytrzymałość mechaniczną oraz termiczną. Z drugiej strony, zbyt gruba membrana pogarsza transmisję promieniowania – symulacje pokazały, że do $\sim 30 \mu\text{m}$ grubości tłumienie sygnału jest nieistotne dla energii powyżej kilku keV, ale znacznie rośnie dla mniejszych energii [Rys. 6.23]. W praktyce przyjęto rozwiązanie pośrednie – membranę o grubości około $15 \mu\text{m}$.

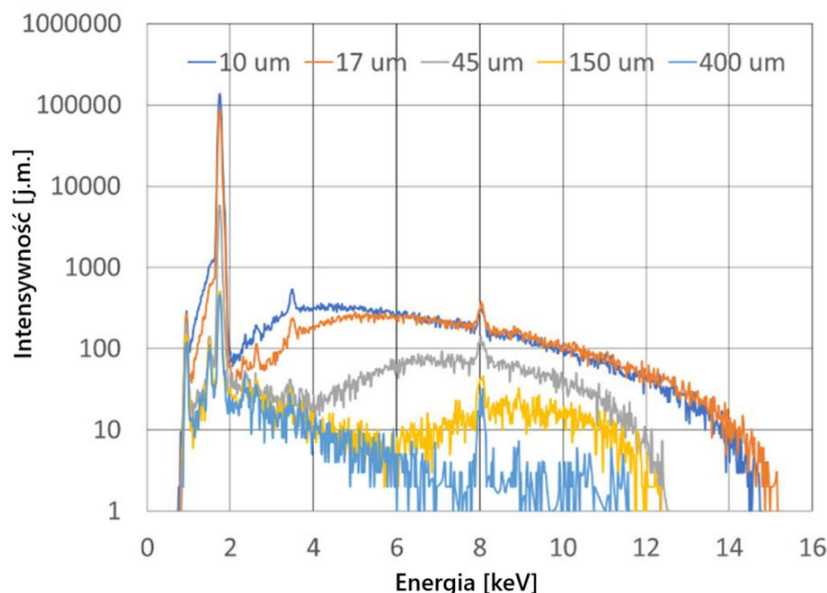


Rysunek 6.22. Wyniki symulacji głębokości penetracji elektronów przy użyciu oprogramowania CASINO.



Rysunek 6.23. Transmisyjność promieniowania rentgenowskiego przez membranę.

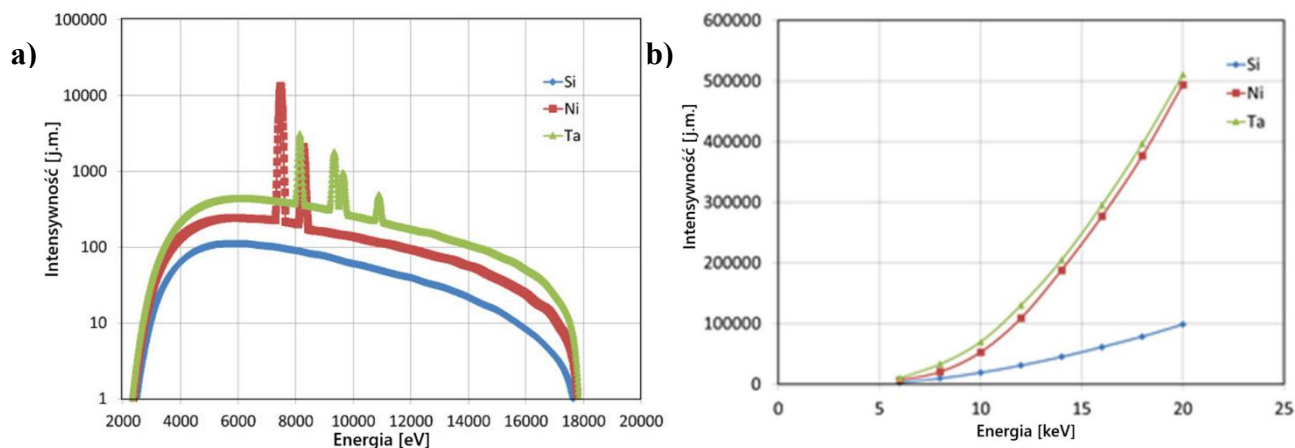
Pomiary eksperymentalne potwierdziły, że im cieńsza membrana (w przedziale 10–400 μm), tym większa intensywność sygnału mierzonego na detektorze. Niemniej membrana o grubości 17 μm zapewniała wspomnianą niezbędną wytrzymałość mechaniczną i termiczną – nie zaobserwowano jej uszkodzeń nawet przy prądach 300 μA i napięciu 25 keV. Tak przygotowany target krzemowy generuje promieniowanie o dominującym pikie 1,74 keV, ale relatywnie słabym widmie hamowania (Rys. 6.24).



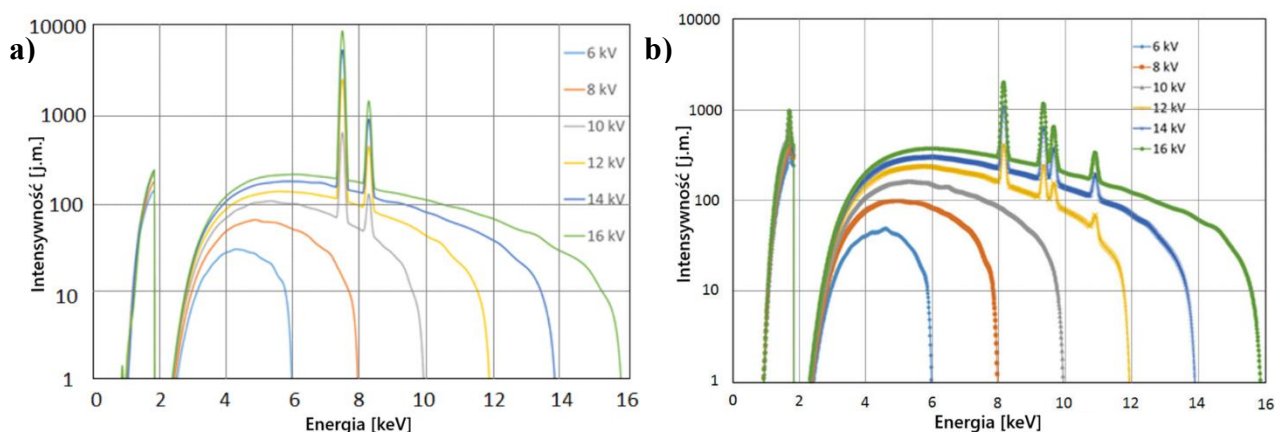
Rysunek 6.24. Spektra emisyjne dla różnych grubości membrany targetu krzemowego.

Aby poprawić intensywność promieniowania, membranę krzemową pokryto cienkimi warstwami metalu. Dobór metali (Mo, Ag, Pd, Rh, Au, Cu, Ta) oparto na analizie położenia ich linii charakterystycznych względem zakresu <25 keV oraz aspektów technologicznych. Metale z IV okresu (Cr–Cu) mają linie K w paśmie 4–9 keV, co pokrywa się z maksymalną efektywnością ciągłego widma przy niskich napięciach. Metale V okresu (Mo, Ag, Pd, Rh) mają linie K powyżej 20 keV oraz linie L dla kilku keV, natomiast metale ciężkie VI okresu (Au, Ta) mają główne linie K poza zakresem <25 keV i linie L w okolicy 8–10 keV. Linie K są znacznie silniejsze niż linie L, a mniejsze energie linii charakterystycznych zwykle oznaczają wyższą wartość piku w widmie. Analiza teoretyczna i symulacje wskazały, że dla źródła rentgenowskiego o niskim napięciu przyspieszającym najlepszym wyborem są metale IV - VI okresu między 5 a 11 grupą. W dalszych eksperymentach skoncentrowałem się na niklu (Ni) i tantalu (Ta), biorąc pod uwagę zarówno masę atomową, położenie linii (7,2–8 keV dla Ni K, ~ 8 keV dla Ta L), jak i właściwości materiałowe (adhezja do krzemu, odporność na utlenianie, dostępność).

Symulacje Monte Carlo wykazały, że pokrycie Ni lub Ta zwiększa łączną intensywność emitowanego promieniowania nawet 4–5-krotnie w porównaniu do samej krzemowej membrany [Rys. 6.25]. Pokrycie materiałami o większej liczbie atomowej (np. Ta) generuje więcej promieniowania hamowania (BS), podczas gdy lżejszy metal (Ni) daje mocniejsze linie K. Dla przykładu, symulacje pokazują, że przy napięciu ~ 10 kV wyraźnie widoczne są obie linie K Ni, podczas gdy dla Ta potrzebne jest około 12 kV, a emitowane przez nią linie L są znacznie słabsze [Rys. 6.26].



Rysunek 6.25. Symulacje Monte Carlo emisji promieniowania rentgenowskiego z krzemu, niklu i tantalu: a) spektra b) intensywności emisji.

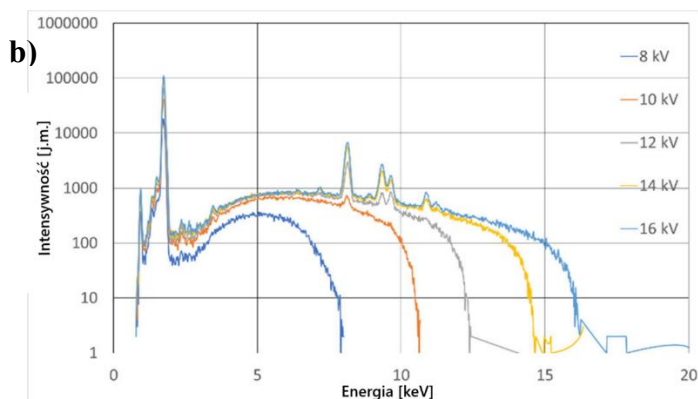
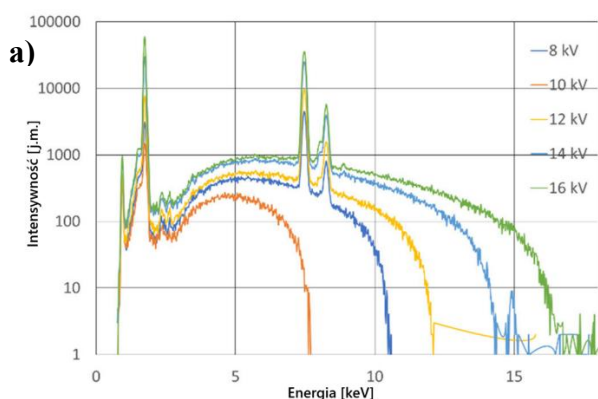


Rysunek 6.26. Wyniki symulacji wpływu napięcia przyspieszenia na emisję promieniowania: a) widma dla niklu, b) widma dla tantalu.

Eksperymenty potwierdziły te wyniki. Pomiar widm X z pokrytych targetów wykazał, że obie powłoki (Ni i Ta) znacznie zwiększają jasność wiązki: np. na scyntylicatorze zauważalnie silniejsze są sygnały z Ni/Si i Ta/Si niż z czystego Si [Tab. 6.7]. Również wymagane napięcie do uzyskania zauważalnego sygnału spadło o 2–4 kV dzięki pokryciu metalem. W otrzymanych widmach dla Ni/Si dominują linie charakterystyczne niklu (7,30 i 8,09 keV) oraz jedynie bardzo słaba linia Si (1,72 keV), natomiast sygnał hamowania pozostaje stosunkowo niewielki [Rys. 6.27.a]. W widmach promieniowania uzyskanego przy pomocy targetu Ta/Si widoczne są mniej intensywne charakterystyczne linie emisyjne tantalu oraz większy nieznacznie większy udział sygnału promieniowania hamowania [Rys. 6.27.b]. Podsumowując, pokryte warstwy Ni lub Ta dają 2–5-krotnie większy sygnał i pozwalają pracować przy niższych napięciach niż czysta membrana krzemowa.

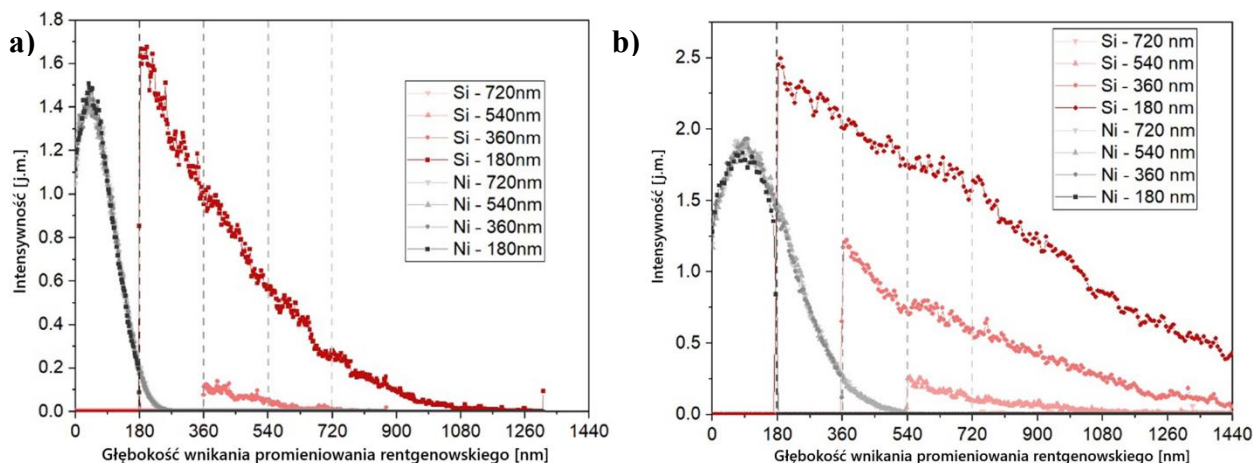
Tabela 6.7. Luminofor oświetlony promieniowaniem rentgenowskim pochodzącym z tarcz krzemowej, niklowej oraz tantalowej.

Energia	Si	Ni	Ta
6 keV			
8 keV			
10 keV			
12 keV			
14 keV			
16 keV			

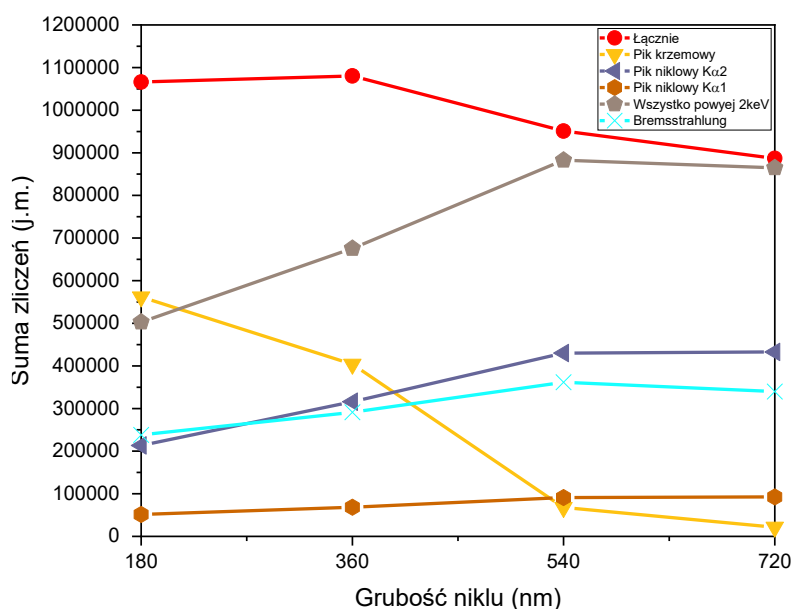


Rysunek 6.27. Wyniki pomiaru widma promieniowania dla różnych napięć przyspieszających, generowanych z targetów: a) niklowego, b) tantalowego.

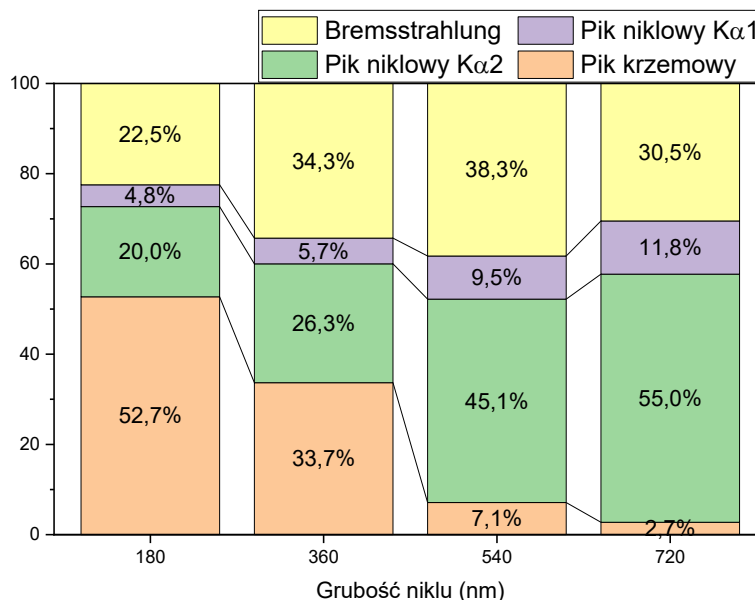
Zmiana grubości warstwy metalicznej na membranie krzemowej również istotnie wpływa na charakter wiązki. Symulacje zależności penetracji wiązki w dwuwarstwie Si–Ni pokazują, że przy 12 keV większość emisji powstaje w Ni do ~240 nm grubości, a przy 16 keV – do ~540 nm [Rys. 6.28]. Zbyt cienka warstwa metaliczna nie zapewnia pełnego wykorzystania energii elektronów (część z nich przebija się do krzemu), natomiast zbyt gruba powoduje zwiększoną samoabsorpcję generowanego promieniowania. Analiza tłumienia promieniowania w niklu potwierdza, że Ni silnie blokuje fotony <6 keV, podczas gdy w paśmie linii $K\alpha$ (7–8 keV) transmisja przekracza 97%. W efekcie, rosnąca grubość Ni zmniejsza udział promieniowania ciągłego (BS) przy niemal niezmiennych liniach charakterystycznych, co zwiększa monochromatyczność wiązki. W pomiarach najbardziej monoenergetyczny sygnał osiągnięto przy ~540 nm Ni – dodatkowe pogrubianie (720 nm) dawało już tylko niewielki spadek Bremsstrahlung i energii całkowitej [Rys. 6.29]. Przy tych optymalnych grubościach udział energii skupionej w pojedynczej linii Ni $K\alpha$ przekraczał 40–50%, co oznacza wiązkę zbliżoną do monochromatycznej [Rys. 6.30].



Rysunek 6.28. Symulacje intensywności promieniowania rentgenowskiego w zależności od głębokości penetracji elektronów dla różnych grubości warstwy niklu przy energii elektronów wynoszącej: a) 12 keV; b) 16 keV.



Rysunek 6.29. Różnica w intensywności składowych widma promieniowania w zależności od zastosowania różnych grubości metalizacji na membranie krzemowej o grubości 15 μm , dla energii 16 keV.



Rysunek 6.30. Procentowy skład widma promieniowania uzyskanego przy użyciu targetów o różnej grubości metalizacji niklowej, dla energii 16 keV

Na etapie realizacji targetu uwzględniono także ograniczenia technologiczne. Ważna jest dobra adhezja metalu do podłoża: nikiel i tantal wykazują korzystną adhezję, ale w razie potrzeby stosuje się cienkie warstwy pośrednie (np. Cr) poprawiające wiązanie. Chropowatość powierzchni metalicznej warstwy ma wpływ na rozpraszanie elektronów; w praktyce ogranicza się ją poprzez staranne przygotowanie podłoża i kontrolowane parametry osadzania cienkiego filmu (np. rozpylanie magnetronowe z optymalizowanym ciśnieniem argonu i mocą). Ze względu na dużą różnicę współczynników rozszerzalności cieplnej metalu i krzemu oraz nagrzewanie podłoża wywołane wysoką gęstością prądu wyładowania w procesie magnetronowym, konieczne jest ograniczanie prądu (typowo do wartości odpowiadających gęstości mocy 5–20 W/cm²), aby uniknąć nadmiernych naprężeń termicznych i delaminacji warstwy. Ponadto metale muszą wykazywać niską skłonność do utleniania – stosuje się więc ultraczyste źródła niklu (99,99%).

Podsumowując, przeprowadzone badania dowodzą, że transmisyjny target z membraną krzemową o grubości ~15 μ m jest efektywny dla mikroźródła rentgenowskiego pracującego przy energii <25 keV. Pokrycie jej niklem (lub innym metalem o „średniej” masie) znacząco zwiększa intensywność i pozwala uzyskać względnie monochromatyczną wiązkę z dominującą linią charakterystyczną (przykładowo ponad 50% energii w paśmie 7,2 keV dla struktury Ni/Si). W przypadku zastosowania tantalu, ze względu na jego wyższą liczbę atomową, obserwuje się odmienną charakterystykę generowanego promieniowania, z przesunięciem widma w kierunku wyższych energii oraz większym udziałem promieniowania hamowania. Takie rozwiązanie może być korzystne w zastosowaniach wymagających szerszego widma lub wyższych energii fotonów. Badania Monte Carlo i pomiary eksperymentalne zgodnie wskazują, że grubość membrany i metalicznej powłoki może być zoptymalizowana tak, by pochłaniać dolne pasmo, ale jednocześnie nie blokować linii charakterystycznych.⁵

⁵ Uwagi: Przedstawione w rozdziale 6.4. wyniki bazują na eksperymentach opisanych szczegółowo w załączonych publikacjach naukowych „Transmission Target for a MEMS X-Ray Source” [92] oraz „Optimization of the Transmission X-Ray Target Toward Obtaining Monochromatic Radiation”[93]

6.5. Połączenie elementów, zapewnienie i utrzymanie próżni

Wysoka i długotrwanie stabilna w czasie próżnia stanowi jeden z kluczowych warunków poprawnego działania miniaturowego źródła promieniowania rentgenowskiego wykonanego w technologii MEMS. W szczególności, obecność wysokiej próżni (typowo $<10^{-5}$ hPa) jest niezbędną dla prawidłowego działania emitera elektronowego pracującego w trybie emisji polowej. Zbyt wysokie ciśnienie prowadzi do jonizacji gazów resztkowych, co nie tylko zwiększa liczbę zderzeń elektronów z cząsteczkami gazu i destabilizuje ogniskowanie wiązki, ale również może skutkować powstawaniem niepożądanych wyładowań, uszkodzeniami struktury i skróceniem jej żywotności. Dodatkowo, nawet śladowe ilości cząsteczek gazu (np. pary wodnej, tlenu, wodoru) mogą powodować chemiczną degradację materiałów emitera, obniżać efektywność konwersji elektronów na promieniowanie X oraz prowadzić do zanieczyszczenia targetu.

W klasycznych lampach rentgenowskich wysoka próżnia jest uzyskiwana na etapie wytwarzania i hermetyzacji oraz podtrzymywana dzięki szczelnej konstrukcji i zastosowaniu getterów. W zminiaturyzowanym układzie MEMS również muszą zostać zapewnione warunki wysokiej próżni, a komora musi być szczelnie zamknięta w procesie hermetyzacji. Wszelkie elementy odpowiedzialne za generację i stabilizację próżni muszą być w pełni zintegrowane w strukturze źródła. Z uwagi na niewielką objętość roboczą ($\sim 0,16 \text{ cm}^3$), nawet śladowe ilości związków gazowych obecnych w chwili zamknięcia struktury – bądź generowanych w trakcie pracy urządzenia (np. w wyniku desorpcji stymulowanej elektronami) – mogą prowadzić do istotnej degradacji parametrów próżniowych w krótkim czasie. Dlatego też zapewnienie oraz długoterminowe utrzymanie wysokiej próżni w zamkniętej mikrostrukturze wymaga zastosowania zaawansowanych rozwiązań technologicznych – zarówno w zakresie samego procesu zamykania komory (np. anodowego bondingu próżniowego), jak i integracji zminiaturyzowanej pompy jonowo-sorpcyjnej.

6.5.1. Bonding anodowy i zapewnienie wstępnej próżni

Po wykonaniu wszystkich elementów źródła rentgenowskiego MEMS konieczne było ich trwałe i hermetyczne połączenie, tak aby powstała zamknięta komora umożliwiająca wytworzenie oraz utrzymanie wysokiej próżni. Do łączenia warstw krzem-szkło zastosowano proces bondingu anodowego. Podczas bondingu anodowego dwie płaskie i czyste powierzchnie (krzemowa i szklana) są dociśnięte do siebie, podgrzane do temperatury około 450°C oraz poddane działaniu napięcia rzędu 300–2500 V. W takiej temperaturze kationy sodu (Na^+) w szkłe migrują w kierunku elektrody przyłożonej do warstwy szklanej, pozostawiając przy granicy z krzemem warstwę bogatą w aniony tlenkowe (O^{2-}). Powstający w ten sposób ładunek ujemny silnie przyciąga krzemową powierzchnię, a atomy tlenu i krzemu tworzą wiązania Si–O–Si, prowadząc do trwałego, niemal nieodwracalnego zespolenia obu materiałów. Po schłodzeniu powstałe złącze charakteryzuje się wysoką wytrzymałością mechaniczną i szczelnością gazową.

Zgodnie ze schematem przedstawionym na rys. 6.1 połączono 10 elementów składowych w jeden układ. Połączeń dokonano w warunkach atmosferycznych. Jedynie ostatnie uszczelniające połączenie przeprowadzono w warunkach próżniowych ($\leq 10^{-5}$ hPa), w celu zapewnienia wstępnej próżni wewnątrz struktury.

W trakcie procesu zaobserwowano istotne trudności związane z osiągnięciem szczelnych połączeń elementów podczas bondingu anodowego w warunkach obniżonego ciśnienia. Zaobserwowano, że prądy jonowe podczas bondingu anodowego były znacznie mniejsze niż podczas procesu w atmosferze. Powodowało to niepełną migracją jonów, co skutkowało nieszczelnościami w niektórych egzemplarzach. Założono, że powodem tego zjawiska może być nieosiągnięcie przez łączone elementy wymaganej temperatury procesowej.

W celu weryfikacji tej hipotezy oraz rozwiązania tego problemu przeprowadzono eksperymenty z zastosowaniem kamery termowizyjnej. Wykazały one, że obniżenie ciśnienia w komorze powoduje silny spadek temperatury łączonych elementów względem płyty grzewczej. Zjawisko to wynika z dwóch głównych czynników. Po pierwsze, podczas procesu odpompowywania gazu następuje ochłodzenie elementów związane z rozprężaniem i usuwaniem gazu z otoczenia struktury. Po drugie, wraz ze spadkiem ciśnienia istotnie ograniczony zostaje mechanizm transportu ciepła przez gaz (konwekcja oraz przewodzenie ciepła przez gaz). Dla ciśnienia ~ 1 hPa efektywność tego mechanizmu spada już do zaledwie kilku procent. W rezultacie przekazywanie ciepła do struktury odbywa się głównie w wyniku przewodzenia przez ciała stałe oraz promieniowania, co znacząco utrudnia dogrzanie łączonych elementów do temperatury procesu. Pomimo zadanej temperatury płyty grzewczej wynoszącej około 450°C , elementy krzemowe i szklane osiągały jedynie około $250\text{--}300^{\circ}\text{C}$. Tak obniżona temperatura prowadzi do istotnego spadku przewodności jonowej szkła, co skutkuje niskimi prądami bondingu i zwiększonym ryzykiem powstawania nieszczelności.

Aby poprawić skuteczność anodowego bondingu próżniowego, zaproponowano kilka modyfikacji procesu, m.in.:

- poprawę przewodnictwa cieplnego poprzez doskonalenie dopasowania powierzchni (np. bardzo precyzyjne wypolerowanie płyty grzewczej),
- redukcję strat promieniowania termicznego (np. przez dodatkowy grzejnik umieszczony nad łączonym układem lub zastosowanie reflektorów odbijających promieniowanie IR z powrotem do struktury),
- zastosowanie górnej elektrody o dużej pojemności cieplnej, uprzednio nagrzewanej do temperatury roboczej. Takie rozwiązanie pozwalało utrzymać wyższą temperaturę połączonych elementów podczas łączenia, poprawiając jakość złącza.

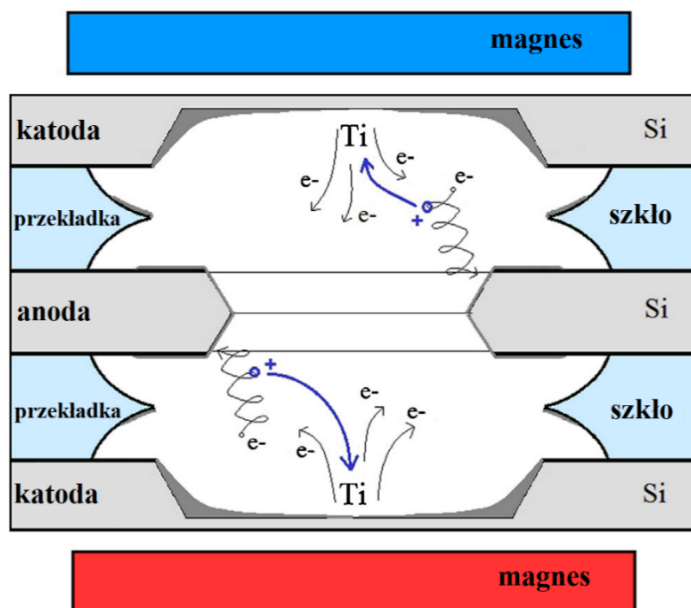
Dzięki ostatniej zmianie (użyciu ciężkiej elektrody nagrzanej do ok. 450°C) wskaźnik powodzenia bondingu w próżni wzrósł z około 25% do około 75%. Realizacja tego zabiegu znacząco zwiększyła skuteczność łączenia elementów w warunkach próżniowych.

6.5.2. Zintegrowana mikropompa jonowo-sorpcyjna

Zgodnie z doniesieniami literaturowymi oraz doświadczeniami zespołu sam bonding próżniowy, choćby przeprowadzony w ultrawysokiej próżni, zapewnia co najwyżej próżnię średnią (10^{-3} hPa) we wnętrzu MEMS-a. Ze względu na konieczność utrzymania wysokiej próżni w hermetycznie zamkniętej mikrokomorze źródła rentgenowskiego MEMS zdecydowano się na dodanie do niego mikropompy próżniowej MEMS. Mikropompa taka została opracowana w Katedrze Mikrosystemów Politechniki Wrocławskiej przeszło 10 lat temu. Jest to pompa jonowo-sorpcyjna, która pozwala na uzyskanie ciśnienia na poziomie przynajmniej 10^{-7} hPa. Rozwiązanie to wykonane jest w pełni w krzemie i szkle co zapewnia pełną kompatybilność technologiczną [144]. Mikropompa jonowo-sorpcyjna MEMS, umożliwia zarówno bieżące usuwanie gazów reszkowych, jak i monitorowanie stanu próżni poprzez analizę parametrów jej pracy. Dzięki temu struktura zachowuje wymagane warunki pracy w długich okresach eksploatacji, mimo ograniczonej objętości i braku zewnętrznych systemów podtrzymujących próżnię.

Konstrukcja mikropompy obejmuje trzy cienkie płytki krzemowe, odizolowane od siebie szklanymi dystansowaniami [Rys. 6.31]. Zewnętrzne elektrody (dwie katody) i środkowa anoda mająca otwór po połączeniu tworzą mikrokomorę. Poszczególne elementy układu łączone są metodą bondingu anodowego zapewniając hermetyczność całej struktury. Na zewnątrz struktury po obu stronach katod umieszczone są magnesy neodymowe zapewniające pole magnetyczne wymagane do wirowego ruchu elektronów. Pompa została zintegrowana ze źródłem rentgenowskim MEMS poprzez wspólną dal obu struktur dwuwarstwę krzemu i szkła. W warstwie szklanej wykonano

mikrokanal uszczelniony warstwą krzemową, łączący obie komory, co umożliwia migrację gazów resztkowych z obszaru źródła do komory mikropompy.



Rysunek 6.31. Schematyczna budowa i zasada działania jarzeniowej mikropompy jonowo-sorbcyjnej (na podstawie [144]).

Mechanizm działania pompy bazuje na wyładowaniu jarzeniowym. Proces inicjowany jest przez niewielką liczbę elektronów pierwotnych, pochodzących m.in. z emisji z powierzchni elektrod lub jonizacji wywołanej promieniowaniem tła. Elektrony te, przyspieszane w polu elektrycznym pomiędzy elektrodami, zderzają się z atomami gazu resztkowego, prowadząc do ich jonizacji. W wyniku tych zderzeń powstają kolejne elektrony oraz jony dodatnie, co prowadzi do rozwoju lawinowego procesu jonizacji. W obecności prostopadłego pola magnetycznego ruch elektronów ulega zakrzywieniu – poruszają się one po spiralnych trajektoriach, których promień określony jest przez promień Larmora. Wydłużenie drogi swobodnej elektronów zwiększa prawdopodobieństwo kolejnych zderzeń jonizujących, co podtrzymuje wyładowanie.

Powstałe dodatnie jony są przyspieszane w kierunku ujemnie spolaryzowanych katod i bombardują ich powierzchnię z wysoką energią kinetyczną. Zderzenia te powodują zarówno wnikanie części jonów w strukturę materiału katody, jak i rozpylanie (sputtering) atomów z jej powierzchni. Rozpylony materiał katody sorbuje gazy, a następnie, osadza się na wewnętrznych powierzchniach komory.

W rezultacie usuwanie gazu zachodzi równocześnie poprzez kilka mechanizmów: chemisorpcję na rozpylonym materiale, implantację jonów w katodzie oraz ich neutralizację i uwięzienie w strukturze materiału. Sumaryczny efekt tych procesów prowadzi do stopniowego obniżania ciśnienia w zamkniętej mikrokomorze i umożliwia długotrwałe utrzymanie warunków wysokiej próżni nawet w strukturach o bardzo małej objętości.

Standardowo w tego typu pompach jako materiały sorpcyjne stosuje się cienkie powłoki tytanu lub cyrkonu na powierzchniach katod. W proponowanej konstrukcji wykorzystano jednak niepokryte elektrody krzemowe, co upraszcza proces produkcji. Uzyskiwany przez pompę poziom próżni wewnątrz zamkniętej mikrokomorzy sięga rzędu 10^{-8} hPa, co jest wystarczające dla poprawnej pracy źródła rentgenowskiego. Dzięki wyeliminowaniu zewnętrznych systemów pompowania możliwe jest samoczynne utrzymanie warunków próżniowych w hermetycznie zamkniętej strukturze.

Pompa jest szczególnie efektywna dla gazów o dużej skłonności do reakcji chemicznych lub adsorpcji na powierzchni materiału katod – takich jak tlen (O_2), para wodna (H_2O), dwutlenek węgla

(CO₂) czy węglowodory. Możliwe jest również pompowanie gazów szlachetnych takich jak argon czy hel. Trudności pojawiają się w przypadku wodoru (H₂), który ze względu na małą masę cząsteczkową, wysoką przenikalność i niską podatność na wiązanie chemiczne jest znacznie trudniejszy do skutecznego usunięcia z wnętrza mikrokomory. Pomimo tego ograniczenia, zaprezentowana konstrukcja stanowi skuteczne, w pełni zintegrowane rozwiązanie do długotrwałego utrzymania wysokiej próżni w zamkniętych strukturach mikroelektronicznych, z tego względu została zastosowana w konstrukcji miniaturowego źródła rentgenowskiego MEMS.

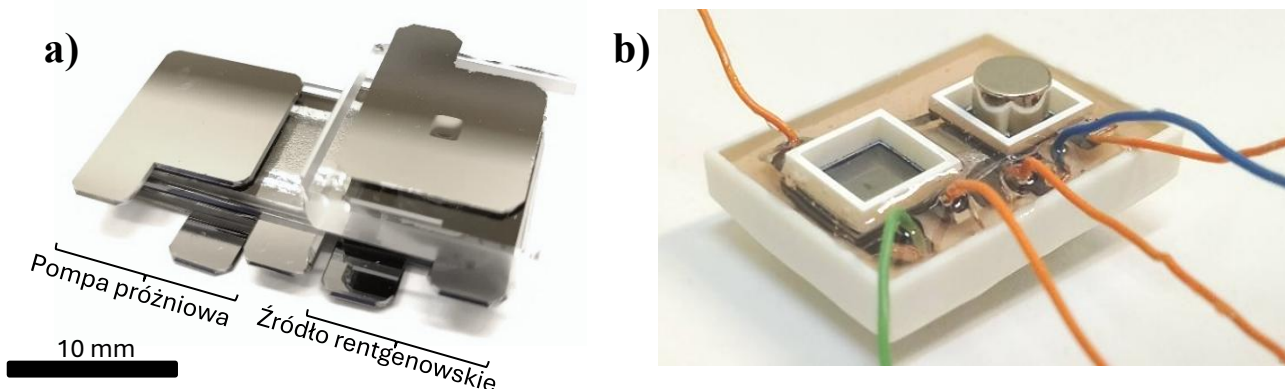
6.6. Kompletnie źródło rentgenowskie MEMS

Opracowane elementy składowe źródła rentgenowskiego MEMS zostały połączone metodą bondingu anodowego w szczelną próżniowo strukturę [Rys. 6.32.a]. Konstrukcja urządzenia obejmuje:

- katodę polową z nanokompozytu CNT-PVP,
- kolumnę elektrono-optyczną z ogniskowaniem elektrostatycznym i magnetycznym,
- target transmisyjny wykonany w postaci membrany krzemowej oraz
- zintegrowaną mikropompę jonowo-sorpcyjną zapewniającą utrzymanie warunków wysokiej próżni.

Cała struktura ma wymiary około **30 × 15 × 10 mm**, co odpowiada objętości rzędu kilku centymetrów sześciennych. Masa samego chipu wynosi około **3,7 g**, natomiast po dołączeniu zewnętrznych magnesów neodymowych całkowita masa urządzenia wzrasta do około **7 g**.

Wykonana struktura krzemowo-szklana została zabezpieczona przed zewnętrznymi przebiciami między elektrodami poprzez zalanie żywicą epoksydową AG Termopasty 141. Gotowa struktura została zintegrowana z połączeniami elektrycznymi umożliwiającymi jej zasilanie oraz magnesami neodymowymi wymaganymi do poprawnej pracy źródła i pompy [Rys. 6.32.b].



Rysunek 6.32. Struktura źródła rentgenowskiego MEMS: a) przed b) po zabezpieczeniu przed przebiciami zewnętrznymi.

Rozdział 7. Charakteryzacja źródła

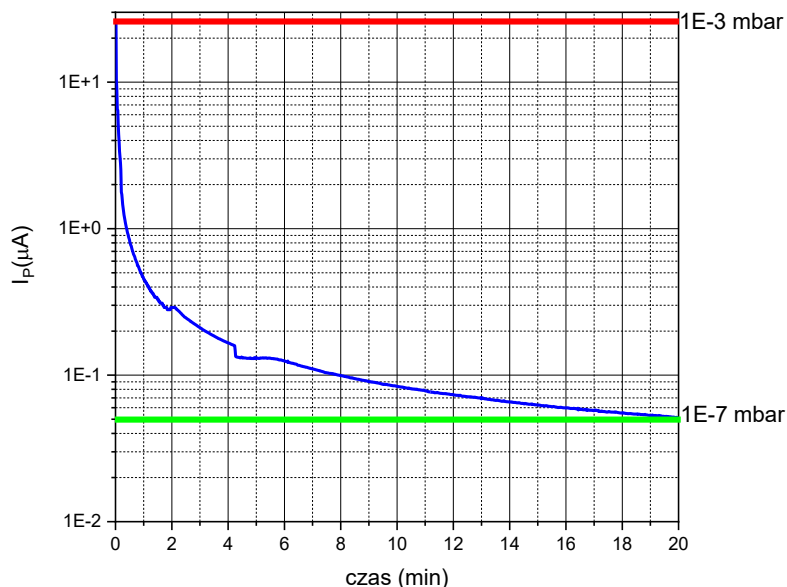
Zintegrowane źródło promieniowania rentgenowskiego wykonane w technologii MEMS zostało poddane szczegółowej ocenie parametrów technicznych i funkcjonalnych w kontekście pracy w warunkach próżni, stabilności emisji elektronów, efektywności transmisji wiązki oraz generacji promieniowania X. Konieczność ponownej, szczegółowej charakteryzacji wynikała także z faktu, że pomiary realizowano tym razem w zamkniętej mikroobjętości zintegrowanej struktury MEMS, a nie, — jak w poprzednim etapie — w wielkogabarytowej komorze próżniowej.

7.1. Charakteryzacja warunków próżniowych

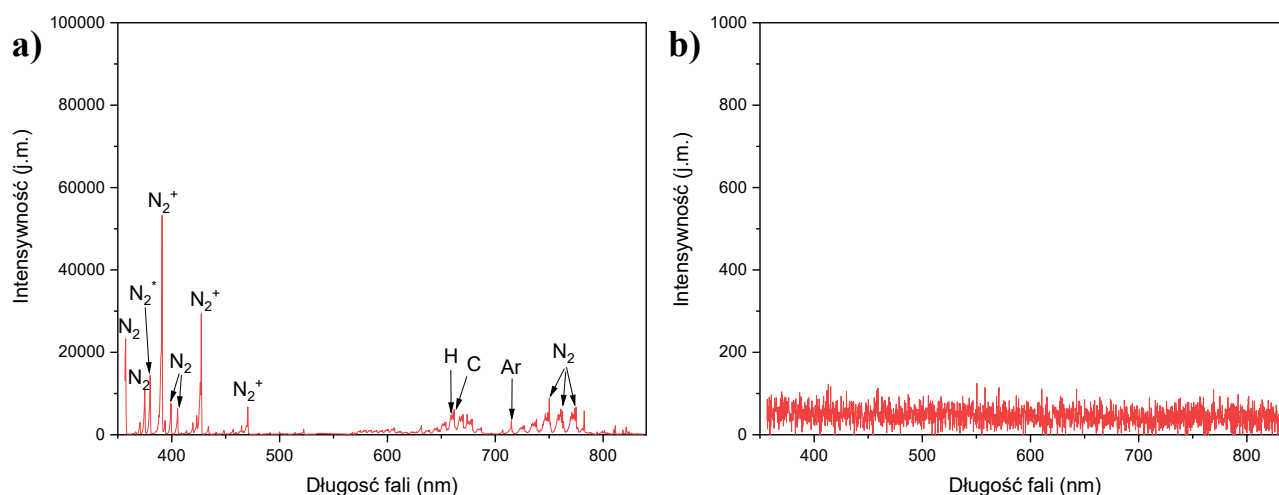
Utrzymanie wysokiej próżni wewnątrz struktury źródła rentgenowskiego jest jednym z kluczowych warunków poprawnej pracy układu. Proces końcowego uszczelnienia opracowanej struktury MEMS został przeprowadzony w komorze próżniowej przy ciśnieniu 10^{-5} hPa z wykorzystaniem bondingu anodowego. Natomiast, nie oznacza to, że takie też będzie ciśnienie wewnątrz zamkniętej objętości, ani że utrzyma się ono w czasie pracy urządzenia. Możliwość monitorowania próżni wewnątrz struktur MEMS byłaby niezwykle przydatną funkcjonalnością. Metody znane z literatury nie pozwalały mierzyć wysokiej próżni w bardzo małej objętości. Okazuje się jednak, że taką możliwość daje zintegrowana mikropompa próżniowa. Prąd jonowy pompy zmienia się proporcjonalnie do ciśnienia i jego wartość po wyskalowaniu może być użyta do wyznaczania jego poziomu. Dodatkowo, barwna poświata towarzysząca wyładowaniu niesie ze sobą informacje o składzie gazu – jest on określany na podstawie analizy zarejestrowanego widma emisyjnego. Dzięki temu, po uruchomieniu mikropompy możliwe jest jednocześnie monitorowanie poziomu próżni oraz składu gazów reszkowych we wnętrzu mikrokomory.

I tak, po hermetyzacji struktury źródła rentgenowskiego uruchomiono mikropompę jonowo-sorpcyjną. Bezpośrednio po jej załączeniu prąd wyładowania wynosił $26,5 \mu\text{A}$, co odpowiadało ciśnieniu 1×10^{-3} hPa. Wartość ta była wyższa niż w czasie uszczelniania i niewystarczająca do uzyskania stabilnej emisji elektronów [Rys. 7.1]. Zarejestrowane widmo gazów obecnych w zamkniętej mikrokomorze wykazywało dominację linii azotu cząsteczkowego, a także słabsze pasma wodoru i argonu, co wskazuje na obecność gazów reszkowych pochodzących z desorpcji z powierzchni wewnętrznych oraz z uwięzionych pozostałości atmosfery powietrza [Rys. 7.2 a].

Dalsza praca pompy jonowo-sorpcyjnej pozwoliła na obniżone ciśnienia do poziomu 1×10^{-7} hPa w czasie krótszym niż 20 minut, a rejestrowane widmo emisyjne uległo redukcji do poziomu szumu tła, bez widocznych linii gazowych [Rys. 7.2 b]. Brak charakterystycznych sygnałów w widmie potwierdza skuteczne usunięcie gazów reszkowych z komory oraz prawidłową pracę zintegrowanej mikropompy jonowo-sorpcyjnej. Należy jednak podkreślić, że osiągnięcie wysokiej próżni po procesie hermetyzacji nie gwarantuje jej niezmienności podczas pracy źródła.



Rysunek 7.1. Dynamika zmian ciśnienia podczas pierwszego odpompowywania struktury źródła rentgenowskiego MEMS.

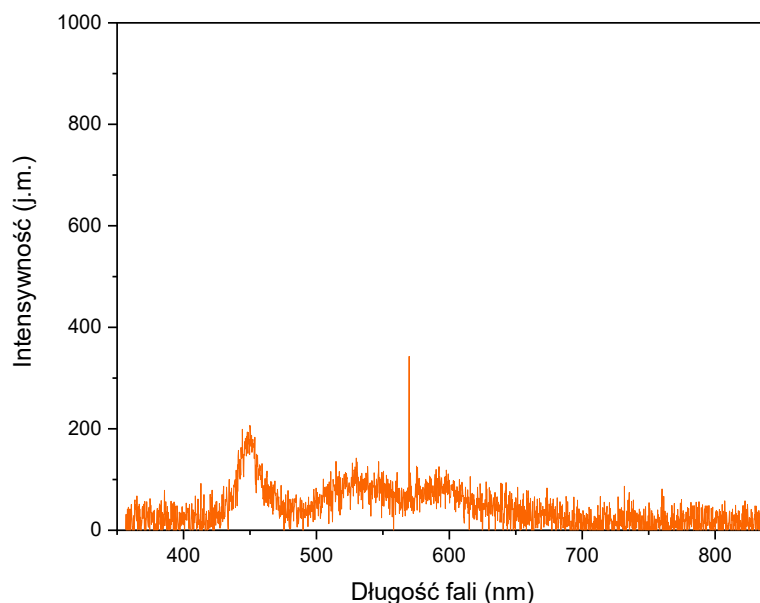


Rysunek 7.2. Widmo emisji gazów a) na początku procesu pompowania komórki MEMS, b) na końcu procesu pompowania.

Generowana w źródle wiązka wysokoenergetycznych elektronów, oddziałując z powierzchniami krzemowymi i szklanymi, może inicjować uwalnianie gazów — zjawisko to określane jest jako desorpcja stymulowana elektronami (ESD – ang. *Electron-Stimulated Desorption*). W celu oceny wpływu tego zjawiska na warunki próżniowe w badanej strukturze przeprowadzono testy oddziaływania wiązki elektronowej o różnej energii na powierzchnie wewnętrzne źródła. Dodatkowo zweryfikowano, czy sam emiter elektronów nie uwalnia gazów.

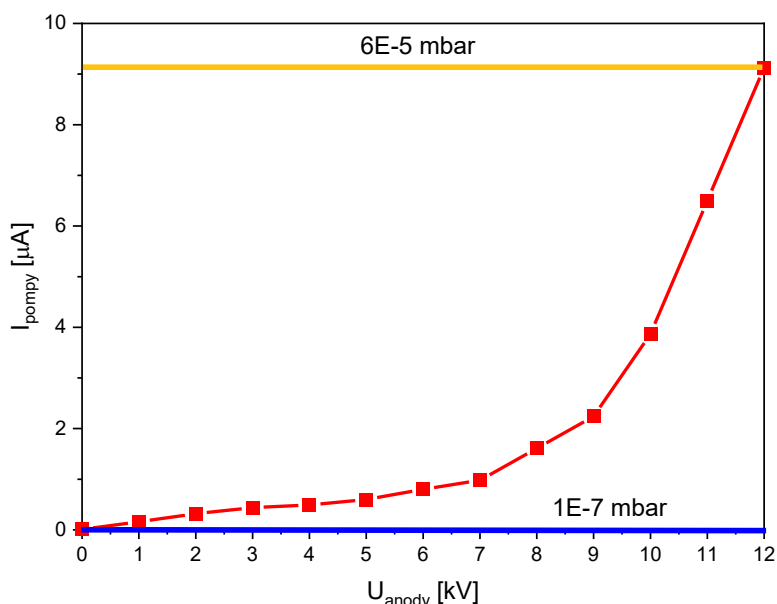
Emisja elektronów przy prądzie wynoszącym 50 μ A nie wywoływała znaczącego gazowania. Próżnia pogorszyła się do ok. 10^{-5} hPa. Zarejestrowane widma VIS, pokazały jedynie niewielką intensywność szerokiego pików skupionego wokół 450 nm, który był nieobecny lub nieistotny podczas początkowego pompowania [Rys. 7.3]. Ta emisja szerokopasmowa nie odpowiada charakterystycznym liniom spektralnym typowych gazów resztkowych, takich jak N_2 , H_2 lub Ar, co sugeruje, że prawdopodobnie pochodzi ona z lotnych produktów ubocznych powstałych w wyniku degradacji lub spalania pozostałości węglowych z emiterów polowych lub zanieczyszczeń obecnych w pobliżu źródła elektronów. Co ważne, po ponownej aktywacji pompy intensywność tej emisji

szerokopasmowej gwałtownie spadła, a ciśnienie w zamkniętej wnęce powróciło do wartości bazowej $\sim 1 \times 10^{-7}$ hPa w ciągu mniej niż 30 sekund. Oznacza to, że sam emiter elektronów CNT-PVP nie jest elementem znacznie oraz trwale degradującym próżnię.



Rysunek 7.3. Widmo emisji gazów podczas emisji elektronów.

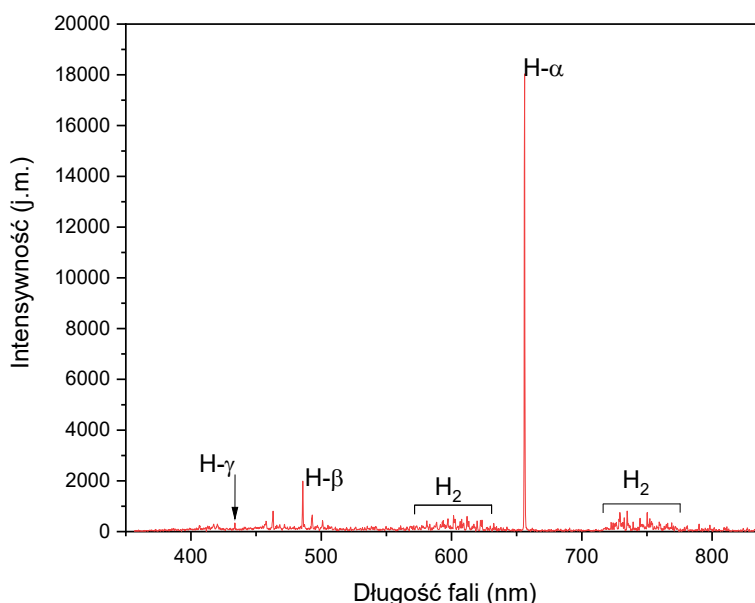
W przeprowadzonych eksperymentach szczególną uwagę poświęcono wpływowi energii elektronów na intensywność zjawiska ESD. Podczas zwiększania U_A , co skutkuje wzrostem energii kinetycznej wiązki elektronów, zaobserwowano istotne pogorszenie warunków próżni wewnątrz struktury MEMS, mimo aktywnej pracy mikropompy [Rys. 7.4]. Zjawisko to interpretowane jest jako efekt nasilonej desorpcji cząsteczek gazów z materiałów konstrukcyjnych.



Rysunek 7.4. Zmiana prądu mikropompy jonowo-sorpcyjnej w funkcji napięcia anodowego (U_A), przy $U_F = 0$ kV, $I_C = 30$ μ A, $U_P = 2$ kV.

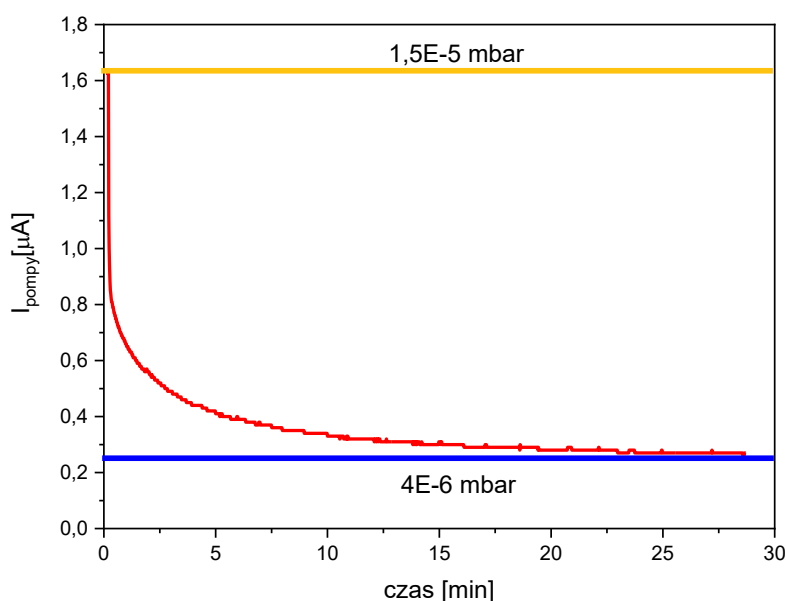
Analiza spektralna promieniowania widzialnego rejestrowanego podczas pracy mikropompy potwierdziła obecność intensywnych linii emisyjnych charakterystycznych dla wodoru, co wskazuje na dominującą obecność tego gazu w komorze po dłuższej emisji wysokoenergetycznych elektronów [Rys. 7.5]. Wodór najprawdopodobniej pochodzi ze szkła borokrzemowego, które zawiera znaczne

ilości chemicznie związanych grup hydroksylowych oraz cząsteczek wody uwięzionych w amorficznej strukturze materiału. Ponadto, proces aktywacji powierzchni przez hydrofilizację przed bondingiem anodowym dodatkowo zwiększa ilość obecnych grup -OH.



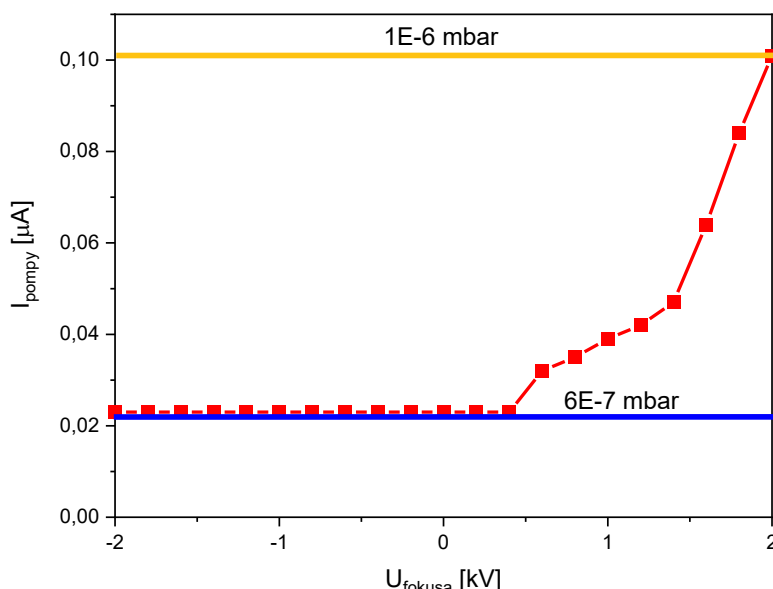
Rysunek 7.5. Widmo VIS mikropompy po 10 minutach emisji elektronów ($U_A = 8$ kV, $U_P = 2$ kV) – dominacja linii emisyjnych wodoru.

Pomimo ponownej aktywacji mikropompy po zakończeniu emisji elektronów, nie udało się przywrócić pierwotnych warunków próżni ($\sim 10^{-7}$ hPa). Najniższy osiągnięty poziom ciśnienia wyniósł ok. 4×10^{-6} hPa, co wskazuje na trwałe pogorszenie warunków w strukturze [Rys. 7.6]. Główną przyczyną takiego zachowania był fakt, że wodór jest gazem, który wyjątkowo trudno odpompować za pomocą pompy jonowo-sorpcyjnej. Zarówno niska efektywność jonizacji H_2 w wyładowaniu jarzeniowym, jak i słabe powinowactwo chemiczne wodoru do powierzchni krzemowych powodują, że cząsteczki wodoru nie są skutecznie usuwane ani wiązane, lecz gromadzą się w komorze.



Rysunek 7.6. Próba odpompowania struktury po emisji elektronów – zmiana prądu mikropompy w czasie ($U_A = 8$ kV, $U_P = 2$ kV).

W celu potwierdzenia, że emisja gazów wynika przede wszystkim z oddziaływania elektronów ze szkłem, przeprowadzono analogiczne pomiary przy zmiennym napięciu ogniskującym (U_F) [Rys. 7.7]. Przy niskich wartościach U_F , wiązka była skupiona i padała głównie na elektrody krzemowe – nie zaobserwowano wówczas istotnych zmian poziomu próżni. Jednak po przekroczeniu wartości $U_F = 0,4$ kV, gdy wiązka zaczęła obejmować także obszar szkła borokrzemowego, odnotowano wyraźne pogorszenie warunków próżni. To jednoznacznie wskazuje, że oprócz energii oraz natężenia wiązki kluczowy jest materiał, z którym oddziałują elektrony.



Rysunek 7.7. Zmiana prądu mikropompy w funkcji napięcia ogniskującego U_F , przy $I_C = 30 \mu A$, $U_P = 2$ kV, $U_A = 0$ kV.

Zarejestrowane widma oraz obserwacje eksperymentalne pozostają w zgodzie z danymi literaturowymi sugerującymi, że wodór stanowi istotny składnik gazów uwalnianych w procesie desorpcji stymulowanej elektronami ESD [145], [146], zwłaszcza w przypadku szkła borokrzemowego. Dla monokrystalicznego krzemu efekt ten jest znacznie słabszy.

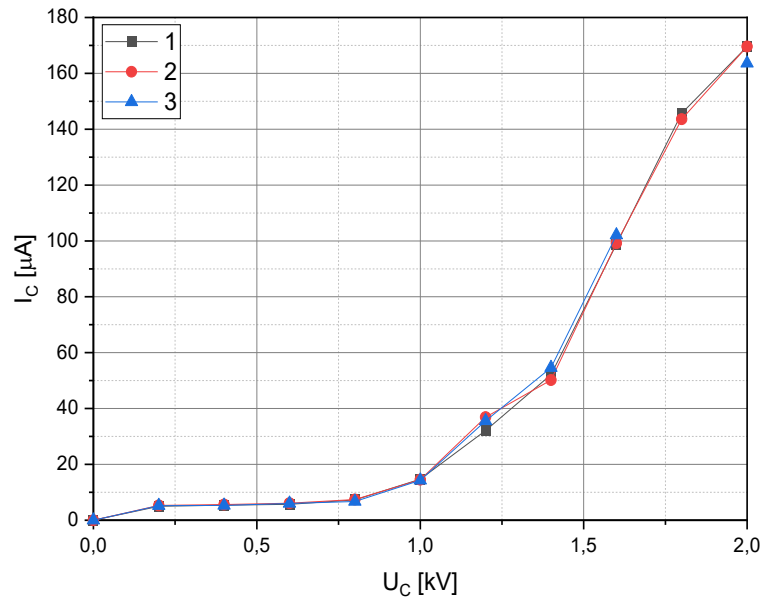
Fakt znacznej desorpcji wodoru stymulowanej elektronami w interakcji ze szkłem może prowadzić do pogorszenia warunków próżniowych podczas pracy urządzenia. Zjawisko to można złagodzić, stosując takie techniki, jak dokładne czyszczenie i odgazowanie elementów przed uszczelnieniem, nakładanie warstw barierowych na powierzchnię, optymalizacja parametrów procesu łączenia oraz integrację zarówno aktywnych, jak i pasywnych elementów sorpcyjnych (geterów) w strukturze. W opracowanym źródle rentgenowskim zastosowano odpowiednią optymalizację geometrii struktury oraz układ ogniskowania wiązki elektronów, co pozwoliło ograniczyć ich oddziaływanie elektronów z powierzchniami szkła borokrzemowego.⁶

7.2. Charakteryzacja parametrów pracy źródła rentgenowskiego MEMS

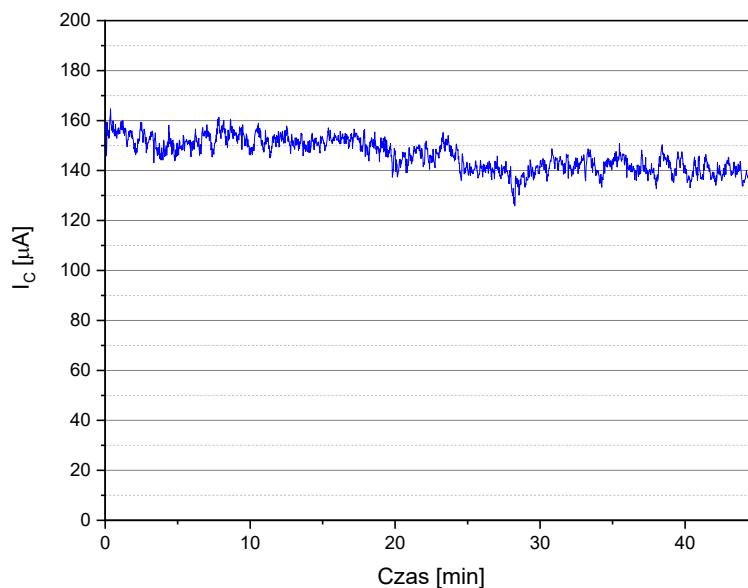
W niniejszym podrozdziale przedstawiono wyniki charakteryzacji parametrów pracy zintegrowanego źródła rentgenowskiego MEMS. Analizie poddano zależności pomiędzy warunkami zasilania, a uzyskiwanymi parametrami emisji promieniowania rentgenowskiego. Celem badań było określenie stabilności pracy źródła oraz identyfikacja czynników ograniczających jego wydajność w warunkach operacyjnych.

⁶ Uwagi: Przedstawione w rozdziale 7.1. wyniki bazują na eksperymentach opisanych szczegółowo w załączonej publikacji naukowej „Sustaining High Vacuum in Sealed MEMS Devices: Role of Ion-Sorption Pump and Electron-Stimulated Desorption”.

Katoda polowa wykorzystująca nanorurki węglowe osadzone w matrycy polimerowej (PVP) wykazała niski próg emisji (~ 200 V) oraz wysoki prąd emisji (ponad $200 \mu\text{A}$ przy 2 kV). Charakterystyki emisji były stabilne i powtarzalne w czasie, co potwierdzają cykliczne pomiary I–V [Rys. 7.8] oraz 45-minutowa obserwacja ciągłej pracy emitera [Rys. 7.9]. Współczynnik zmienności prądu wynosiło $CV=4,3\%$ (ang. *Coefficient of Variation*), co wskazuje na dobrą stabilność procesu emisji.



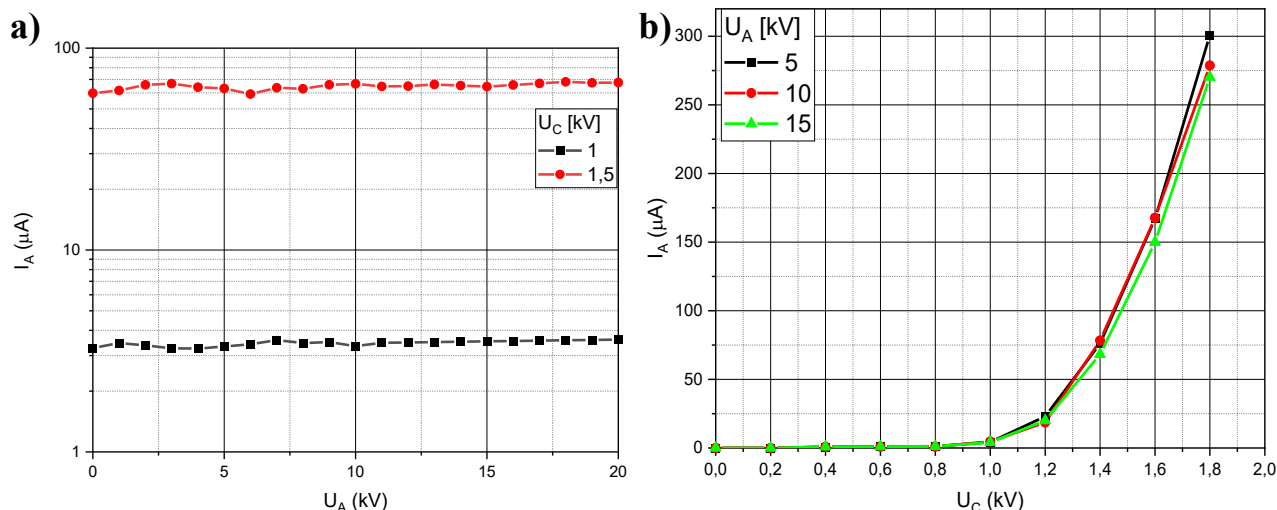
Rysunek 7.8. Charakterystyki I–V katody polowej wykonanej z CNT-PVP.



Rysunek 7.9. Stabilność emisji źródła elektronów.

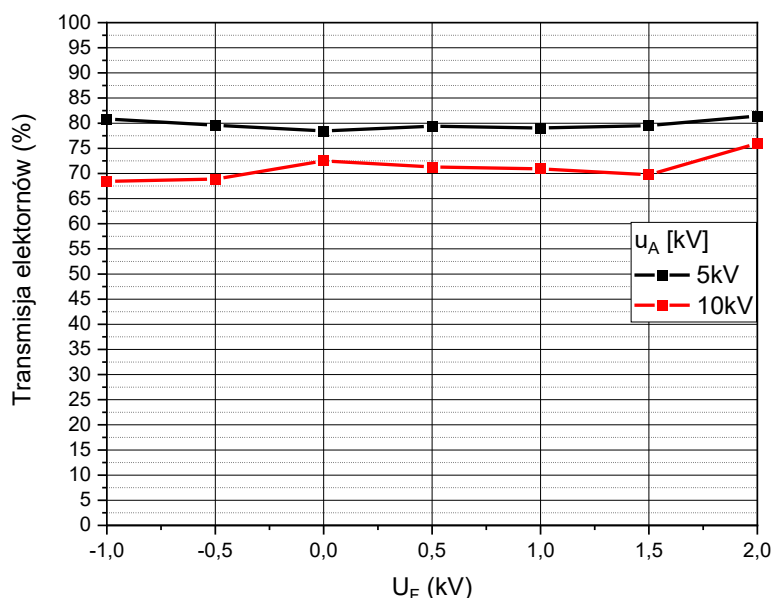
Wygenerowana wiązka elektronów jest propagowana wzdłuż osi kolumny elektrooptycznej do targetu transmisyjnego. Prąd targetu mierzony przy zmianie napięcia U_A był stały [Rys. 7.10 a], co wskazuje, że wysoki potencjał anody nie wpływa na proces emisji elektronów. Podobne pomiary przeprowadzone w funkcji napięcia U_c dla różnych wartości U_A pokazują wyraźny wzrost prądu targetu wraz ze wzrostem napięcia ekstrakcji, przy jednoczesnym zachowaniu stałego trendu niezależnie od potencjału anody [Rys. 10 b]. Obserwacje to potwierdza, że emisja elektronów jest regulowana przez układ katoda-bramka, podczas gdy napięcie anody służy jedynie do przyspieszania wiązki i definiowania energii elektronów. Jest to kluczowy aspekt precyzyjnej kontroli wiązki

elektronów w miniaturowym źródle promieniowania rentgenowskiego MEMS, a w konsekwencji do kontrolowania charakterystyk generowanego promieniowania.



Rysunek 7.10. Charakterystyka zmian prądu targetu przy zmianie a) napięcia targetu b) napięcia katoda – bramka.

Transport elektronów od emitera do targetu realizowany był wewnątrz kolumny elektronooptycznej, w której zastosowano soczewkę elektrostatyczną. Ogniskowanie elektrostatyczne umożliwiało precyzyjną kontrolę rozmiaru plamki, natomiast pole magnetyczne zapewniało wstępną koncentrację wiązki. Sprawność transmisji wiązki wynosiła 70–80% w zależności od napięcia przyspieszającego oraz wartości napięcia ogniskującego [Rys. 7.11].

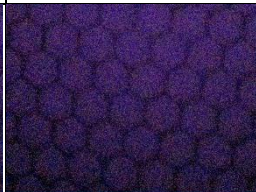
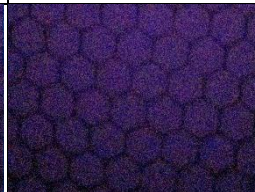
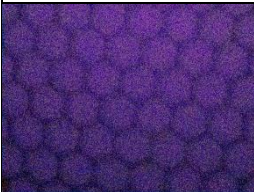
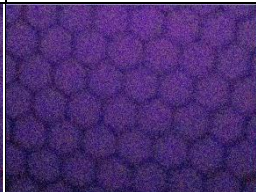
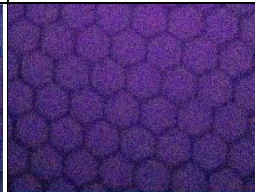
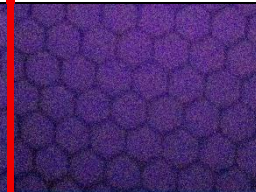
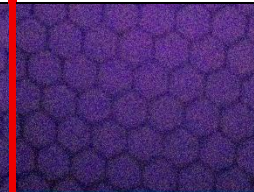
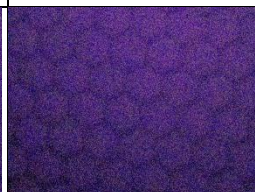


Rysunek 7.11. Zależność prądu transmisji elektronów od napięcia elektrody fokusującej U_F dla różnych napięć przyspieszających U_A .

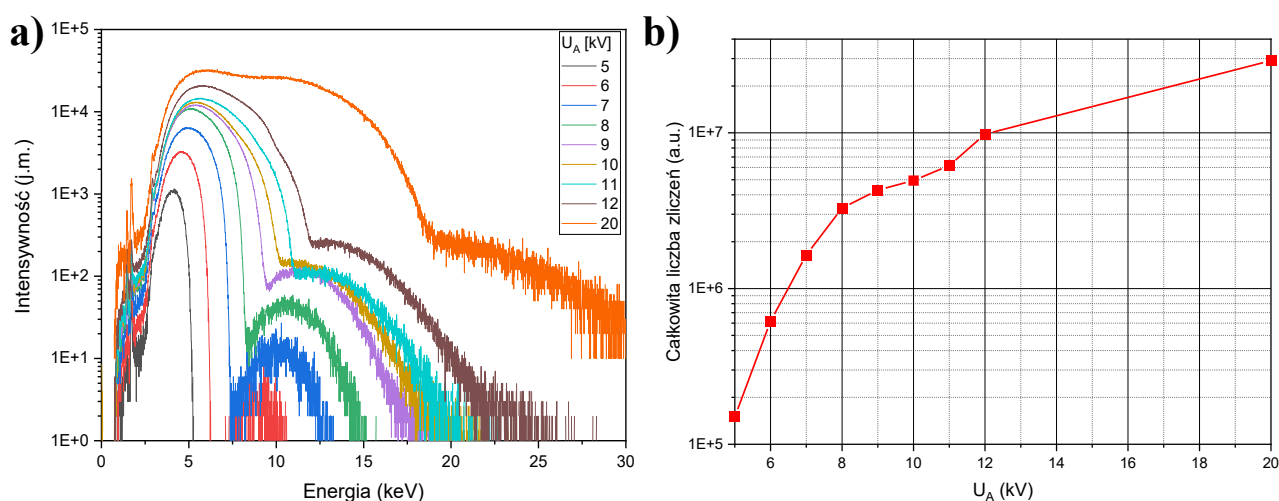
Wpływ parametrów ogniskowania na właściwości wiązki został potwierdzony w analizie obrazów prześwietleń siatki stalowej uzyskanych przy użyciu opracowanego źródła rentgenowskiego [Tab. 7.1]. Zmiana napięcia na elektrodzie skupiającej powodowała zauważalne różnice w ostrości uzyskiwanych obrazów [Tab. 7.1]. Zjawisko to związane jest z faktem, że promieniowanie rentgenowskie emitowane jest z określonego obszaru targetu, którego rozmiar zależy od stopnia skupienia wiązki elektronowej. Odpowiednie ogniskowanie wiązki elektronów pozwala na

zawężenie obszaru generacji promieniowania rentgenowskiego do niewielkich rozmiarów. Mniejszy obszar emisyjny pozwala na wykonywanie dokładniejszych prześwietleń niewielkim detalom.

Tabela 7.1. Obrazy prześwietleń rentgenowskich siatki stalowej zarejestrowane na matrycy CCD ($U_T=GND$, $U_B=-3,0$ kV, $U_K=-4,3$ kV).

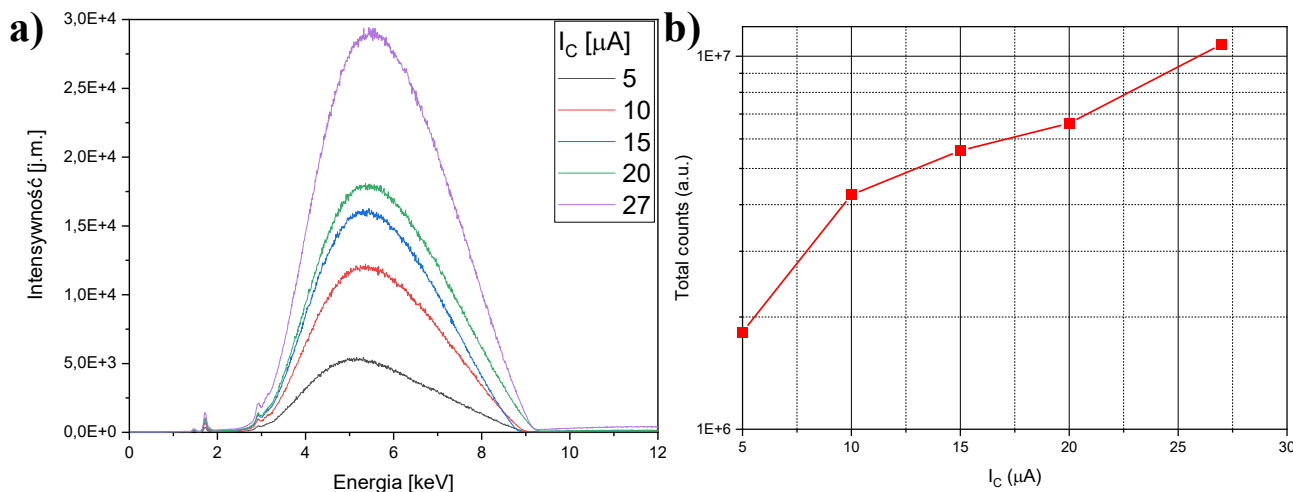
U_F [kV]				
-1,8	-2,0	-2,2	-2,4	-2,6
				
-2,8	-3,0	-3,2	-3,3	-3,4
				
-3,5	-3,6	-3,8	-4,0	
				

Target transmisyjny wykonano w postaci membrany krzemowej. Analiza widm promieniowania rentgenowskiego wykazała obecność wyraźnej linii charakterystycznej $K\alpha$ dla krzemu (1.71 keV) oraz szerokiego widma hamowania (Bremsstrahlung) sięgającego 20 keV. Pomiar widma przy użyciu spektrometru rentgenowskiego potwierdziły intensywną emisję w zakresie niskich energii (<5 keV). Istotnym aspektem jest możliwość kontroli widma poprzez zmianę napięcia anodowego, co wpływa na energię i intensywność promieniowania X [Rys. 7.12].



Rysunek 7.12. a) widma rentgenowskie promieniowania generowanego przez strukturę MEMS przy różnych napięciach anodowych — sygnały o energiach przekraczających wartość napięcia przyspieszającego są najprawdopodobniej związane z efektami sumowania impulsów (pile-up) w detektorze, b) intensywności promieniowania zależnie od napięcia przyspieszającego.

Prąd emisji był regulowany poprzez zmianę napięcia elektrody ekstrakcyjnej. Wraz ze zwiększaniem prądu emisji rosła intensywność promieniowania rentgenowskiego, przy jednoczesnym braku zmiany zakresu energetycznego emisji [Rys. 7.13]. Pozwala to na bezpośrednie i niezależne sterowanie intensywnością emitowanego promieniowania rentgenowskiego.

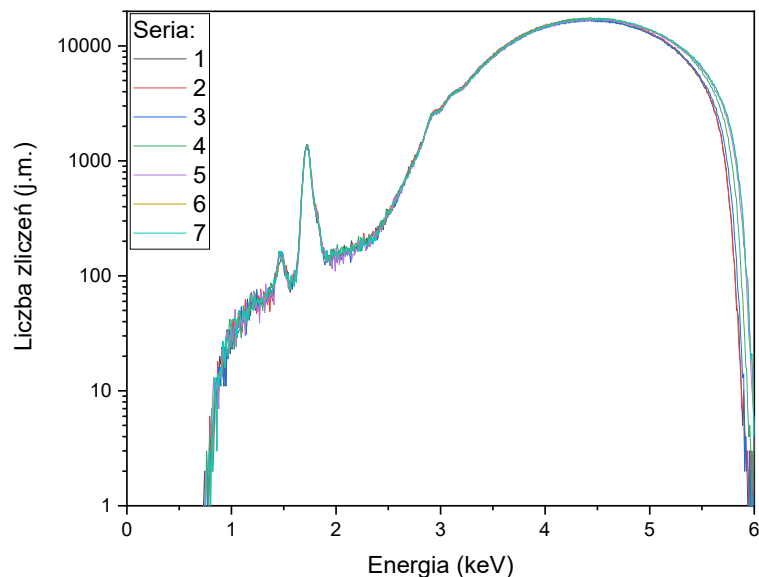


Rysunek 7.13. Emisja promieniowania rentgenowskiego przy zmiennym prądzie emisji (napięciu bramki ekstrakcyjnej): a) spektrum emisji; b) intensywność promieniowania.

Jak wykazano, istotnym aspektem opracowanego źródła jest możliwość niezależnej kontroli parametrów roboczych, takich jak prąd emisji, energia elektronów i skupianie wiązki, które wpływają na intensywność i energię emitowanych fotonów rentgenowskich, a także ogniskowanie wiązki elektronów, które pozwala na regulację obszaru emisji promieniowania.

7.3. Metrologiczna charakterystyka źródła rentgenowskiego

Aby ocenić jakość metrologiczną działania źródła rentgenowskiego MEMS, wykonano wielokrotne pomiary intensywności promieniowania w identycznych warunkach operacyjnych, obejmujące siedem niezależnych serii pomiarowych (10 pomiarów każda, co 10 s, 100 s na serię) [Rys. 7.14]. Uzyskane wyniki podsumowano w Tab. 7.2, która wskazuje na wysoki poziom stabilności emisji: średnie natężenia promieniowania mieszczą się w przedziale 30 040–33 271 zliczeń/s, a współczynniki zmienności CV dla poszczególnych serii nie przekraczają 2% (0,53–1,80%). Rozszerzone niepewności ($k=2$) dla pojedynczych serii zawierały się w granicach $\sim 1,6$ – $3,8\%$. Przy uwzględnieniu wszystkich 70 pomiarów łączna średnia intensywność wyniosła około 31 732 zliczeń/s, z $CV \approx 3,01\%$ i rozszerzoną względną niepewnością $\approx 6,1\%$. Niewielki wzrost niepewności przy agregacji wyników między seriami wskazuje na minimalne fluktuacje źródła w czasie.



Rysunek 7.14. Widma rentgenowskie (7 serii po 100 sekund).

Tabela 7.2. Statystyki intensywności promieniowania rentgenowskiego dla poszczególnych serii oraz zbiorcze.

Seria	Średnia intensywność [zliczenia/s]	Odchylenie standardowe	Niepewność rozszerzona (95%)	CV [%]
1	31 186	445	957	1,43
2	31 915	574	1 202	1,80
3	30 040	178	497	0,59
4	31 345	166	486	0,53
5	31 840	225	575	0,71
6	32 526	291	687	0,90
7	33 271	381	843	1,14
Zbiorcze	31 732	956	1 944	3,01

Porównanie z konwencjonalnymi źródłami [Tab. 7.3] wskazuje, że opracowane źródło MEMS osiąga znacznie niższe wartości CV i niepewności niż typowe źródła rentgenowskie o podobnej mocy. W pojedynczym przebiegu pomiarowym CV natężenia wynosi tylko 0,53–1,8%, podczas gdy w tradycyjnych lampach jest ono zwykle na poziomie ~5–10%. Rozszerzona niepewność całkowitej intensywności dla źródła MEMS wynosi $\approx 6,1\%$ ($k=2$), znacznie mniej niż typowe ~10–12% dla konwencjonalnych tub o niskim prądzie wyjściowym.

Tabela 7.3. Zestawienie parametrów źródeł rentgenowskich.

Parametr	Źródło rentgenowskie MEMS	Moxtek MAGNUM® [109], [110], [147]	Hamamatsu L9421 [148][109], [149]	Konwencjonalna lampa rentgenowska, np. Seifert [104][109], [149]
Tryb emisji	Transmisyjny (zintegrowany target Si)	Odbiciowy	Odbiciowy	Odbiciowy / obrotowa anoda

Technologia emisji elektronów	Emiter polowy (kompozyt CNT–PVP)	Emisja termoelektronowa	Emisja termoelektronowa	Emisja termoelektronowa
Masa	3.7 g (struktura MEMS) + 3.4 g (magnesy)	b.d.	b.d.	b.d.
Chłodzenie	Niewymagane	Chłodzenie pasywne	Chłodzenie konwekcyjne	Aktywne chłodzenie cieczą
Miniaturyzacja	Tak (MEMS, możliwość integracji z innymi mikrosystemami)	Tak	Tak	Nie
Pobór mocy	0.001 – 5 W	≈ 4.4 W	≈ 7 W	nawet setki W
Główne ograniczenie	Niższa maksymalna energia	Dryft cieplny, czas nagrzewania	Wymaga aktywnego chłodzenia	Wysokie zużycie energii, dryft cieplny
Napięcie przyspieszające	1 – 25 kV	≤ 17.5 kV	≤ 30 kV	≤ 450 kV
Prąd emisji elektronów	1 nA – 2 mA	≤ 0.1 mA	≤ 0.2 mA	≤ 45 mA
Stabilność emisji elektronów	$\sigma = 3.3 \mu\text{A}$ (2.3 % RSD), $U_{\text{exp}} \approx 4.7$ % ($k = 2$)	Nd	typowo $\pm 3 - 8$ %	typowo $\pm 5 - 12$ %
Powtarzalność intensywności promieniowania X (pojedynczy przebieg)	CV = 0.53 – 1.80 %	typowo CV $\approx 5 - 10$ %	typowo CV $\approx 4 - 8$ %	typowo CV $\approx 5 - 12$ %
Rozszerzona niepewność całkowitej intensywności ($k = 2$)	≈ 6.1 %	typowo $\approx 10 - 12$ %	typowo $\approx 9 - 11$ %	typowo $\approx 10 - 20$ %

Podsumowując, przeprowadzona analiza wykazała, że źródło rentgenowskie zbudowane w technologii MEMS zapewniają bardzo stabilną i powtarzalną emisję promieniowania. Uzyskana precyzja i powtarzalność (niski współczynnik CV i niepewności pomiarowe) świadczą o jego użyteczności w zastosowaniach wymagających dokładnego dawkowania promieniowania. Taki poziom parametrów metrologicznych umożliwia zastosowanie źródła np. w precyzyjnej spektroskopii fluorescencyjnej XRF oraz innych metodach analizy materiałowej. Przedstawione dobre parametry źródła stanowią solidną podstawę do dalszych rozważań nad jego praktycznymi zastosowaniami, które omówione zostaną w Rozdziale 8.⁷

⁷ Uwagi: Przedstawione w rozdziale 7.2 oraz 7.3 wyniki bazują na eksperymentach opisanych szczegółowo w załączonych publikacjach naukowych „MEMS-Compatible X-Ray Source” [142] oraz „X-Rays on a Chip: Characterization of a Monolithically Integrated MEMS X-ray Source”.

Rozdział 8. Badania aplikacyjne

Miniaturowe źródło promieniowania rentgenowskiego wykonane w technologii MEMS, oprócz zdolności do generacji promieniowania X, musi spełniać szereg wymagań istotnych z punktu widzenia zastosowań praktycznych. Wyniki przedstawione w poprzednim rozdziale potwierdziły, że zastosowanie targetu transmisyjnego w połączeniu ze skutecznym ogniskowaniem wiązki elektronowej umożliwia uzyskanie plamki promieniowania o rozmiarach rzędu kilkudziesięciu mikrometrów, co bezpośrednio przekłada się na wysoką rozdzielczość przestrzenną w zastosowaniach metrologicznych i obrazowych. Dodatkowo, źródło wykazywało niski poziom fluktuacji intensywności, dobrą powtarzalność emisji oraz stabilną pracę w szerokim zakresie parametrów zasilania. Istotną cechą urządzenia jest również możliwość niezależnego sterowania energią elektronów oraz natężeniem generowanego promieniowania, co pozwala na elastyczne dostosowanie warunków wzbudzenia do konkretnego zadania pomiarowego.

Zestaw tych właściwości, w połączeniu z niewielkimi wymiarami i niskim zapotrzebowaniem na energię, predysponuje opracowane źródło do pracy w kompaktowych systemach pomiarowych, układach typu *lab-on-chip* oraz w środowiskach o ograniczonej przestrzeni montażowej i budżecie energetycznym. Szczególnie istotne jest to w aplikacjach wymagających lokalnego źródła napromieniowania oraz możliwości integracji z innymi komponentami mikrosystemowymi.

Jedną z metod analitycznych, która w sposób naturalny wykorzystuje wymienione cechy źródła, jest spektroskopia fluorescencji rentgenowskiej XRF. Technika ta wymaga stabilnego i dobrze zdefiniowanego strumienia fotonów o kontrolowanej energii, szczególnie w zakresie niskich energii, a jednocześnie dobrze wpisuje się w koncepcję systemów przenośnych i zminiaturyzowanych. Z tego względu została ona wykorzystana jako platforma do eksperymentalnej weryfikacji praktycznej użyteczności opracowanego źródła.

W niniejszym rozdziale przedstawiono wyniki badań aplikacyjnych obejmujących pomiary XRF wykonane na symulantach regolitu księżycowego (LHS-1D, LHS-1, LMS-1D, LSP-2), które pozwalają ocenić zarówno przydatność źródła w tej konkretnej metodzie analitycznej, jak i jego szerszy potencjał w kompaktowych systemach diagnostycznych.

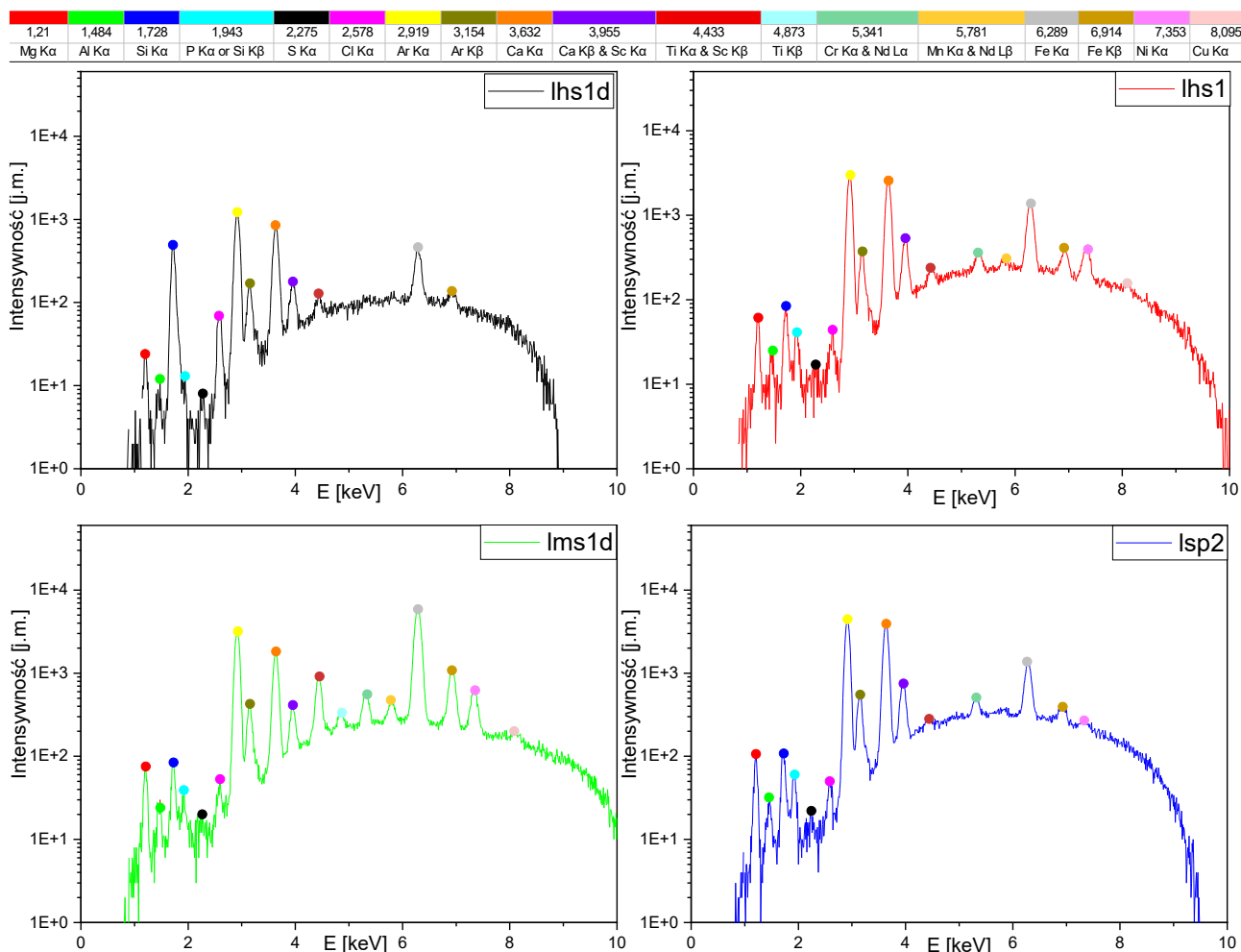
Badania XRF wykonano zarówno w warunkach atmosferycznych, jak i w wysokiej próżni ($\approx 5 \times 10^{-5}$ hPa), przy użyciu tego samego układu pomiarowego i tych samych parametrów akwizycji (UA = 20 kV, IA = 10 μ A, czas akwizycji 30 s, odległości źródło–próbka i detektor–próbka ≈ 5 cm). Zastosowana do tych badań moc źródła wynosiła 0,1 W, a oszacowany strumień fotonów padających na próbkę wynosił $\sim 1.2\text{--}1.25 \times 10^9$ fot./s. Pomiary w warunkach próżni oraz atmosferycznych wykonano w celu przedstawienia możliwości zastosowania tego źródła w różnych warunkach środowiskowych.

Widma zarejestrowanego promieniowania wtórnego wykazały obecność 20 linii charakterystycznych, wskazujących na obecność konkretnych pierwiastków (m.in. Na, Mg, Al, Si) w warunkach próżniowych, natomiast w pomiarach prowadzonych w powietrzu zidentyfikowano 18 linii [Rys. 8.1, 8.2]. Uzyskane wyniki potwierdzają zdolność opracowanego źródła do wzbudzania i rejestracji promieniowania charakterystycznego, co stanowi podstawę technik analizy składu pierwiastkowego, takich jak spektroskopia fluorescencji rentgenowskiej. Należy podkreślić, że w niniejszej pracy skupiono się na jakościowej identyfikacji linii widmowych oraz ocenie możliwości detekcyjnych układu, natomiast w pełnych analizach XRF stosuje się dodatkowo zaawansowane metody przetwarzania widm (m.in. dekonwolucję pików, korekcję efektów matrycowych oraz kalibrację), umożliwiające wyznaczenie ilościowego składu pierwiastkowego badanych próbek. Takie prace rozpoczęły się dopiero w ostatnim czasie we współpracy z partnerami z Australii.

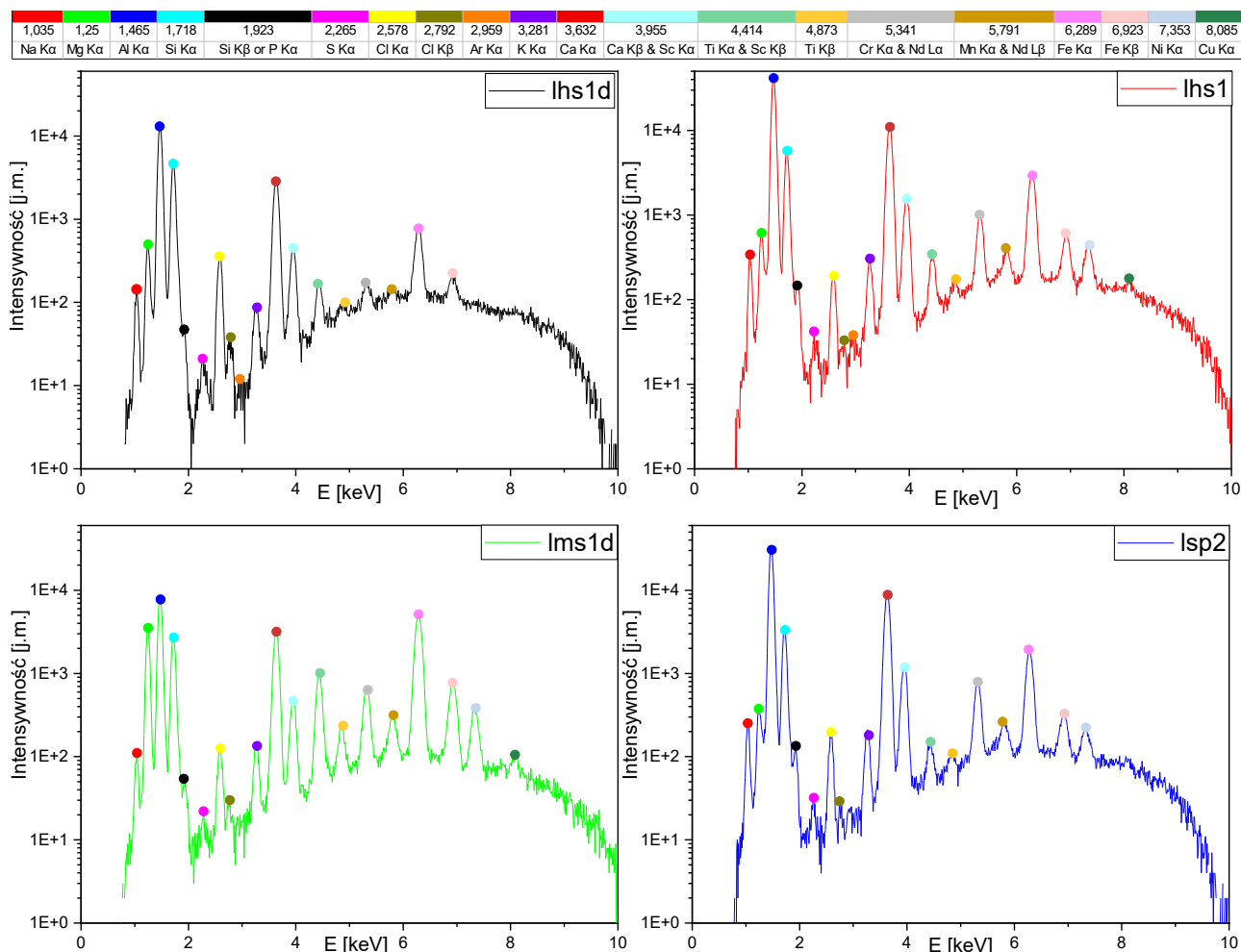
Pomiar w próżni pozwolił na wyraźne zwiększenie stosunku sygnału do szumu, zwłaszcza w zakresie energii <3 keV, co jest istotne dla dokładnej identyfikacji pierwiastków o niskiej liczby atomowej. Fizyczne uzasadnienie tej poprawy jest dwojakie. Po pierwsze, powietrze (głównie N_2 i O_2) silnie tłumi miękkie promieniowanie rentgenowskie wskutek fotoelektrycznego pochłaniania i rozpraszania — współczynnik pochłaniania rośnie gwałtownie przy malejącej energii fotonów, więc linie <3 keV tracą znaczną część swojej intensywności już na kilkucentymetrowej ścieżce powietrznej między źródłem, próbką i detektorem. Usunięcie gazu poprzez pomiar w próżni redukuje tę absorpcję niemal do zera i poprawia widoczność niskoenergetycznych linii.

W praktyce skutkuje to znacznym wzrostem liczb zliczeń dla linii Mg K α i Al K α obserwowanym w próżni (przykładowo: zliczenia Mg i Al wzrosły wielokrotnie w porównaniu z pomiarem w atmosferze), co skraca wymagany czas integracji lub pozwala obniżyć moc źródła przy zachowaniu tej samej czułości detekcji. Należy przy tym pamiętać, że niska efektywność detektora w obszarze <1 keV (znaczną absorpcja przez okienko Be detektora) ogranicza wykrywanie bardzo miękkich linii nawet w próżni i należy to uwzględnić przy kalibracji i interpretacji wyników.

Dodatkowo pomiary w atmosferze ujawniły silny, szeroki pik argonu (Ar K α ≈ 2.96 keV) pochodzący z powietrza, którego natężenie znacznie maleje w warunkach próżni.



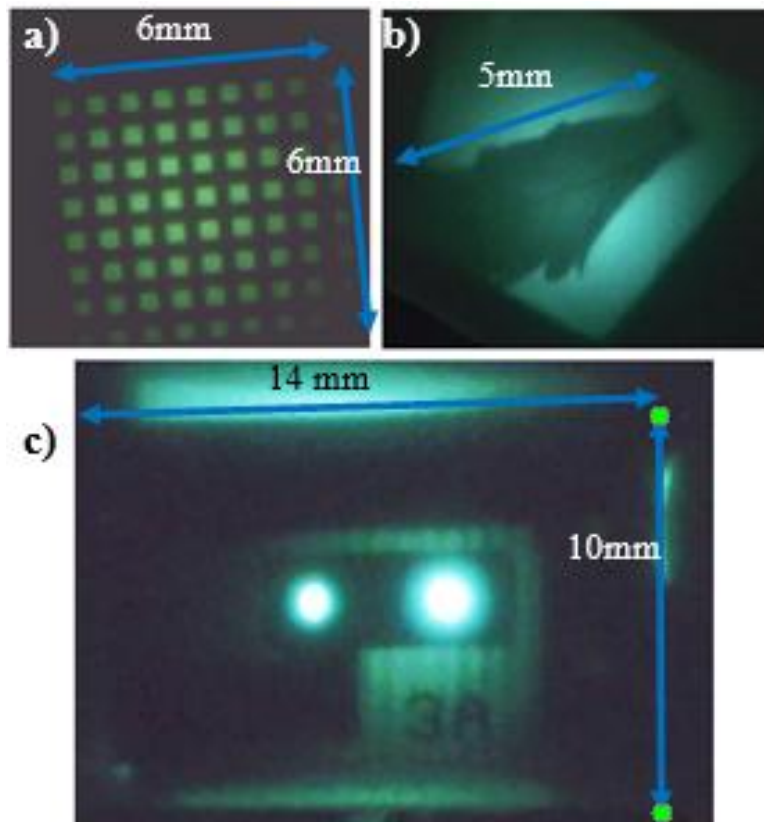
Rysunek 8.1. Widma XRF dla regolitów księżycowych w warunkach atmosferycznych.



Rysunek 8.2. Widma XRF dla regolitów księżycowych w warunkach próżniowych.

Przeprowadzone eksperymenty potwierdzają, że opracowane źródło MEMS umożliwia efektywną realizację pomiarów XRF przy bardzo niskiej mocy zasilania, zachowując jednocześnie zdolność do generacji użytecznego widma wtórnego dla szerokiego zakresu pierwiastków. Stabilna praca w trybie niskomocowym oraz możliwość uzyskania wysokiego stosunku sygnału do szumu – szczególnie w warunkach próżni – wskazują, że źródło to może stanowić podstawę kompaktowych, energooszczędnych systemów analitycznych.

Oprócz zastosowań spektroskopowych przeprowadzono również wstępne badania obrazowania rentgenowskiego z wykorzystaniem opracowanego źródła. Przykładowe obrazy uzyskane dla obiektów o różnej strukturze i grubości zestawiono na rysunku 8.3 oraz w Tab. 7.1. Obejmują one zarówno cienkie struktury (np. siatka krzemowa, liść), jak i obiekty o większej gęstości i złożoności (np. fragment płytki PCB (ang. *Printed Circuit Board*)).



Rysunek 8.3. Zdjęcie rentgenowskie: a) siatki krzemowej ($U_A = 10$ kV), b) liścia ($U_A = 12$ kV, c) PCB: punkty świetlne – otwory przelotowe, obszar czarny – metal, obszar zielony – laminat ($U_A = 30$ kV).

Uzyskane wyniki potwierdzają, że nawet przy niewielkiej mocy źródła możliwe jest uzyskanie obrazów o dobrym kontraście, przy czym kluczowym parametrem determinującym jakość obrazu jest energia promieniowania. Dla obiektów cienkich, o małej gęstości i liczbie atomowej wystarczające są energie rzędu 10–15 keV, natomiast dla struktur bardziej masywnych konieczne jest zwiększenie napięcia przyspieszającego do zakresu 25–30 keV, co umożliwia efektywną penetrację materiału.

Skonstruowane źródło rentgenowskie, dzięki pełnej zgodności z technologią MEMS, może być integrowane z różnorodnymi systemami mikroskalowymi, w tym układami mikrofluidycznymi, analizatorami *in situ* oraz instrumentami przeznaczonymi do zastosowań kosmicznych. Przeprowadzona charakteryzacja potwierdziła jego efektywność jako miniaturowego generatora promieniowania X, zdolnego do stabilnej pracy przy niskim napięciu i ograniczonym poborze mocy. W kontekście zastosowań praktycznych uzyskane rezultaty wskazują, że opracowane źródło może być wykorzystane w kompaktowych systemach obrazowania, w szczególności do inspekcji elementów mikroelektronicznych, materiałów biologicznych oraz struktur o małej grubości.

Aplikacje przedstawionego źródła mogą być jednak znacznie rozszerzone poprzez modyfikacje jego konstrukcji. Potencjalne warianty konstrukcji dające nowe funkcjonalności zostały opisane w trzech zgłoszeniach patentowych:

- **Skaningowe miniaturowe źródło promieniowania rentgenowskiego wykonane w technologii MEMS**
- **Wielo-emiterowe, miniaturowe źródło promieniowania rentgenowskiego wykonane w technologii MEMS**
- **Target transmisyjny o wybieralnej charakterystyce spektralnej do miniaturowego źródła rentgenowskiego wykonanego w technologii MEMS**

W skaningowym źródle wiązka elektronów może być odchylana za pomocą układu wielopolowego (np. duopola lub kwadrupola), co powoduje zmianę położenia punktu, w którym

elektrony uderzają w target, a tym samym przesuwane się źródła emisji promieniowania rentgenowskiego. Zmiana miejsca generacji promieniowania X przekłada się następnie na zmianę obszaru próbki oraz kąta, pod jakim jest oświetlana. W wariacie wieloemiterowym stosuje się matrycę kilku katod polowych wraz z odpowiadającymi im elektrodami skupiającymi. Uruchamianie konkretnych emiterów umożliwia podobnie jak w skaningowym źródle rentgenowskim oświetlanie próbki z różnych stron. Oba podejścia – skaningowe oraz wieloemiterowe – stwarzają możliwość realizacji kompaktowych systemów obrazowania rentgenowskiego, w tym miniaturowych tomografów i skanerów przeznaczonych do badania małych obiektów oraz próbek biologicznych.

Trzeci z analizowanych wariantów stanowi koncepcja targetu transmisyjnego o zmiennej charakterystyce spektralnej. Jak wykazano, sama cienka membrana krzemowa efektywnie działa jako target dla energii elektronów poniżej ~ 25 keV, a pokrycie jej cienkimi warstwami metali (np. niklu lub tantalum) znacząco zwiększa intensywność emitowanego promieniowania. W praktyce można zatem zaprojektować target z segmentami z różnych materiałów – na przykład częściowo Ni, częściowo Ta – i sterując wiązką elektronów, wybierać, która część jest oświetlana. Pozwala to uzyskać albo wiązkę rentgenowską o bogatym widmie ciągłym („szerokopasmową”), albo niemal monochromatyczne piki charakterystyczne konkretnego metalu. Tego typu podejście otwiera istotne możliwości aplikacyjne. W szczególności pozwala na realizację obrazowania kontrastowego z wykorzystaniem naprzemiennego naświetlania promieniowaniem o różnym składzie spektralnym, co umożliwia zwiększenie czułości na określone pierwiastki lub struktury materiałowe. Analogiczna koncepcja może zostać wykorzystana w spektroskopii fluorescencji rentgenowskiej XRF, gdzie możliwość selektywnego wzbudzenia próbek promieniowaniem o dopasowanym widmie prowadzi do poprawy selektywności i dokładności analizy składu chemicznego.

Dodatkowo, dynamiczna kontrola widma promieniowania stwarza perspektywę zastosowań w badaniach biologicznych i medycznych, w tym w eksperymentach dotyczących oddziaływania promieniowania o różnych energiach na tkanki oraz w rozwijaniu metod selektywnej radioterapii. Możliwość dostosowania widma do konkretnych zastosowań – zarówno diagnostycznych, jak i terapeutycznych – stanowi istotną przewagę proponowanego rozwiązania nad klasycznymi, jednolitymi targetami.⁸

⁸ Uwagi: Przedstawione w rozdziale 7 wyniki bazują na eksperymentach opisanych szczegółowo w załączonej publikacji naukowej „MEMS X-ray Source Enables Ultra-Compact XRF Spectrometry for In Situ Extraterrestrial Surface Analysis [150]” oraz zgłoszeniach patentowych „Skaningowe miniaturowe źródło promieniowania rentgenowskiego wykonane w technologii MEMS” [151], „Target transmisyjny o wybieralnej charakterystyce spektralnej do miniaturowego źródła rentgenowskiego wykonanego w technologii MEMS” [152], „Wielo-emiterowe, miniaturowe źródło promieniowania rentgenowskiego wykonane w technologii MEMS” [153].

Rozdział 9. Podsumowanie i wnioski

Niniejsza praca doktorska dotyczyła zaprojektowania i wykonania kompletnego, miniaturowego źródła promieniowania rentgenowskiego w całości zrealizowanego w technologii MEMS. Głównym celem było stworzenie samodzielnego urządzenia o niewielkich wymiarach (pojedyncze cm) zdolnego do generacji promieniowania X. Cel ten osiągnięto poprzez zastosowanie nowatorskich rozwiązań: emitera elektronów z katodą na bazie nanorurek węglowych, układu elektrod skupiających wiązkę elektronów, zoptymalizowanego membranowego targetu oraz zintegrowanej mikropompy próżniowej MEMS. W wyniku przeprowadzonych prac opracowano w pełni funkcjonalne, zintegrowane źródło rentgenowskie MEMS, stanowiące samodzielne urządzenie. Całość wykonano z krzemu i szkła, a struktura ma wymiary około $30 \times 15 \times 10$ mm (masa struktury 3,7g + magnesy 3,4g). Zastosowanie technologii MEMS stwarza potencjał do seryjnej produkcji oraz integracji z innymi mikrosystemami.

Przeprowadzone badania obejmowały kompleksowe projektowanie, modelowanie oraz eksperymentalną weryfikację pracy poszczególnych elementów oraz kompletnego źródła promieniowania rentgenowskiego. Zrealizowano symulacje numeryczne kluczowych zjawisk fizycznych, w tym emisji i transportu elektronów oraz generacji promieniowania, a następnie przeprowadzono eksperymenty potwierdzające poprawność przyjętych założeń projektowych. Uzyskane wyniki wykazały możliwość efektywnej pracy źródła w zakładanym zakresie napięć oraz potwierdziły zasadność zastosowanej architektury.

Realizacja przedstawionych w rozdziale 5 celów szczegółowych doprowadziła do uzyskania następujących kluczowych osiągnięć pracy:

- **Opracowanie koncepcji i architektury źródła (cel 1):**
Zaproponowano kompletną koncepcję miniaturowego źródła promieniowania rentgenowskiego w technologii MEMS, obejmującą integrację emitera polowego, układu elektrono-optycznego, targetu transmisyjnego oraz systemu utrzymania próżni w jednej strukturze.
- **Opracowanie stabilnych emiterów polowych (cel 2):** wykonano i przebadano trzy typy emiterów polowy w tym jedną konstrukcję własnej koncepcji w postaci mikroostrzy z kompozytu CNT-PVP, która charakteryzowała się stabilną emisją elektronów z wysokim prądem i niskim progiem emisji oraz parametrami umożliwiającymi ich dalszą integrację w mikrosystemie.
- **Opracowanie i wytworzenie targetu transmisyjnego (cel 3):** zaprojektowano i przebadano target transmisyjny oparty na cienkiej membranie krzemowej z warstwami metalicznymi, wykazując wpływ materiału i geometrii na intensywność oraz widmo generowanego promieniowania.
- **Opracowanie i weryfikacja systemu ogniskowania wiązki elektronów (cel 4):** zaprojektowano, zoptymalizowano i zweryfikowano działanie układu elektrono-optycznego, w tym układu ogniskowania wiązki elektronów, poprzez dobór odpowiedniej geometrii elektrod oraz połączenie ogniskowania elektrostatycznego z magnetycznym, które poprawiło transport wiązki w strukturze MEMS, ograniczając straty do co najwyżej 5%.
- **Zaprojektowanie i wykonanie zintegrowanego systemu wysokiej próżni (cel 5):** opracowano hermetyczną strukturę MEMS ze zintegrowaną pompą jonowo-sorpcyjną zdolną do wytwarzania i utrzymania wysokiej próżni oraz procedurę jej oceny. Zastosowana innowacyjna metoda pomiarowa pozwoliła po raz pierwszy na ocenę zarówno poziomu próżni jak i składu gazów resztkowych w hermetycznej strukturze mikrosystemu.

- **Zaprojektowanie finalnej funkcjonalnej struktury MEMS (cel 6):** zaktualizowano projekt struktury uwzględniając badania przeprowadzone w celach 2-5.
- **Opracowanie procesu technologicznego i wytworzenie kompletnego źródła (cel 8):** zrealizowano pełny proces mikrofabrykacji obejmujący fotolitografię, trawienie krzemu i szkła oraz bonding anodowy, a następnie wykonano działający prototyp źródła.
- **Pełna charakterystyka działania źródła (cel 9):** przeprowadzono pomiary charakterystyk I–V, stabilności emisji, rozkładu przestrzennego wiązki elektronów oraz widma generowanego promieniowania X, potwierdzając możliwość pracy źródła w zakładanym zakresie parametrów.
- **Weryfikacja działania prototypu w warunkach praktycznych (cel 10):** przeprowadzono testy generacji promieniowania poza komorą próżniową oraz wstępne badania aplikacyjne, w tym próby związane z wykorzystaniem źródła w układach XRF oraz obrazowania mikrostruktur.

Na podstawie przeprowadzonych badań sformulowano następujące najważniejsze wnioski techniczne i naukowe:

- Opracowane w tej pracy źródła rentgenowskie oparte na emisji polowej charakteryzują się niskim poborem mocy, małą masą oraz niewielkimi wymiarami zewnętrznymi. Umożliwiają łatwe sterowanie emisją oraz bardzo małe ognisko promieniowania. Te cechy sprawiają, że konstrukcje MEMS są w niektórych obszarach obiecującą alternatywą dla tradycyjnych lamp z emisją termiczną.
- Integracja mikropompy próżniowej w strukturze MEMS umożliwia realizację autonomicznych mikrosystemów próżniowych niewymagających zewnętrznej infrastruktury.
- Wykazano, że dobór materiału i grubości warstwy metalicznej anody umożliwia kształtowanie widma promieniowania, w tym jego zawężenie w kierunku quasi-monochromatycznym.
- Potwierdzono przydatność rozwiązań mikroinżynierskich (bonding anodowy, mikrostruktury krzemu-szkła) do produkcji zaawansowanych źródeł rentgenowskich. Stosowane materiały (krzem, szkło) oraz techniki MEMS mogą potencjalnie umożliwić seryjną produkcję o dużej powtarzalności parametrów.

Znaczenie pracy dla rozwoju dyscypliny Automatyka, elektronika, elektrotechnika i technologie kosmiczne

Przeprowadzone badania wnoszą istotny wkład w rozwój dyscypliny „automatyka, elektronika, elektrotechnika i technologie kosmiczne”, przede wszystkim poprzez opracowanie w pełni zintegrowanego, miniaturowego źródła promieniowania rentgenowskiego w technologii MEMS. Praca łączy zagadnienia mikro- i nanoelektroniki, technologii wysokich napięć oraz inżynierii próżni, demonstrując możliwość realizacji układów pracujących przy napięciach rzędu kilkudziesięciu kV w strukturach mikroskalowych. Zrealizowano hermetyczny układ integrujący źródło emisji elektronów, optykę elektronową, target transmisyjny oraz system utrzymania próżni. Otrzymane rozwiązanie stanowi istotny krok w rozwoju zminiaturyzowanych systemów funkcjonalnych o wysokim stopniu integracji, znajdujących zastosowanie w zaawansowanych systemach pomiarowych, diagnostycznych oraz instrumentacji naukowej.

Możliwe zastosowania źródła rentgenowskiego

- **Medycyna:** Miniaturowe źródło X może być stosowane w przenośnych aparatach rentgenowskich i endoskopowych urządzeniach diagnostycznych, umożliwiając obrazowanie w miejscach niedostępnych dla tradycyjnych lamp. Ponadto niewielkie rozmiary źródła

pozwalają na rozwój innowacyjnych terapii, np. lokalizowanego napromieniania tkanek przy minimalnej inwazyjności.

- **Przemysł:** Wykorzystanie w kontroli jakości i badaniach nieniszczących – miniaturowe źródła rentgenowskie mogą zasilać mobilne systemy do fluorescencji rentgenowskiej XRF i dyfraktometrii rentgenowskiej XRD (ang. *X-Ray Diffraction*), używane do analizy składu chemicznego materiałów na miejscu. Dzięki małej plamce elektronowej można uzyskiwać duże powiększenia obrazów, co jest kluczowe przy kontroli mikrostruktur (np. w elektronice). Rozwiązanie to pozwoli na łatwiejsze wdrożenie przenośnych inspekcji rentgenowskich – dotychczas stosowanych w produkcji (np. w motoryzacji czy lotnictwie).
- **Eksploracja kosmosu:** Ze względu na niską masę i niewielkie rozmiary, opracowane źródło nadaje się do zastosowań satelitarnych. Może być używane w przyrządach do spektroskopii rentgenowskiej w sondach planetarnych lub małych satelitach obserwacyjnych, umożliwiając analizę geochemiczną i obrazowanie wysokiej rozdzielczości w przestrzeni kosmicznej. Dodatkowo, perspektywnym zastosowaniem jest kalibracja detektorów rentgenowskich oraz symulacja warunków promieniowania kosmicznego.
- **Mikroanaliza *in situ*:** Miniaturowe źródło X można zintegrować z urządzeniami *lab-on-chip* do analizy składu (np. w geologii, ochronie środowiska czy archeometrii), dostarczając narzędzie do lokalnej spektroskopii fluorescencyjnej. Niewielka plamka i możliwość modulacji emisji pozwalają też na zastosowanie w transmisyjnych mikroskopach rentgenowskich oraz mikrotomografii, przy badaniu struktur biologicznych i materiałowych.

Perspektywy rozwoju

W dalszym etapie rozwoju rekomenduje się optymalizację wydajności źródła (np. zwiększenie mocy wyjściowej) oraz pogłębioną charakterystykę spektralną i prądową przy różnych warunkach pracy. Planuje się również integrację opracowanego modułu z systemami detekcji obrazowej oraz dalsze testy w rzeczywistych aplikacjach (np. w prototypach przenośnych tomografów czy mikrosystemach badawczych). Wskazane jest dalsze badanie możliwości adaptacji źródła do specyficznych potrzeb (np. generacja quasi-monochromatyczna, modulacja czasowa).

Niniejsza praca dowodzi, że miniaturowe źródła rentgenowskie MEMS stanowią obiecującą platformę dla przyszłych technologii diagnostycznych i badawczych oraz podstawę do dalszych projektów badawczych. Ich znaczenie techniczne i naukowe przekracza jedną dyscyplinę: łączy zarówno automatykę, elektronikę, elektrotechnikę oraz inżynierię kosmiczną, jak i inżynierię materiałową otwierając nowe kierunki badawcze i rozwojowe. Ostatecznie uzyskane wyniki podkreślają znaczenie przeprowadzonych badań oraz wskazują szerokie możliwości ich dalszego rozwoju i zastosowań w wielu różnych obszarach.

Rozdział 10. Publikacje

Review of X-ray detection systems

Paweł Urbański , Tomasz Grzebyk 

Faculty of Electronics, Photonics and Microsystems, Wrocław University of Science and Technology,
ul. Janiszewskiego 11/17, 50-372 Wrocław, Poland

Article info

Article history:

Received 21 Mar. 2023

Received in revised form 14 Jun. 2023

Accepted 14 Jun. 2023

Available on-line 19 Jul. 2023

Keywords:

X-ray detection;
X-ray radiation;
dosimetry;
luminescence.

Abstract

The article presents an overview and a classification of X-ray detection methods. The main motivation for its preparation was the need to select a suitable and useful method for detecting signals from a currently developed miniature micro-electro-mechanical system (MEMS) X-ray source. The described methods were divided into passive and active ones, among which can be distinguished: chemical, luminescent, thermo-luminescent, gas ionization, semiconductor, and calorimetric methods. The advantages and drawbacks of each method were underlined, as well as their usefulness for the characterisation of the miniature MEMS X-ray source.

1. Introduction

X-ray radiation is a form of electromagnetic radiation with short wavelengths (~ 1 pm to ~ 10 nm). Due to a different degree of permeability of this radiation depending on the type of material, it is widely used in many fields of analysis and research: medicine, industry, material research, and many others. This radiation can be used, for example, to test the correct assembly of electronic components on production lines, for imaging the human or animal body in medicine, or for material analyses [1, 2]. In addition, since the X-ray radiation is a type of ionizing radiation, it is used in medical therapies, e.g., in radiotherapy [3].

X-rays are generated usually by X-ray lamps [4] which differ in size (from 2 mm to few cm in length), energy (from several keV to few hundred keV), materials used for target and housing, type of electron emitter (thermal, field, or other), and mode of operation (reflective or transmission).

The authors are especially interested in miniaturization of X-ray sources. They are developing a micro-electro-mechanical system (MEMS) X-ray source made of silicon

and glass that operates at low energies [5–7]. This X-ray source contains four electrodes: a cathode with a tip coated with carbon nanotubes, an extraction gate, a focusing electrode, and a target (Fig. 1). To ensure a consistently high vacuum in the structure, the ion-sorption micropump has been integrated into the X-ray source. The electrodes of the X-ray source and the pump are insulated by glass spacers with proper via holes. The various layers of silicon and glass are bonded together by anodic bonding to form a hermetically sealed vacuum enclosure.

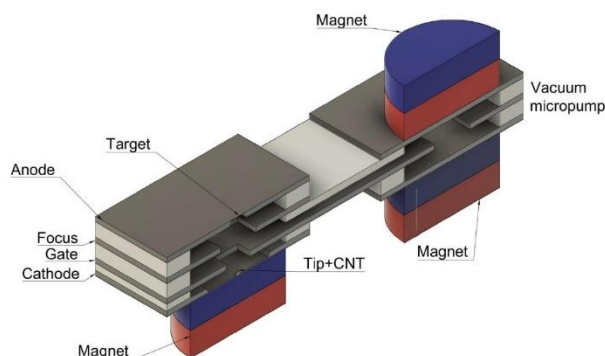


Fig. 1. Scheme of the MEMS X-ray source.

*Corresponding author at: pawel.urbanski@pwr.edu.pl

The source operates in a transmission mode, electron beam is focused on the target and X-rays leave the source only through a small membrane made in its centre. It is intended that the source will generate low-energy X-rays ($E < 25$ keV, $I < 100$ μ A) and the electron spot should be as small as possible. The small size of the source, operation at low radiation energies, and small focal spot are expected to enable unique applications, such as production of magnified images of small, e.g., biological objects or obtaining X-ray fluorescence (XRF) spectrograms.

Each X-ray system, except a source of radiation also requires a suitable detector, which can be used for characterising the source parameters at the development stage, or for imaging and other analysis – during exploitation. Thus, to be able to develop any new X-ray source, the first activity is to choose a proper detection method. In the case of this study, it is mostly necessary to assess the influence of different parameters of the source (its geometry, materials, and manufacturing techniques) on the intensity and shape of the X-ray beam, as well as its spectrum, and to optimize them at the development stage.

X-ray detectors are instruments used to measure and analyse spatial distribution, dose, energy, and other parameters of the radiation. These instruments should provide information of at least one of the following:

- presence of radiation,
- amount of radiation, relative or absolute, at a given moment,
- radiation energy.

There are different ways to classify X-ray detection methods and systems.

X-ray measurements can be performed both at a single spot and on a matrix. Point measurements are most often used to determine the value of the radiation in each area (dosimetric measurements) or detect its presence. Matrix measurements are performed as a compilation of many point measurements except that, unlike dosimetric measurements, it is not necessary to determine a specific parameter value, but they can be restricted only to relative values. However, some detectors allow to measure direct values in each point of the matrix.

Dosimetric measurements can be further classified according to the measured quantities:

- radiation dose measurement,
- measurement of radiation dose rate [5].

Detectors, considering the process of receiving information, can also be divided into passive and active detectors [3]. One of the first X-ray detectors were photographic plates. The use of photographic plates is a good passive method of obtaining qualitative information, but it is not suitable for quantitative measurements of, e.g., radiation intensity or spectral characteristics. Due to the need for quantitative information about X-rays, other types of X-ray detectors have been developed. Some of them are Geiger-Müller counter, proportional counter, scintillation counter, semiconductor detector, and many others.

The aim of this work is to review X-ray measurement methods and choose the best methods for applications in detecting signals from a miniature MEMS X-ray source. The sought detection system should ensure repeatability of measurement results, possibility of multiple usage, short time between successive measurements, ability to perform

matrix measurements, and ability to detect X-rays with energies below 25 keV.

2. Passive detection

Passive detectors allow to obtain information about the radiation parameters affecting its active element. The received information concerning, e.g., radiation dose or spatial distribution of the beam requires additional processing. These detectors do not require power during measurement [3].

2.1. Chemical detectors

Ionizing radiation such as X-rays can initiate certain chemical reactions. Chemical detectors use some of these reactions to measure ionizing radiation. Constructions using such phenomena are, for example, the Fricke and Morse dosimeters whose operation is based on the oxidation of divalent iron to trivalent iron under the influence of ionizing radiation. With these dosimeters, the amount of iron produced by irradiation of an air-saturated iron sulphate solution is proportional to the radiation dose. As a result of chemical reactions involving water radiolysis products, Fe^{2+} ions are transformed into Fe^{3+} . The accumulation of Fe^{3+} ions causes intense light absorption with a wavelength of 307 nm. The dose of ionizing radiation is determined based on the absorption of visible light on a spectrophotometer. The typical reaction efficiency in this type of dosimeter is $G = (15.5 \pm 0.5)$ ions/100 eV. In another type of iron sulphate dosimeter, a solution of potassium thiocyanate is added to the irradiated active solution causing the whole mixture to turn red. The colour is due to the interaction of potassium thiocyanide with Fe^{3+} ions, formed because of the interaction of the active solution with ionizing radiation. The intensity of the colour is proportional to the concentration of Fe^{3+} ions, i.e., the dose of radiation. Detectors based on the cerium sulphate solution work in a similar way. Interaction with ionizing radiation of the tetravalent cerium ion causes its transformation into the trivalent state. This causes selective absorption of light in a 302 nm band which is manifested by colouration [8].

Another type of chemical detectors of ionizing radiation are detectors that measure the number of products of chemical reactions. Such detectors are based on, for example, carbon tetrachloride (CCl_4) or nitrous oxide (N_2O). Chemical detectors are used to measure large doses of ionizing radiation from sources with an activity of tens of curies (Ci). In the case of iron-sulphate detectors, they are used to measure radiation doses up to 500 Gy, while cerium-sulphate detectors measure radiation doses up to 10^4 Gy [8].

2.2. Photographic plates

Separate type of chemical detectors are photographic plates. These types of detectors are used to register the spatial distribution of the X-ray beam. The detection process is based on irradiating silver halide crystals contained in the emulsion that covers the film. As a result of X-ray irradiation, the silver halide particles are excited and remain in this state for an indefinite period. Grains

containing excited particles are converted by a chemical process into metallic silver, making the grain more visible. Visually, this is manifested by the blackening of this area. The emulsions used in photographic plates consist of a suspension of silver halide grains in an inert gelatine material. Photographic emulsions used for radiation detection fall into two main groups: radiographic films and nuclear emulsions. Nuclear emulsions are used to record the tracks of single charged particles, while radiographic films record the cumulative effect of many radiation interactions in a specific area in the form of this area darkening [9].

Chemical detectors, including photographic plates, are highly sensitive to X-rays, but the time from the measurement to obtaining output information is long. In addition, in the case of photographic films, further measurements are not possible since they are disposable. They are also sensitive to changes in external conditions, such as exposure to visible light which results in the problem of repeatability of measurements. These problems discredit chemical detectors for the reliable use in measuring signals from the X-ray source being developed.

2.3. Luminescent detection

Another type of X-ray measurements is detection using luminescence phenomena. They are based on the emission of light waves by active elements of the detectors as a result of the luminescent material excitation by a factor other than that causing only the thermal radiation emission. The phenomenon of luminescence can be directly used for the detection of ionizing radiation, e.g., in detectors using X-ray luminescence or radioluminescence where the phenomenon of luminescence is caused by the absorption of ionizing radiation. Luminescence can also be used as an indirect factor, e.g., in phosphor plates that absorb ionizing radiation and then emit visible light. The emission of light from the phosphor plate occurs as a result of photoluminescence. To cause this phenomenon, it is necessary to illuminate the phosphor plate with laser light after some prior exposure to ionizing radiation [10].

2.4. Detection using scintillators

The next type of X-ray detectors are scintillators. Scintillators are elements that, under the influence of ionizing radiation, emit electromagnetic radiation with a much longer wavelength, usually in the ultraviolet, visible, or infrared range. The passage of the molecule through the scintillation material causes the ionization process because of which its molecules and atoms are excited, and then, as a result of appropriate mechanisms dependent on the radiation energy, they emit light pulses. As a result of exposure to ionizing radiation, only part of the incoming energy causes scintillation, the rest is converted into thermal energy. The light emitted as a result of the scintillation phenomenon has a random direction which makes it necessary to use reflective layers that surround the scintillation material. In scintillators, doping of the scintillation material is often used to create additional energy levels. This results in a reduction in radiation absorption of the material generated by the scintillation which makes this material transparent to the radiation it emits [11].

The impact of X-ray or γ radiation on the scintillation material, depending on the energy, causes the occurrence of three mechanisms of electromagnetic interactions to varying degrees which are: photoabsorption, Compton scattering, and production of electron-positron pairs.

In the case of processing low-energy radiation (up to several hundred keV for heavy materials), photoabsorption is the dominant process. This mechanism involves the transfer of energy by the interacting photon to an electron from one of the electron shells of the absorber atom. The result is the creation of a photoelectron ejected with a kinetic energy equal to the energy of the incident photon minus the binding energy of the electron in its shell. Subsequently, the reorganization of the electron cloud causes the filling of electron gaps, resulting in the emission of Auger electrons. The highest probability of this process occurs when the energy of the initiating photon is comparable to that of the electron on one of the shells of the absorber atom.

Compton scattering is the dominant process when the radiation energy is greater than a few hundred keV. The probability of Compton scattering depends on the electron density in the scattering medium. The probability of this phenomenon increases linearly with the atomic number Z of the absorber material. This process is because the incident photon transfers only a part of its initial energy to an electron on one of the shells of the absorber atom and scatters at a certain angle θ with respect to the original direction. The electron ejected as a result of the photon interaction with an absorber atom is then absorbed by the scintillator, as a result of which energy is released according to (1)

$$E_e = E_\gamma - E'_\gamma - E_w, \quad (1)$$

where E_γ – initial photon energy, E_w – electron binding energy, E'_γ – energy of the scattered photon (at electron rest mass of m_0) equals to (2)

$$E'_\gamma = \frac{E_\gamma}{1 + \frac{E_\gamma}{m_0 \cdot c^2} (1 - \cos\theta)}. \quad (2)$$

The third mechanism that occurs in the scintillator is the production of electron (e^-) positron (e^+) pairs above the energy threshold of 1.02 MeV. This mechanism occurs mainly in the electric field of nuclei and to a lesser extent in the electric field of the electron cloud. The probability of this process, as in the case of photoabsorption and Compton scattering, is higher for materials with a high atomic number Z [11].

When the energy of the electron is high enough to reach the ionization threshold, free carriers are created which move randomly in the crystal until they encounter a defect through which they are trapped or recombine in the luminescent medium. If the ionization threshold is not reached, the electron and the hole release some of their energy as a result of coupling with lattice vibration modes, until the top of the valence band for the hole and the bottom of the conduction band for the electron are reached.

For a material to be a scintillator, it must contain luminescent centres. These are external ions, which are usually dopants or internal ions in the form of a molecular

lattice system, or its defects in which there is a radiative transition between an excited state and a lower energy state. In the scintillator, to avoid re-absorption of the emitted light, it is necessary that the energy levels involved in the radiation transition are lower than the band gap [11].

In the scintillation detection, the detectors efficiency is highly dependent on geometric dimensions of the scintillator. A larger input surface of the scintillator makes it possible to absorb more photons of ionizing radiation. The photons absorption by the scintillator is also affected by its thickness and photon energy. Higher photon energy typically results in the need for thicker scintillators to achieve the same efficiency. Scintillation detectors are perfect for direct observation of radiation from small sources of ionizing radiation [11].

Both scintillators are commercially available in various forms such as, e.g., powder, foil which allows for their easy adaptation to complex shapes. This is a significant convenience when integrating with a small X-ray source, e.g., by placing a detection element closely above the source. The ease of shaping these elements and combining them with the developed source significantly extends its future applications. In addition, luminophore and scintillators allow for matrix measurement. Depending on the type of luminophore or scintillator, the luminescence decay time may be low enough to make X-ray films. Numerous advantages of these elements make them a candidate for use in the detection of radiation from a miniature MEMS X-ray source.

2.5. Radioluminescent fiber optic sensors

Radioluminescent fibre optic sensors are another type of detectors capable of recording X-rays. They are typically used to detect high-energy radiation and allow real-time monitoring of the radiation beam. Thanks to them it is possible to determine both the dose of radiation, its intensity, and the spatial distribution of the beam in the case of using a matrix of many optical fibres. These sensors have a high radiation durability due to the use of silica optical fibres. The fibres are properly doped with rare earth elements, thus they can be adapted to the specific energy range of ionizing radiation. The radioluminescent optical fibre sensor consists of: small radioluminescent scintillator, optical fibre, and optical detector (e.g., photomultiplier, photodiodes).

In these detectors, the problem is the effect of false luminescence which arises as a result of radiation affecting the optical fibre. This makes it necessary to cut off this signal from the signal coming from the scintillator to avoid a drastic deterioration of the detector properties. False luminescence can be generated in an optical fibre due to the phenomena of fluorescence, phosphorescence, and the Cherenkov phenomenon. The fluorescence in the optical fibre arises due to the intrinsic scintillation properties of the optical fibre material. There are several solutions to distinguish a signal coming from radioluminescence in the scintillator from a false one. One of them is to use the same optical fibre in parallel as a reference, only without the scintillator, and then subtract the signals generated by the two optical fibres. This solution is effective but increases the physical size of the detector and reduces its spatial resolution [12].

These detectors have slight disturbances of the intercepted radiation which allows for both precise determination of the radiation dose value at each point and good spatial resolution of the measurement. In addition, they are characterised by high sensitivity and repeatability of measurement, insensitivity to environmental conditions, high radiation stability and non-toxicity which is particularly important in medical applications [12].

Radioluminescent fibre optic sensors can perform repeatable and precise measurements with good spatial resolution, however, majority of available products do not allow the detection of X-rays with low energies below 25 keV which makes it harder to use them to detect signals from the X-ray source being developed.

2.6. Phosphor plate radiography

The radiography of phosphor plate (PSP) uses the phenomenon of photostimulated luminescence (PSL) and allows to obtain an image of the spatial distribution of the radiation beam. The PSP is a memory plate which means that the image is not obtained immediately after exposure to X-rays but only after irradiation with electromagnetic radiation in the range of visible light of appropriate power. The PSP consists of three basic layers: the carrier substrate, the photostimulated phosphor layer, and the protective layer [13].

The operation of the PSP is based on the stable energy changes of atoms caused by the interaction of X-rays which results in the formation of a latent image. These changes are proportional to the number of interacting X-ray photons. Obtaining a visible image from a latent image causes the phenomenon of photoluminescence. The PSP board is illuminated with a beam of light from a laser of appropriate power. This causes excitation of atoms which results in a further stage in a return to the ground state and emission of visible light. Its intensity is proportional to the intensity of radiation with which the plate was illuminated. The emitted visible light can be recorded by a visible light detector, e.g., a CCD matrix [13].

Due to the long time between the measurement and its reading, the method based on PSP radiography is not suitable for useful measurements of signals from a miniature X-ray source.

2.7. Thermoluminescent detectors

Another type of detectors based on luminescence phenomena are thermoluminescent detectors (TLDs). The principle of operation of these detectors is based on the emission of visible light by an active substance caused by its heating resulting from the absorption of the radiation dose. The intensity of the emitted visible light is proportional to the dose of radiation dose. The active substance in these detectors is a thermoluminescent luminophore, mainly a dielectric material, with defects in the crystallographic lattice. They act as traps or metastable energy levels. To prevent electrons from moving between the traps, defects are spaced sufficiently far from each other. When the active substance is exposed to radiation, some of electrons are trapped as a result of which they are transferred to a metastable energy level. Then, because of heating, the electrons get out of the traps to a higher energy

level and then return to the ground state, resulting in the emission of visible light photons. After the heating process, the TLDs can be reused [1]. The process of changes that occurs in the thermoluminophore as a result of interaction with ionizing radiation is shown in Fig. 2.

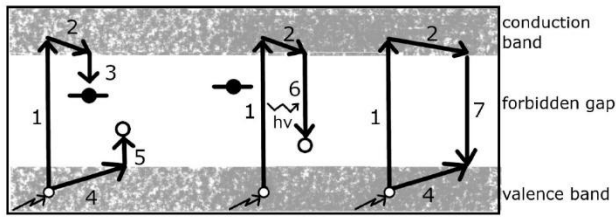


Fig. 2. The process of changes in the electron configuration of a thermoluminophore under the influence of exposure to ionizing radiation.

Subsequent changes in the electron configuration are marked in Fig. 2 as:

1. Transition of the electron to the conduction band as a result of the energy supplied from ionizing radiation.
2. Electron movement in the conduction band.
3. Electron trapping.
4. Displacement of the hole created as a result of the ejection of an electron by ionizing particle.
5. Recombination of the hole with the electron coming from the luminescence centre.
6. Recombination of the electron with the luminescence centre causing the emission of light which occurs during irradiation of the crystal.
7. Recombination of an electron with a hole in the valence band which does not lead to luminescence [14].

In TLDs, light intensity is measured as a function of temperature using a photomultiplier system and a counting system. The photomultiplier is an element that converts electromagnetic radiation into current pulses and amplifies them. The resulting current pulses are then counted by the counting system. The data obtained provide information on the dose of radiation absorbed by the active element in each period [1].

TLDs, despite their high sensitivity, do not fulfil all the requirements for application in a miniature X-ray source because of the need of using photomultipliers whose geometric dimensions significantly limit the possibility of combining these detectors into measurement matrices.

2.8. Porous dielectric detectors

Another type of X-ray detector are dielectric detectors. One of them is a porous dielectric detector (PDD). PDDs are elements allowing to determine the dose of radiation affecting the active element. The operation of this type of detectors is based on electrical discharge machines (EDM) mechanism occurring in porous dielectrics. As active materials, porous dielectrics, such as CsI, CsBr, KCl, KBr, Na₃AlF₆, MgO are the most often used. In the active material, electrons and holes are generated in the pore walls under the influence of ionizing radiation. When the energy of the generated electrons is high enough, secondary electrons and holes can also be produced creating successive electron-hole pairs. An electric field is applied to the active

layer which accelerates the secondary electrons in the pores. This process works in an avalanche when the electron emission coefficient $G > 1$ because of which accelerated electrons produce more secondary electrons and holes on the surfaces of the pore walls (Fig. 3). For PDD to work stably and have good spatial resolution, it is necessary to provide vacuum conditions, with a vacuum better than $7 \cdot 10^{-3}$ Tor. The advantage of these detectors is their very good time resolution [15].

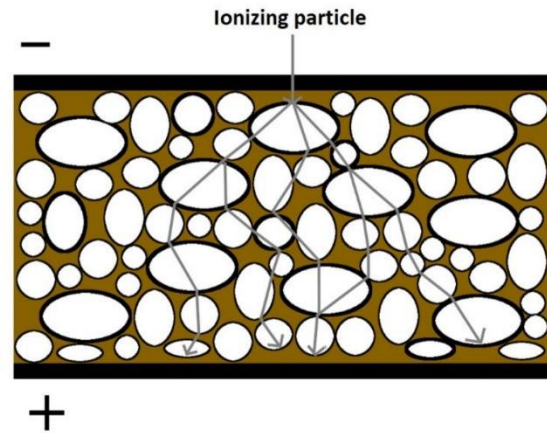


Fig. 3. Schematic view of drift and multiplication by ionization of electrons in porous dielectrics under the action of an external electric field. (based on Ref. 15).

With their construction considered, PDDs can be divided into multiwire and microstrip detectors. Multiwire porous detectors consist of an anode in the form of wires, a cathode, and a porous dielectric material between them (Fig. 4).

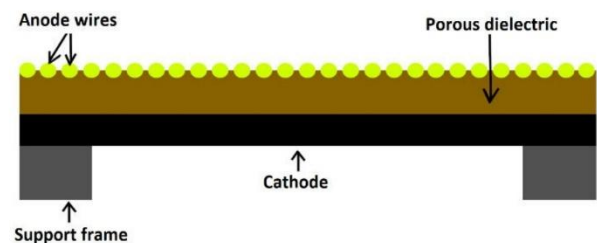


Fig. 4. Schematic view of a multiwire PDD. (based on Ref. 15).

The microstrip detector is made of an insulating plate covered with metal strips, a microgrid anode, and a porous dielectric material between them (Fig. 5) [15].

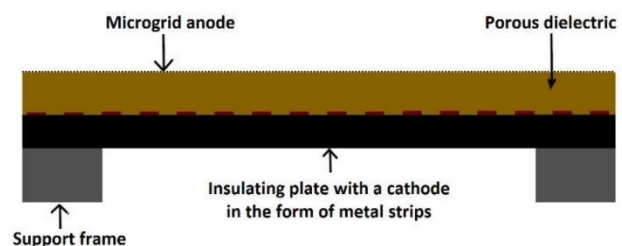


Fig. 5. Schematic view of a microstrip PDD. (based on Ref. 15).

Dielectric detectors are mainly intended for the detection of hard X-rays; therefore, they cannot be used in conjunction with the developed X-ray source.

3. Active detection

Active detectors provide information about the impact of the ionizing radiation beam on its active element. This information appears in the form of an electrical impulse in real time. These detectors require power during measurement. These detectors include scintillation counters, gas detectors, semiconductor detectors, and calorimetric detectors [3].

3.1. Gaseous ionization detector

Gaseous ionization detectors are constructed of a tank with a special gas and electrodes to which a high voltage is connected. The irradiated gas is ionized and the electric field causes it to drift and, as a result, an electrical impulse is generated.

One of the gas detectors is the Geiger-Müller counter. It is a counter of ionizing radiation that allows to determine the dose of this radiation, but without the possibility of the selective measurement of its type and without the possibility of measuring radiation intensity. The basic element of this device is a Geiger-Müller tube which is constructed in the form of a simple gas lamp containing two electrodes. The outer housing in the form of a hermetic cylindrical tube made of metal or glass with a conductive layer sputtered onto it is a cathode in this case. On the other hand, it is made as a thin tungsten wire placed inside the housing. Inside the housing, there is argon with the addition of alcohol vapour.

The operation of this counter is based on the phenomenon of ionization of the gas trapped inside the tube under the influence of ionizing radiation and the acceleration of molecules in the electric field generated by the applied high voltage (~400 V). The ionization of argon causes the detachment of negatively charged electrons from its atoms which results in the formation of positive argon ions (Ar^+). Positive argon ions and detached electrons are accelerated in the electric field. Argon ions go to the walls of the tube, which is the cathode, and electrons go towards the anode. Accelerated argon ions heading towards the cathode often collide with other non-ionized argon atoms, leading to their further ionization, therefore this process leads to an avalanche discharge. The excitation of argon atoms also causes the emission of ultraviolet radiation which intensifies the effect of knocking electrons out. Avalanche discharge is manifested by a temporary current flow between the cathode and the anode which in a closed circuit with a resistor causes a voltage drop. The registration of such a pulse allows to conclude that ionizing radiation has just penetrated the tube. The Geiger-Müller counter allows to count pulses but it is necessary that the voltage returns to the level from before the discharge; otherwise, it would be impossible to count subsequent pulses. Due to the need for the voltage to return to its original state, there is a certain time during which the radiation cannot be registered. Reducing this time is achieved by adding alcohol vapours, i.e., polyatomic molecules, to argon which usually fill about 10% of the total volume. Polyatomic particles absorb ultraviolet radiation and prevent electron ejection from the cathode which extinguishes the discharge [16].

Gas detectors are used for spot measurements. Due to their large dimensions compared to those of the miniature X-ray source and their inability to perform matrix measurements, they do not meet the requirements for the sought-after detection system.

3.2. Calorimetric detectors (calorimeters)

Calorimeters are detectors of ionizing radiation; their operation is based on a thermodynamic transformation. Their operation mechanism is based on the measurement of thermal energy generated as a result of exposure to ionizing radiation. The energy of ionizing radiation absorbed by the active material of the detector is converted into heat which increases the temperature in the absorbing medium of the detector.

These detectors are mainly intended for recording large doses of radiation due to small changes in temperature caused by radiation absorption. In calorimeters, the active material must have the lowest possible heat capacity to achieve the largest temperature changes caused by exposure to radiation. Calorimeters are characterised by a high accuracy of measurement of the absorbed dose with a measurement uncertainty < 1%.

There are many types of calorimeter designs but each one consists of two main elements which are the active medium made of a material that absorbs and converts ionizing radiation into heat and a temperature sensor [17].

In the past, calorimeters were manufactured as large devices, e.g., water calorimeters [3] but today they are increasingly manufactured in the form of chips. Miniaturized calorimeters with absorbers only a few mm thick are now widely used and many studies are being conducted on their new designs [18–20]. Such chip calorimeters allow the creation of 2D and 3D detector arrays allowing the measurement of spatial variability of radiation [21]. Miniature calorimeters are currently manufactured, for example, as a combination of a thermistor in the form of a thin layer of vanadium oxide and an absorber in the form of a microstructure of SU-8 resin. This type of detector is perfect for X-ray detection [22].

3.3. Semiconductor detectors

The next type of active X-ray detectors are semiconductor detectors. They use the phenomenon of ionization in a solid-state materials. They are used mainly to detect X-rays and γ radiation. These detectors determine the dose and intensity of radiation. Due to their small geometrical dimensions, they can also be used in the form of sensor matrices making it possible to determine the spatial distribution of the radiation beam. The basic element of these detectors is a reverse-biased p - n semiconductor diode. In the normal state, the diode does not conduct electricity but, as a result of exposure to ionizing radiation, enters the active region. Under the influence of ionizing radiation, electron-hole pairs are generated which are attracted by the electrodes which results in the appearance of an electrical impulse. The operation of these detectors is like the attraction of electron-ion pairs by the electrodes in the ionization chamber. Semiconductor detectors are much more sensitive than gas detectors because the energy

needed to create electron-hole pairs in a semiconductor (3.7 eV for silicon and 2.8 eV for germanium [23]) is on average about ten times less than the energy needed to ionize an atom in gas [9]. This means that in a semiconductor, a molecule of a given energy will produce on average about ten times more current carriers than in a gas. As a result, semiconductor detectors have a very good energy resolution. Semiconductor detectors are additionally often cooled with liquid nitrogen. This is to improve their energy resolution, due to the reduction of the semiconductor resistance when the temperature drops [5].

Semiconductor detectors provide good measurement resolution, enabling matrix measurements and dosimetric measurements of radiation energy which makes them a good solution for measuring radiation from a miniature MEMS X-ray source. However, choosing an optimal semiconductor detector from commercially available solutions is not that easy. X-ray cameras used most frequently for medical imaging are dedicated to high-energy radiation and often do not allow adjustment of any acquisition parameters [24]. Semiconductor spectrometers based on silicon drift detectors (SDDs) allow to determine the energy of X-ray radiation with a very good resolution (electronic impulses are proportional to photon energy) [25]. However, they are very sophisticated instruments requiring cooling and vacuum packaging which leads to the fact that only spot measurements are possible.

An example of a semiconductor detector that allows for measuring both spatial distribution and energy is the MiniPIX TPX3 camera from Advacam [26]. This camera captures the spectrum of the measured X-rays in each pixel. Thanks to the ability to measure energy, position, and time, the device can digitally record traces of interacting ionizing particles. The minimum energy detected by this camera is 3 keV (for Si sensor active material) and 5 keV (for CdTe active material); however, the energy resolution is 0.5–1 keV for Si and 1.1–3.6 keV for CdTe which is much worse than for SDDs. The biggest advantage is that the camera enables recording the image with a resolution of 256×256 pixels. This apparatus is ideal for initial characterisation of the developed X-ray source. Although it does not ensure as good spatial resolution as scintillator detectors and as good energetic resolution as SDDs, it is a good compromise solution.

3.4. Scintillation detectors and counters

The scintillation detector consists of the previously described scintillator and a detection system in the form of, for example, photomultiplier, photodiode, avalanche photodiode, or CCD matrix. The scintillator itself is a passive element but in combination with other elements processing and amplifying its signal, it is an active detector. One of the most frequently used detectors in combination with a scintillator is a photomultiplier. Photomultipliers are usually cylindrical in shape, several cm long and several in diameter. The photomultiplier in its construction has a window on one of the walls covered with a thin material that forms a photocathode. As a result of exposure of the photocathode to electromagnetic radiation, electrons are emitted as a result of the photoelectric effect. The number of electrons ejected is proportional to the number of scintillations in the scintillator. The ejected electrons provide

only a small impulse that is impossible to observe directly; therefore, it is necessary to amplify it. The pulse amplification mechanism is implemented by dynodes powered by high voltage from a voltage divider, ensuring a constant potential difference between successive dynodes. The ejected electrons are accelerated in the electric field between the series of dynodes. The accelerated electrons knock out more electrons from dynodes. This causes an increase in the number of electrons that go to the anode and, as a result, give a measurable electrical impulse. Despite the amplification of the pulse by dynodes, the current is still small, therefore, it is necessary to use preamplifiers and linear amplifiers (Fig. 6) [9].

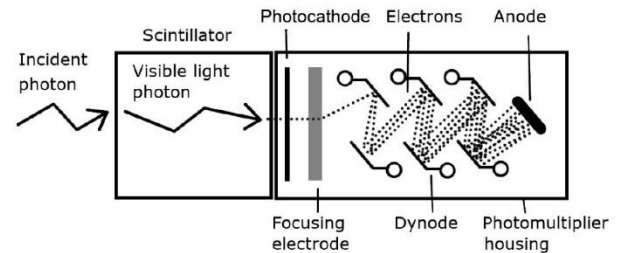


Fig. 6. Schematic appearance of a scintillation counter. (based on Ref. 27).

Combining a scintillator with a photomultiplier is used to determine the total value of the absorbed radiation dose. An array measurement is required to register the resulting X-ray image. For this purpose, in conjunction with the scintillator, matrix detectors are used, e.g., CCD or CMOS matrices which record the light emitted by the scintillator [27]. In this case, the spatial resolution can be very high. It depends only on the scintillator grain size (can be nanometric) and the applied visible light camera which are currently very well developed.

4. Detection of signals from a miniature MEMS X-ray source

The miniature source of MEMS X-ray radiation developed in our group, in its concept, allows the generation of a point beam of low-energy X-rays. One of the potential applications of this source is the imaging of small objects, e.g., biological ones. The other is the XRF system. Due to the small dimensions of the source, a reasonable solution to detect its signals is to use small detection elements that can be placed within a short distance from it. Due to both, the future applications and the current need to optimize the elements of the source and characterise the generated beam, two types of detectors chosen from all presented in this article seem to be most appropriate.

5. Conclusions

The first solution suitable for intensity and spatial distribution measurements consists of combining a luminophore or scintillator in the form of a pressed powder applied to a carrier surface, e.g., foil, with a visible-light detector, e.g., in the form of a CCD or CMOS camera. This solution will provide the possibility of studying the influence of X-ray source parameters on the parameters of

the received X-ray beam, such as the relative value of radiation intensity, spot width, and shape. In addition, this solution can be used for X-ray imaging of objects. The other instrument, which enables the measurement of energetic distribution, is a semiconductor SDD detector. It allows to acquire the spectrum of X-ray radiation which can be especially important when choosing proper target material and adjusting electron beam energy. Moreover, it can be used together with the MEMS X-ray source to form a complete miniature XRF system. As mentioned previously, a compromise solution which allows for both spatial and energy-dependent measurements is Advacam camera, but in that case both parameters will have limited resolution.

Acknowledgements

The work was financed by the project UMO 2021/41/B/ST7/01615 of Polish National Science Centre.

References

- [1] Swiątek, Z. & Fodchuk, I. X-Ray topography of the subsurface crystal layers in the skew asymmetric reflection geometry. *Arch. Metall. Mater.* **61**, 1931–1938 (2016). <https://doi.org/10.1515/amm-2016-0310>
- [2] Mackiewicz, P. & Szydło, A. Application of X-ray tomography to assess fatigue structural changes in asphalt mixtures. *Bull. Pol. Acad. Sci. Tech.* **67**, 307–315 (2019). <https://doi.org/10.24425/bpas.2019.128604>
- [3] Stark, G. X-ray Definition, History & Facts. *Encyclopedia Britannica* (2023). <https://www.britannica.com/science/X-ray>
- [4] Behling, M. *Diagnostic, X-Ray Sources, Technology, Manufacturing, Reliability*. (Boca Raton, Taylor and Francis, CRC Press, 2015).
- [5] Górecka-Drzazga, A. Miniaturowe źródła promieniowania rentgenowskiego. *Prz. Elektrotechniczny* **90**, 108–112 (2014). (in Polish) <https://doi.org/10.12915/PE.2014.11.30>
- [6] Grzebyk, T., Turczyk, K., Górecka-Drzazga, A. & Dziuban, J. A. Towards a MEMS Transmission Point X-ray Source. in *34th International Vacuum Nanoelectronics Conference (IVNC)* 1–2 (IEEE, 2021). <https://doi.org/10.1109/IVNC52431.2021.9600697>
- [7] Urbanski, P., Bialas, M., Krysztof, M. & Grzebyk, T. Mems X-Ray Source: Electron-Radiation Conversion. in *21st International Conference on Micro and Nanotechnology for Power Generation and Energy Conversion Applications (PowerMEMS)* 42–45 (IEEE, 2022). <https://doi.org/10.1109/powermems56853.2022.10007561>
- [8] Borrelly, S. I., Duarte, C. L. & Sampa, M. H. O. Ionizing Radiation As A Tool For Detoxification of Whole Effluents. in *Recent Advances in Multidisciplinary Applied Physics* (ed. Méndez-Vilas, A.) 259–264 (Elsevier, 2007). <https://doi.org/10.1016/B978-008044648-6.50042-2>
- [9] Knoll, G. F. *Radiation Detection and Measurement*. (John Wiley & Sons, 2010).
- [10] Cebim, M. A., Oliveira, H. H. S., Krauser, M. O. & Davolos, M. R. X-Ray-Excited Optical Luminescence. in *Recent Advances in Complex Functional Materials* (eds. Longo, E. & de Almeida La Porta, F.) 177–193 (Springer International Publishing, 2017). https://doi.org/10.1007/978-3-319-53898-3_7
- [11] Lecoq, P. Scintillation Detectors for Charged Particles and Photons. in *Particle Physics Reference Library Vol. 2, Detectors for Particles and Radiation* (eds. Fabjan, C. W. & Schopper, H.) 45–89 (Springer International Publishing, 2020). https://doi.org/10.1007/978-3-030-35318-6_3
- [12] Veronese, I. et al. Radioluminescence dosimetry by scintillating fiber optics: the open challenges. *Proc. SPIE* **8852**, 88521L (2013). <https://doi.org/10.1117/12.2027041>
- [13] Sampaio-Oliveira, M. et al. How does ambient light affect the image quality of phosphor plate digital radiography? A quantitative analysis using contemporary digital radiographic systems. *Sensors* **22**, 8627 (2022). <https://doi.org/10.3390/s22228627>
- [14] Niewiadomski, T. Dozymetria Termoluminescencyjna w Praktyce. (Instytut Fizyki Jądrowej im. Henryka Niewodniczańskiego, 1991). (in Polish)
- [15] Wiedemann, H. *Advanced Radiation Sources and Applications*. (Springer Science & Business Media, 2004).
- [16] Bartuś, T. *Licznik Geigera-Müllera – Zasada Działania*. (2022). <http://home.agh.edu.pl/~bartus/index.php?action=efekty&subaction=arduino&item=30> (in Polish)
- [17] Fabjan, C. W. & Fournier, D. Calorimetry. in *Particle Physics Reference Library Vol. 2, Detectors for Particles and Radiation* (eds. Fabjan, C. W. & Schopper, H.) 201–280 (Springer International Publishing, 2020). https://doi.org/10.1007/978-3-030-35318-6_6
- [18] Khaw, M. K., Mohd-Yasin, F. & Nguyen, N. T. Microcalorimeter: Design considerations, materials and examples. *Microelectron. Eng.* **158**, 107–117 (2016). <https://doi.org/10.1016/j.mee.2016.03.050>
- [19] Koh, L., Lee, W. & Shin, J. H. High-sensitivity chip calorimeter platform for sub-nano watt thermal measurement. *Sens. Actuator A Phys.* **241**, 60–65 (2016). <https://doi.org/10.1016/j.sna.2016.02.001>
- [20] Feng, J., Svatoš, V., Liu, X., Chang, H. & Neužil, P. High-performance microcalorimeters: Design, applications and future development. *Trac-Trends Anal. Chem.* **109**, 43–49 (2018). <https://doi.org/10.1016/j.trac.2018.09.017>
- [21] Torres, F. E. et al. Enthalpy arrays. *Proc. Natl. Acad. Sci. U.S.A.* **101**, 9517–9522 (2004). <https://doi.org/10.1073/pnas.0403573101>
- [22] Kim, J. et al. Development and application of chip calorimeter as an X-ray detector. *Curr. Appl. Phys.* **20**, 337–343 (2020). <https://doi.org/10.1016/j.cap.2019.11.020>
- [23] Bilski, P. *Detekcja i Detektory Promieniowana Gamma oraz Pomiary Energii Fotonów*. (2022). (in Polish) <http://www.if.pw.edu.pl/~pluta/pl/dyd/mfj/zal03/bilski/index.html>
- [24] REMEDI Revolution in Medical Device. *Portable X-Ray Digital Camera*. (2023). <https://remedihc.com/product-portable-x-ray/>
- [25] KETEK GmbH. *Silicon Drift Detectors (SDD)* – KETEK GmbH. (2023). <https://www.ketek.net/sdd/>
- [26] ADVACAM MiniPIX TPX3 X-ray diffraction camera for Non-Destructive-Testing. (2023). <https://advacam.com/camera/minipix-tpx3>
- [27] Kisiel, A. *Scyntylatory*. (2022). (in Polish) <https://docplayer.pl/206781397-Scyntylatory-a-kisiel-scyntylatory.html>



CNT-PVP field electron source formed by thermo-mechanical pulling of carbon nanotubes

Paweł Urbański^{*}, Piotr Szyszka, Tomasz Grzebyk

Faculty of Electronics, Photonics and Microsystems, Wrocław University of Science and Technology, 11/17 Janiszewski St., 50-372 Wrocław, Poland

ARTICLE INFO

Keywords:

Carbon nanotubes
Field emission
Vacuum
Mems

ABSTRACT

The article presents a novel nanomaterial-based field electron source intended for use in MEMS (micro-electromechanical system). The emitter structure consists of a composite of carbon nanotubes (CNTs) and cross-linked polyvinyl-pyrrolidone (PVP). Its production process is based on the thermo-mechanical extraction method. This source is characterized by a low threshold voltage, high current, high thermal resistance and the possibility of uninterrupted operation for many hours. Due to their ease of forming and high thermal resistance, CNT-PVP composites are perfect as electron sources for MEMS systems. Such emitters perfectly withstand the conditions of anodic bonding without compromising their emission properties after the process.

1. Introduction

Field emitters are key elements of advanced instruments such as high-brightness displays, electron microscopes, X-ray sources, and other vacuum electronics applications [1–8]. In recent years, significant progress has been made in the materials and structures used for field emitters using nanomaterials, which has contributed to the improvement of emission parameters such as stability, emission current, and device lifetime [9,10].

Nanomaterials have significantly revolutionized field emission technology, offering unique emission properties that surpass the capabilities of traditional materials [11]. Carbon nanotubes are one of the most studied nanomaterials in the context of field emission. They are characterized by a low emission threshold voltage, high stability, and the ability to generate high current densities [9,12–14]. The high electrical conductivity and mechanical strength of CNTs make them excellent materials for use in field emitters, but their efficiency can be limited by difficulties in controlling the uniformity and orientation of nanotubes on the substrate and potential degradation under the influence of high currents and electric fields [12,13,15,16].

Another important nanomaterial used in field emitters is graphene and other two-dimensional (2D) materials such as transition metal dichalcogenides [17,18]. These materials, due to their high electrical conductivity and the possibility of integration in microelectronic devices, offer great potential in field emission applications [19]. Graphene is characterized by a low emission threshold voltage and high stability,

which makes it an ideal material for such applications [20]. However, difficulties associated with the production of large, uniform graphene sheets and sensitivity to surface contamination may affect the stability of the emission [21,22].

Nanowires and nanofibers, such as metallic nanowires (e.g. Ag, Au) or semiconductor nanowires (e.g. Si, ZnO), have also been intensively studied for applications as field emitters [23,24]. The high length-to-diameter ratio of these structures allows for a strong concentration of the electric field, which promotes efficient electron emission [25]. These emitters offer high emission efficiency, but there may be problems related to emission instability related to heat dissipation and potential structural degradation during long-term operation [26].

Another group are hybrid emitters, which combine the properties of different materials, e.g. carbon nanotubes deposited on metallic or semiconductor substrates [27,28]. Such structures allow for optimization of emission parameters and improvement of the stability and lifetime of emitters. Hybrid structures can offer greater emission stability compared to single materials, but their complicated structure can lead to problems with parameter repeatability and long-term reliability [29]. The emission currents obtained from hybrid emitters can exceed those from classical emitters due to the synergy between the used materials. The main challenge in the case of hybrid emitters is maintaining structural integrity at the nanoscale level and problems with the repeatability of the production process [29–31].

Nanomaterials offer significant advantages as field emitters, such as lower voltage thresholds and higher emission stability, compared to

^{*} Corresponding author.

E-mail address: pawel.urbanski@pwr.edu.pl (P. Urbański).

<https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2025.114183>

Received 4 February 2025; Received in revised form 27 May 2025; Accepted 31 May 2025

Available online 6 June 2025

0304-3991/© 2025 The Author(s). Published by Elsevier B.V. This is an open access article under the CC BY license (<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>).

traditional materials. However, the successful application of these nanomaterials requires careful selection of deposition, and curing methods, which are crucial for the uniformity, stability, and emission efficiency.

Nanomaterials are usually manufactured by means of different chemical methods. They need to be transferred and attached onto substrates, preferably in a desired location (e.g. the cathode of the field emission device) without contaminating the rest of the device.

The only method which allows for both: creating nanomaterials and at the same time depositing them onto a chosen surface is chemical vapor deposition (CVD) [32,33]. CVD allows precise control of the thickness and structure of the nanomaterial, which is crucial to obtaining optimal emission parameters. It starts with the formation of nanoparticles catalysts, which starts the growth of nanostructures. The advantage is that they are formed only in the place, where catalyst is present. However, this method is associated with high costs related to the equipment and precursor materials and requires high temperature, which may limit its application in the case of some substrates.

In other techniques manufacturing and deposition is done in two separate stages.

The most popular deposition methods are based on solution deposition, which involves dissolving or suspending nanomaterials in a solution and then depositing them onto the substrate using methods such as spin coating, dip coating, spray coating or screen printing [34,35]. These techniques are attractive because of their low cost and simplicity of the process, as well as the possibility of scaling up production. However, these processes often require additional steps to remove the solvent and cure the nanostructure, which can introduce additional difficulties. The challenge is also to control the homogeneity and orientation of nanomaterials on the substrate, which can affect the emission efficiency.

The another solution-based deposition method which partially solves this problem is electrophoretic deposition [36,37]. This process requires the use of suitably polarized electrodes placed in or near the solution, which generate an electrostatic field. Charged or functionalized nanomaterials respond to this field by orienting themselves along its lines of force and moving toward the negatively polarized electrode. This technique allows for precise control over the formation of structures from nanomaterials. Due to the possibility of controlling its orientation, the electrostatic method is effective in creating uniform, ordered structures from nanomaterials. However, the fact that whole structure must be placed in a liquid solution brings problems with ensuring cleanliness.

Lithography, including photolithography and electron beam lithography, is another technique that allows the precise deposition of nanostructures on substrates, enabling the creation of complex patterns and structures [10]. In these methods nanoparticles are mixed with a photoresist, deposited onto a substrate, patterned using ultraviolet light and cured. Lithographic methods are commonly used to produce emitters from nanowires and nanofibers, because of their high precision and compatibility with conventional microelectronic processes. However, lithography is a costly and complex process and may also encounter resolution limitations, especially for some nanostructured materials [38–40].

The last technique involves the direct manipulation of nanostructures using specialized tools such as an atomic force microscope (AFM), a scanning electron microscope (SEM), microneedles. Nanostructures can be in the form of a dry powder deposited on the surface of a substrate or suspended in a solution [41,42]. With the help of these tools, nanostructures can be moved and arranged in a selected manner, allowing the creation of complex structures. This method is particularly useful in precision applications where precise control over the position and orientation of individual nanotubes is required. However, it is time-consuming and requires advanced equipment.

Although, number of different methods has been utilized for preparing and depositing nanomaterials, all of them have some challenges

and drawbacks, e.g. in terms of simplicity of the technique, its selectivity, robustness of the contact to the substrate and long-term stability of the emitter itself. Moreover, if there are dedicated to work in a real device, they need to fulfil also additional requirements, such as surviving high temperature encapsulation processes or operation in a technical vacuum. Thus, the search for new methods is still continued.

Our group work on MEMS-based high vacuum instrumentation, e.g. MEMS X-ray source and MEMS electron microscope [2,6]. These devices are manufactured from silicon and glass wafers anodically bonded together. They very often incorporate some kind of field emission sources. Due to a very good emission properties (low threshold voltage and high currents), these sources are most frequently based on CNTs. However, authors for a long time struggled with the stability of the sources, poor adhesion of the emitters to the substrate, and very significant loss of properties after performing anodic bonding processes.

This paper presents a field emitter fabricated from a CNT and PVP composite, deposited with a new thermo-mechanical method that can potentially meet the requirements outlined above, and solve observed problems.

2. Developed structure

The developed field emitter structure is a composite of carbon nanotubes and cross-linked PVP in the shape of a spiral tip [Fig. 1]. The applied deposition technique allows for the creation of a needle-like structure from nanotubes that are bonded to the silicon electrode using PVP, ensuring the fixation and durability of CNTs, also during and after the anodic bonding process. The thin, needle-like geometry of the emitter enables the generation of a well-confined, localized electron beam, which is advantageous for applications requiring high spatial resolution.

The production of a structure from CNT and PVP required the development of a method to form spatial structures. The authors proposed an original method of thermo-mechanical formation of spatial forms from carbon nanotubes on different substrates. This method uses a solution with carbon nanotubes, which has a form of a hydrogel, in which the gelling substance is the PVP polymer. This polymer, under the influence of temperature, cross-links, creating a hard and insoluble form.

The forming process begins with the application of a hydrogel solution onto a microneedle. The microneedle, on which the nanotube solution had been applied, is then placed against a heated substrate, which allows the nanotube-polymer composite to adhere to the surface. In a key step of the process, the microneedle is gradually moved away from the substrate at an appropriate speed. During this movement, the polymer gradually cross-links, which leads to the formation of slender structures. The speed of microneedle withdrawal is precisely controlled

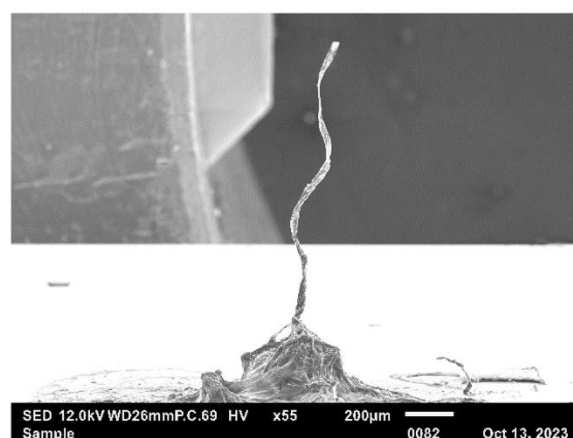


Fig. 1. Carbon nanotube and PVP composite field emitter on a silicon substrate.

to ensure uniform and stable formation of these sharp structures.

The developed method enables fast and economical production of slender and hard tips made of carbon nanotubes and polymer composites. Thanks to this method, the obtained structures are characterized by high emission efficiency, stability, and long lifetime, which makes them promising candidates for advanced technological applications.

The obtained structures have a highly developed surface structure with numerous thin (>100 nm) fibers, thus creating many emission points, which can contribute to the total emission current.

The complex microstructure [Fig. 2] and the strong absorption properties of carbon nanotubes and cross-linked PVP generate the problem of water absorption from the atmosphere. Absorbed water vapor is desorbed under vacuum conditions, causing outgassing problems during emission. However, this fact is negligible if the water in the structure is desorbed before the emission starts (this problem is discussed separately at the end of the experimental section).

3. Emission measurements

The characterization of the source was performed inside a vacuum chamber maintained at a pressure of 10^{-5} mbar. To minimize interference from residual gases, measurements were started once the gas levels had stabilized.

The emission current was measured using a three-electrode configuration consisting of an emitter, an extraction gate, and an anode placed at distances of 1.1 mm from each other. Two bottom electrodes were anodically bonded to each other through a glass spacer. This process exposed the emitter to both elevated temperature (450°C) and high voltage conditions, confirming its resistance to the thermal and electrical stresses associated with anodic bonding. The anode (in a form of flat silicon plate or a ITO screen covered with a phosphorus) was attached separately.

A voltage source of up to 2000 V was connected to the anode, while the extraction gate voltage was varied.

The dependence of the emission current on the gate voltage was recorded to determine the emission threshold and character of the current-voltage characteristics. A clear onset of emission was observed at around 300 V, with a sharp increase in current with increasing voltage [Fig. 3]. The emission current reached almost 2000 μA at 2000 V, indicating the high electron emission efficiency. The results indicate that the sharp geometry and uniform distribution of carbon nanotubes in the composite significantly increase the field enhancement factors.

To access the long-term stability, the emission current was

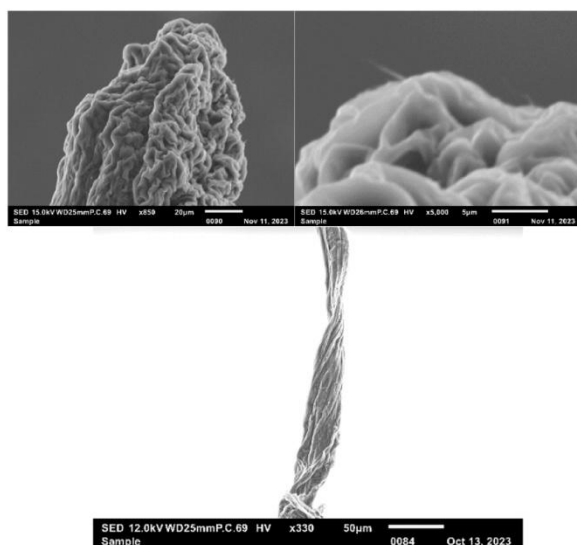


Fig. 2. CNT-PVP composite source structure.

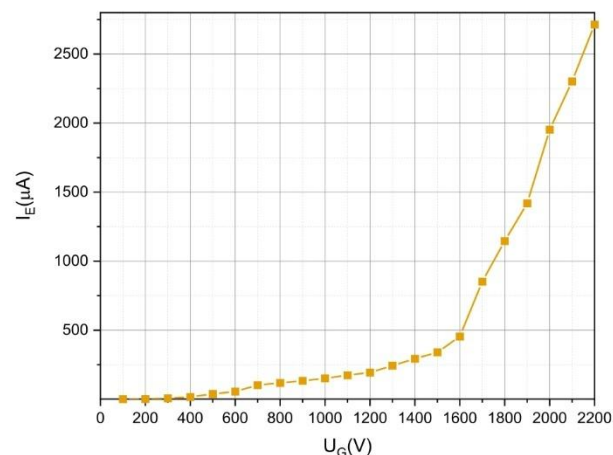


Fig. 3. Dependence of emission current on gate voltage.

monitored over a period of 130 min for an extraction gate voltage of 1500 V and 40 min for a voltage of 1000 V [Fig. 4]. For the 1000 V extraction gate voltage, the mean value of the emission current was 80.3 μA with a standard deviation of 2.7 μA , while for the 1500 V voltage the emission current was 841 μA with a standard deviation of 50 μA . The values recorded at lower voltage are very satisfactory (it is about 3 % deviation), higher number for 1500 V (above 5 %) is attributed to a very high emission current.

To determine the shape of the electron spot, images were taken on the phosphor and simulations were carried out using Comsol Multiphysics 5.4 [Fig. 5]. An inhomogeneous spot was recorded on the image, with multiple points of luminescence [Fig. 5a]. The image itself was quite stable in time, no oscillations nor movement was observed, even though the emitter had very high aspect ratio and could potentially be subjected to vibrations or elongation in the electric field.

Multiple spots on the luminophore indicate that the emission comes from multiple nanotubes sticking out of the tip. This fact has some positive and negative sides. The advantage is that only in that way one can obtain high emission currents. Moreover, if some of the nanotubes get damaged during emission, other will replace them, and the total current will not decrease in time. Nevertheless, the downside of this solution is the inhomogeneity of the beam.

This problem can be solved by using simple magnetic focusing method, reported recently [43]. Such a solution applied to the developed emitter gives a focused homogeneous electron beam [Fig. 5b]. Simulation results are in good agreement with the obtained measurement results [Fig. 5c, d].

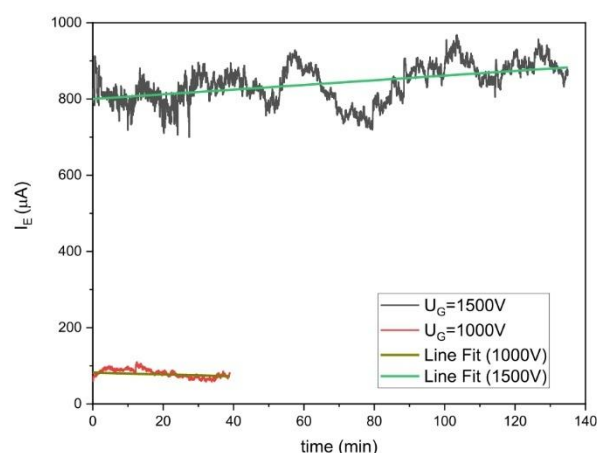


Fig. 4. Stability of long-term emissions from a quenched structure.

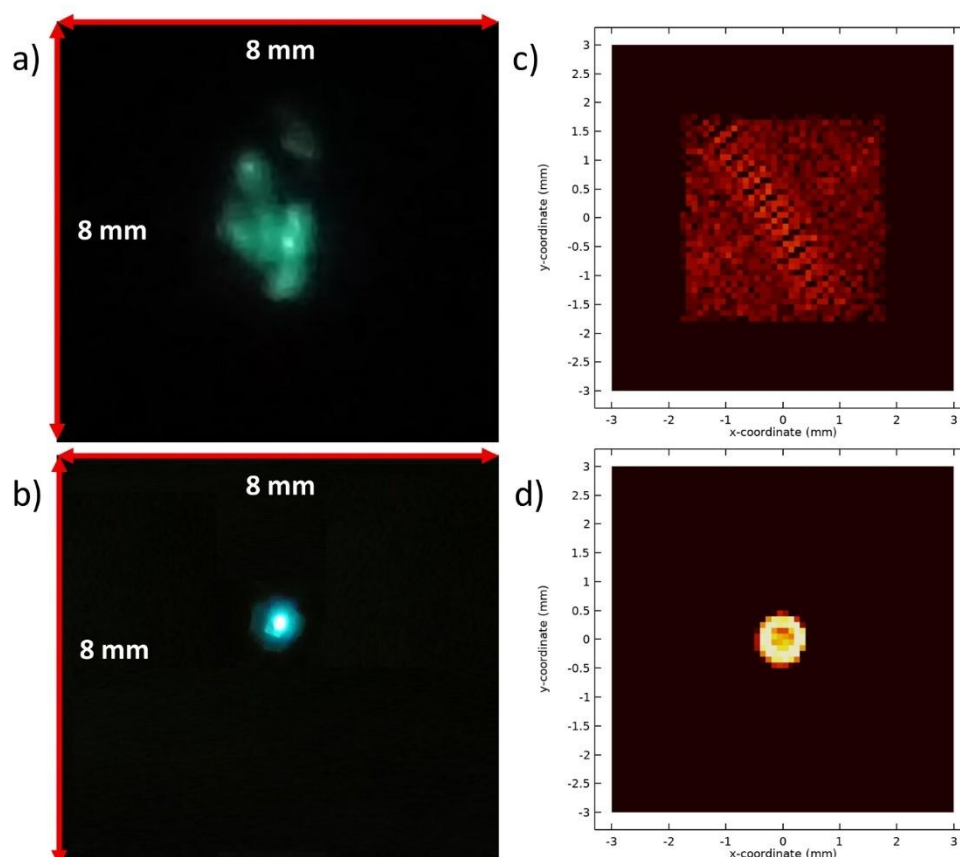


Fig. 5. Image of an electron spot on a phosphor (a) without magnetic focusing (b) with magnetic focusing. Electron beam simulation c) without magnetic focusing d) with magnetic focusing.

4. Outgassing measurements

As mentioned previously, despite the good emission results, it was noted that heating the structure before experiments is extremely important. It has been assumed that it is related to high absorption coefficient of the CNT-PVP structure. To confirm that it was decided to carry out emission tests with simultaneous recording of residual gases in the measurement chamber.

The first measurements were carried out for the unheated structure. The measurement was performed in a two-electrode emitter and gate system separated by 1.1 mm with gate voltage of 1000 V for 180 min. The measurements were performed immediately after the chamber was pumped out, without waiting for the gases to desorb from the emitter.

Residual gas measurements performed during the first stage of electron emission showed mainly the presence of high amount of water vapor. Although it was decreasing in time (due to desorption from the emitter), it caused high current instability, which lead to a sudden gas burst (mostly showing carbon oxide and water vapor). This caused strong degradation of the emitter surface and rapid drop of the current [Fig. 6]. After this even current stabilized at a level of about 75 μA for the next 100 min. The concentrations of the remaining gases were at an insignificant level, which indicate that all gases which were absorbed in the emitter degassed during this event. However, the current value was much lower than for the heated structure. Taking into account the above, it is important to degas the structure before starting the emission to obtain a stable, high emission current and prevent degradation of the structure.

The same measurements performed for the structure heated in vacuum at 250 $^{\circ}\text{C}$ for 30 min before emission tests did not show any outgassing. This translated to a stable emission current with no decreasing trend [Fig. 7]. The lack of a decrease in emission current after such a

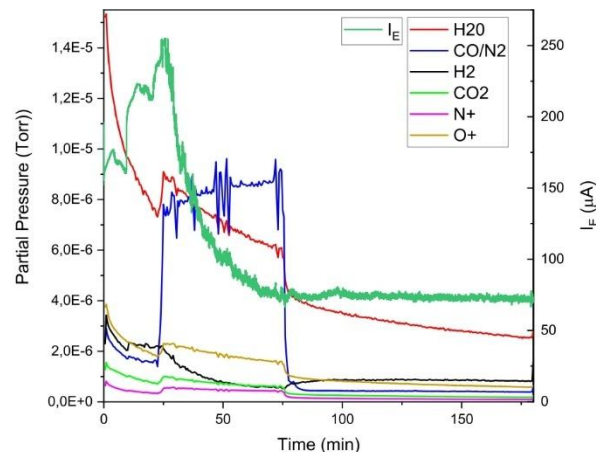


Fig. 6. Gassing characteristics of the emitter structure during electron emission and emission current.

long time allows us to conclude that the heated emitter, as opposed to the unheated one, does not undergo visible degradation during emission.

In the case of integration of the electron source in a vacuum-tight MEMS structure, it is annealed and placed in high vacuum conditions before and during the last anodic bonding process that closes the structure, ensuring rapid desorption of water vapor and other previously absorbed substances. In such a case, if the emitter subjected to desorption is constantly in high-vacuum conditions, it can be used immediately each time. This source is therefore ideally suited for use in miniature

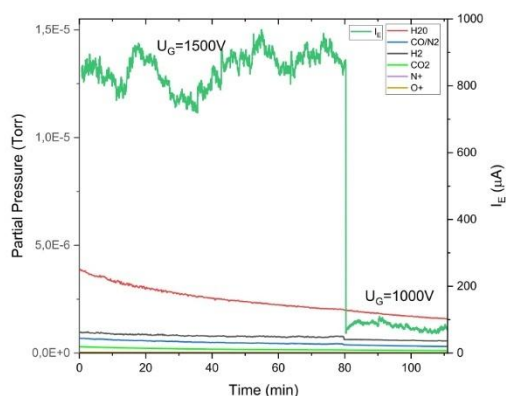


Fig. 7. Gassing characteristics of the emitter structure during electron emission and emission current for the quenched structure.

instruments made with MEMS technology.

5. Summary

The research presented in this paper focuses on the development and characterization of a novel CNT-PVP composite field electron emitter tailored for MEMS applications. By employing an innovative thermomechanical pulling method, a robust and efficient tip-like structure was fabricated from carbon nanotubes embedded in a cross-linked polyvinylpyrrolidone. This unique design ensures stability during high-temperature processes, including anodic bonding, without compromising emission properties.

Experimental investigations confirmed the high electron emission efficiency of the emitter, characterized by a low threshold voltage and the ability to sustain stable emission currents over extended periods. Measurements of residual gas dynamics revealed that proper degassing of the structure is crucial to maintain stability and prevent degradation during operation. Computational simulations further validated the performance of the emitter, showing precise control of electron trajectories and beam characteristics, with significant improvements observed under applied magnetic field.

The CNT-PVP emitter demonstrated resilience under challenging vacuum and electrical conditions, highlighting its potential for integration into advanced vacuum microelectronic systems. Its high emission current, stability, and resistance to degradation make it a promising candidate for a range of applications, including X-ray sources and MEMS-based electron microscopy.

CRediT authorship contribution statement

Paweł Urbański: Writing – review & editing, Writing – original draft, Visualization, Methodology, Investigation, Formal analysis, Data curation, Conceptualization. **Piotr Szyszka:** Writing – original draft, Software. **Tomasz Grzebyk:** Writing – review & editing, Supervision, Methodology, Funding acquisition, Conceptualization.

Declaration of competing interest

The authors declare that they have no known competing financial interests or personal relationships that could have appeared to influence the work reported in this paper.

Acknowledgment

The work was financed by the project 2021/41/B/ST7/01615 of Polish National Science Centre.

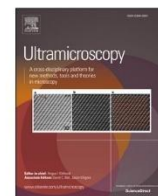
Data availability

Data will be made available on request.

References

- [1] R. Gomer, *Field Emissions and Field Ionization* (AVS Classics in Vacuum Science and Technology), AIP, 1992.
- [2] P. Urbański, T. Grzebyk, J. Microelectromech. Syst. 33 (5) (2024), <https://doi.org/10.1109/jmems.2024.3426111>.
- [3] M. Krysztof, P. Urbanski, T. Grzebyk, M. Hausladen, R. Schreiner, in: 21st Int. Conf. Micro nanotechnol. Power Gener. EnergyConverse. Appl. (PowerMEMS), Salt Lake City, UT, USA, IEEE, 2022, <https://doi.org/10.1109/powermems56853.2022.10007563>.
- [4] P. Urbański, T. Grzebyk, in: 37th Int. Vac. Nanoelectronics Conf. (IVNC), Brno, Czech Republic, IEEE, 2024, <https://doi.org/10.1109/ivnc63480.2024.10652569>.
- [5] K. Laszczyk, M. Krysztof, Vacuum 189 (2021), <https://doi.org/10.1016/j.vacuum.2021.110236>.
- [6] M. Krysztof, Microsyst. Nanoeng. 7 (1) (2021), <https://doi.org/10.1038/s41378-021-00268-9>.
- [7] M. Białas, T. Grzebyk, M. Krysztof, A. Gorecka-Drzazga, Ultramicroscopy 244 (2023), <https://doi.org/10.1016/j.ultramicro.2022.113653>.
- [8] M. Krysztof, P. Miera, P. Urbański, T. Grzebyk, M. Hausladen, R. Schreiner, J. Vacuum Sci. Technol. B. 42 (2024), <https://doi.org/10.1116/6.0003385>.
- [9] Walt A. De Heer, A. Châtelain, D. Ugarte, Science 270 (1995), <https://doi.org/10.1126/science.270.5239.1179>.
- [10] F. Giubileo, A. Di Bartolomeo, L. Iemmo, G. Luongo, F. Urban, Appl. Sci. 8 (4) (2018), <https://doi.org/10.3390/app8040526>.
- [11] J.M. Bonard, H. Kind, T. Stöckli, L.O. Nilsson, Solid State Electron. 45 (6) (2001), [https://doi.org/10.1016/S0038-1101\(00\)00213-6](https://doi.org/10.1016/S0038-1101(00)00213-6).
- [12] Y. Sun, et al., Field emission behavior of carbon nanotube field emitters after high temperature thermal annealing, AIP Adv. 4 (7) (2014) 077110, <https://doi.org/10.1063/1.4889896>.
- [13] M. Sarvar, S.M. Aalam, M.M.H. Raza, M.S. Khan, J. Ali, J. Mater. Sci. 34 (3) (2023), <https://doi.org/10.1007/s10854-022-09420-1>.
- [14] B.A. Kakade, et al., Appl. Phys. Lett. 97 (7) (2010), <https://doi.org/10.1063/1.3479049>.
- [15] J.M. Kim, W. Choi, N. Sung Lee, J.E. Jung, Diam. Relat. Mater. 48 (6) (2006), [https://doi.org/10.1016/S0925-9635\(99\)00266-6](https://doi.org/10.1016/S0925-9635(99)00266-6).
- [16] N. Gupta, S.M. Gupta, S.K. Sharma, Carbon Lett 29 (5) (2019), <https://doi.org/10.1007/s42823-019-00068-2>.
- [17] O.M.J. van't Erve, et al., J. Mater. Res. 31 (7) (2016), <https://doi.org/10.1557/jmr.2015.397>.
- [18] A. Kuc, T. Heine, A. Kis, MRS Bull 40 (7) (2015), <https://doi.org/10.1557/mrs.2015.143>.
- [19] H. Zhu, et al., J. Appl. Phys. 118 (11) (2015), <https://doi.org/10.1063/1.4895022>.
- [20] M. Komlenok, N. Kurochitsky, P. Pivovarov, M. Rybin, E. Obraztsova, Nanomaterials 12 (11) (2022), <https://doi.org/10.3390/nano12111934>.
- [21] T. Matsumoto, T. Nakamura, Y. Neo, H. Mimura, M. Tomit, Graphene Simulat. 8 (2011), <https://doi.org/10.5772/22058>.
- [22] J. Liu, B. Zeng, Z. Wu, J. Zhu, X. Liu, Appl. Phys. Lett. 97 (3) (2010), <https://doi.org/10.1063/1.3467042>.
- [23] H.S. Song, et al., J. Nanosci. Nanotechnol. 10 (4) (2010), <https://doi.org/10.1166/jnn.2010.1916>.
- [24] G. Doundoulakis, D. Pavlidis, J. Electron. Mater. (2024), <https://doi.org/10.1007/s11664-023-10894-w>.
- [25] Y. Cui, J. Chen, Y. Di, X. Zhang, W. Lei, AIP Adv. 12 (2017), <https://doi.org/10.1063/1.5012780>.
- [26] V. Jain, A.K. Tripathi, K. Saini, D. Deva, I. Lahiri, J. Mater. Sci. 29 (16) (2018), <https://doi.org/10.1007/s10854-018-9490-5>.
- [27] P.C. Maity, N.V. Pulagara, J. Arya, G. Kaur, Y. Khan, I. Lahiri, J. Mater. Sci. 32 (12) (2021), <https://doi.org/10.1007/s10854-021-06234-5>.
- [28] M. Sarvar, S.M. Aalam, S. Khan, M.S. Khan, J. Ali, J. Mater. Sci. 35 (8) (2024), <https://doi.org/10.1007/s10854-024-12270-8>.
- [29] X. Liu, Y. Li, J. Xiao, J. Zhao, C. Li, Z. Li, J. Mater. Chem. C 11 (2023), <https://doi.org/10.1039/d2tc04363g>.
- [30] A.T. Koh, T. Chen, L. Pan, Z. Sun, D.H.C. Chua, J. Appl. Phys. 113 (17) (2013), <https://doi.org/10.1063/1.4804238>.
- [31] P.K. Bankar, et al., J. Mater. Sci. 35 (18) (2024), <https://doi.org/10.1007/s10854-024-12997-4>.
- [32] P.-X. Hou, J. Du, C. Liu, W. Ren, E.I. Kauppinen, H.-M. Cheng, MRS Bull 42 (11) (2017), <https://doi.org/10.1557/mrs.2017.238>.
- [33] A. Thapa, K.L. Jungjohann, X. Wang, W. Li, J. Mater. Sci. 55 (5) (2019), <https://doi.org/10.1007/s10853-019-04156-6>.
- [34] S. Naghdi, K.Y. Rhee, D. Hui, S.J. Park, Coatings 8 (8) (2018), <https://doi.org/10.3390/coatings8080278>.
- [35] K. Machkih, R. Oubaki, M. Makha, Coatings 14 (9) (2024), <https://doi.org/10.3390/coatings14091088>.
- [36] X. Guo, J. Su, H. Guo, Soft. Matter. 8 (4) (2012), <https://doi.org/10.1039/c1sm06509b>.
- [37] A. Abdulhameed, IntechOpen, , 4 (2022), <https://doi.org/10.5772/intechopen.108236>.
- [38] D. Baek, S.H. Lee, B.-H. Jun, S.H. Lee, Singapore: springer Singap, 2021, 1309, [10.1007/978-981-33-6158-4_9](https://doi.org/10.1007/978-981-33-6158-4_9).

- [39] R. Patil, A. Karande, K. Bhotkar, K. Chang Park, in: 37th Int. Vac. Nanoelectronics Conf. (IVNC), Brno, Czech Republic, IEEE, 2024, <https://doi.org/10.1109/IVNC63480.2024.10652530>.
- [40] H. w Lee, J. Su Kang, K. Chang Park, in: International Vacuum Electronics Conference (IVEC), Busan, Korea (South), IEEE, 2019, <https://doi.org/10.1109/IVEC.2019.8744884>.
- [41] J. Hu, Y. Zhang, P. Li, H. Wang, L. Huang, Y. Hu, Sci. China Phys., Mechanics Astron. 47 (2004), <https://doi.org/10.1007/bf02690246>.
- [42] A. Kreta, M.A. Swillam, A. Guirguis, A. Hassanien, Basel Switzerland: MDPI, 2023, [10.3390/asec2023-15346](https://doi.org/10.3390/asec2023-15346).
- [43] P. Urbański, P. Szyszka, M. Białas, T. Grzebyk, Ultramicroscopy 258 (2024), <https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2023.113911>.



Point field emission electron source with a magnetically focused electron beam

Paweł Urbański^{*}, Piotr Szyszka, Marcin Białas, Tomasz Grzebyk

Faculty of Electronics, Photonics and Microsystems, Wrocław University of Science and Technology, 11/17 Janiszewski St., 50-372 Wrocław, Poland

ARTICLE INFO

Keywords:

Magnetic focusing
Electrostatic focusing
Field electron source
MEMS

ABSTRACT

This paper presents a field emitter in the form of a silicon tip covered with a layer of carbon nanotubes. The emitted beam is focused with a set of two electrostatic lenses and – which is novelty in such structures – with a magnetic field. The presented approach gave very promising results. The field emitter was able to provide a high emission current (about 50 μA) and a beam with a small and homogeneous spot. Such electron sources are necessary components of many miniature MEMS and nanoelectronics devices. The presented source is dedicated especially for the use in currently developed MEMS X-ray sources and MEMS electron microscopes.

1. Introduction

Field emission occurs in a strong electric field applied between a cathode and counter-electrode (anode or extraction gate). To reduce the voltage used to generate a high electric field, the cathode needs to have sharp features, such as pyramids, cones or needles [1–5]. They can be formed with microengineering methods (e.g. in silicon) or by application of nanomaterials, such as e.g. carbon nanotubes [6,7]. In such cathodes, the maximum electric field is present at the top of the protrusions [7–9]. Field emission (FE), in contrast to thermal emission, does not require heating to induce electron extraction, and the emission current can be rapidly modulated by an external electric field.

Field emission electron sources that provide a beam of electrons with a high intensity, but a small and homogeneous spot and a close focal length are necessary elements of many vacuum nanoelectronics devices [6–8,10], including miniature MEMS X-ray source [10,11] and MEMS electron microscope [12], which are currently under development.

Sources which allow that, usually contain a point emitter, since it is more suitable for focusing. However, most of micromachined tip emitters usually ensure small emission currents – in the range of nanoamperes. Wide-area, flat-surface carbon nanotube cathodes give high currents, but they emit a beam which is hard to be focused in a one spot [8]. Combination of both mentioned approaches, which was applied in

this study (CNTs were deposited onto silicon tip) can potentially ensure a high current and a small spot, as long as the beam is properly focused.

In most of miniature electron beam systems focusing is done using electrostatic lenses [13,14]. Due to the small dimensions of the system, these lenses (one or set of few) are usually flat and have round opening in the middle. They can be manufactured in silicon chips, in metal plates, or made of thin film metal layers deposited on glass, ceramics or other thin-film insulating layers. In the simplest case the focusing electrode is placed just above the extractor. When it is biased negatively it pushes the electrons to the axis. However, electrostatic focusing has some drawbacks, as it will be presented later in this paper. Therefore, the authors have decided to apply a novel approach – the use of a magnetic field for focusing. In classical electron beam focusing systems, e.g. in a SEM microscope, magnetic focusing is commonly used, but conventional magnetic lenses are large in size, they surround the electron beam which passes through them [15–20]. In miniature systems there is no place for such solutions. Luckily, it can be realized in a different, much simpler way. This paper shows that the use of small neodymium magnet placed under a field emission electron source can provide a significant improvement in electron beam focusing.

^{*} Corresponding author.

E-mail address: pawel.urbanski@pwr.edu.pl (P. Urbański).

<https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2023.113911>

Received 7 September 2023; Received in revised form 8 December 2023; Accepted 19 December 2023

Available online 21 December 2023

0304-3991/© 2024 The Authors. Published by Elsevier B.V. This is an open access article under the CC BY license (<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>).

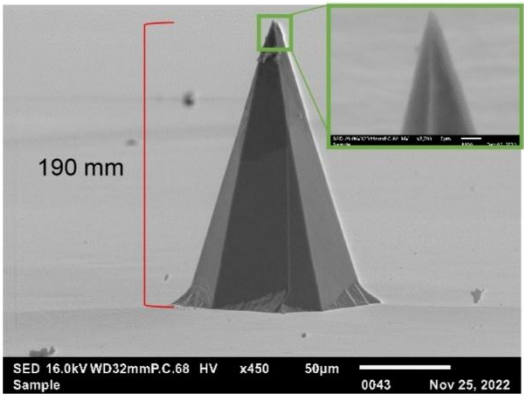


Fig. 1. Silicon tip without nanotubes.

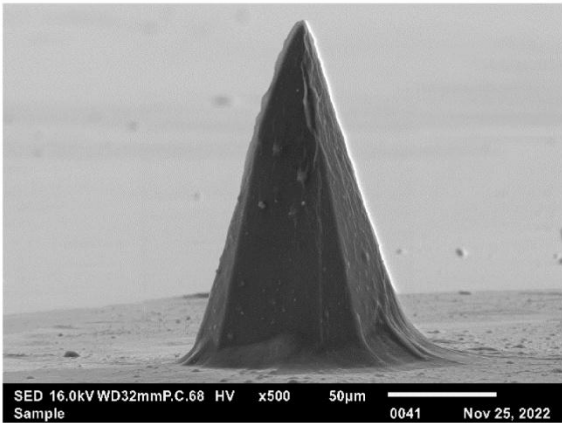


Fig. 2. Silicon tip covered with carbon nanotubes.

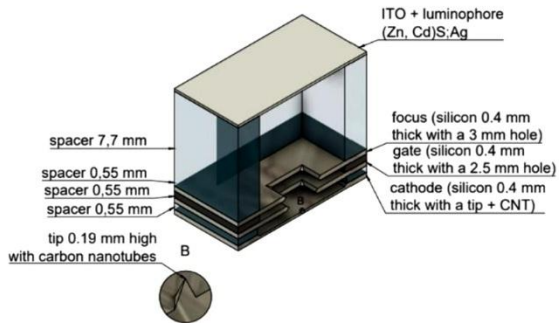


Fig. 3. Measurement system for testing tip field emitters.

2. Design of tip field emitters

The field emission cathode developed by the authors was fabricated in silicon chip ($12 \times 12 \text{ mm}^2$) using photolithography and wet anisotropic etching in KOH solution (Fig. 1). The single tip positioned centrally had a tetrahedral base which was $190 \text{ }\mu\text{m}$ high, and a diameter at the base was about $100 \text{ }\mu\text{m}$.

A hydrogel solution of carbon nanotubes with the PVP (polyvinylpyrrolidone), as a gelling agent was deposited onto the etched tips using a spotting method. The cathodes were then annealed at 120°C for 10 min to evaporate water, and after that - at 450°C for 20 min for PVP firing. The deposited nanotubes surrounded the entire surface of the tip, forming a thin layer on it (Fig. 2).

The emission cathode was accompanied with an extraction gate and a focus electrode, both prepared also in silicon chips. The gate had a

Table 1
Summary of images of the electron spot for a different voltage on the focus electrode (image size: $5.5\text{mm} \times 5.5\text{mm}$).

Focus voltage U_F [kV]	Without magnet $U_G = 1.2\text{kV}$	Without magnet $U_G = 1.5\text{kV}$
-0,4		
0		
0,2		
0,4		
0,6		

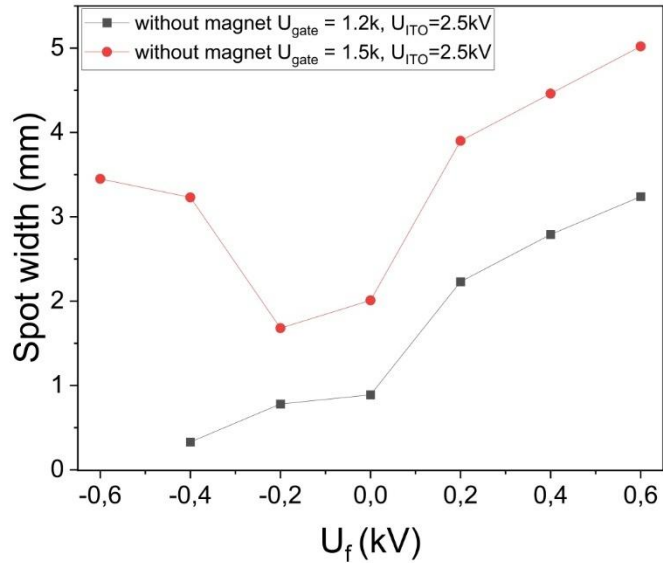


Fig. 4. Dependence of the size of the electron spot in the function of the focus voltage.

rectangular hole in the middle which was $2.5 \times 2.5 \text{ mm}^2$, and the focus electrode - $3 \times 3 \text{ mm}^2$ hole. Adjacent pairs of electrodes were separated by 0.55 mm . A summary of the geometric parameters of the analyzed system is presented in Fig. 3.

3. Experiment

The study focused on verifying the performance of fabricated field emission cathodes, measurement of the emission current, and the electron spot size. The impact of using electrostatic and magnetic focusing methods was assessed. The optimal configuration for future application was determined.

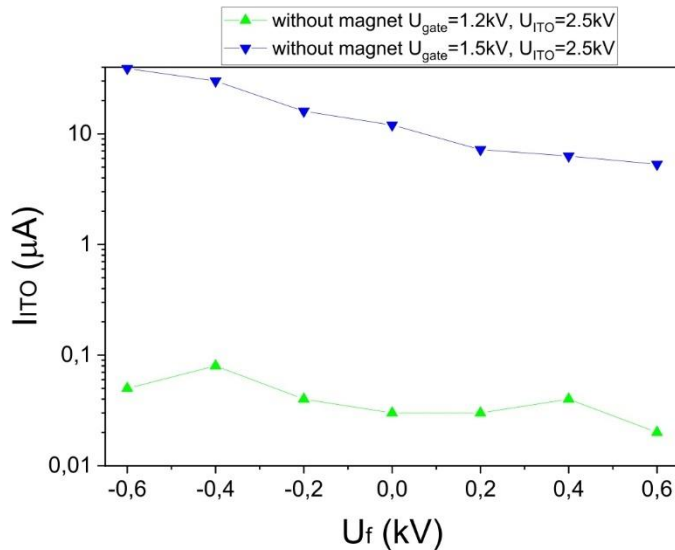


Fig. 5. Relation of anode current vs focus voltage.

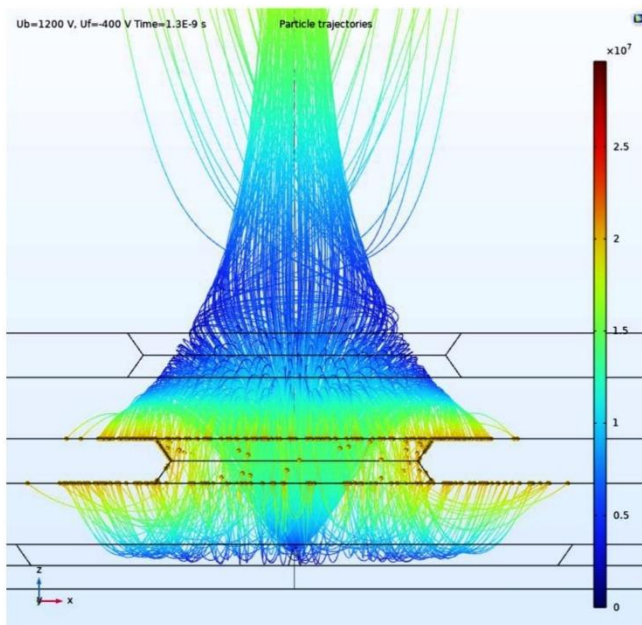


Fig. 6. Simulation of electron beam emission from the tip emitter for $U_G = 1.2$ kV and $U_F = -0.4$ kV.

To measure the current and the spot size authors used an ITO screen, covered with (Zn,Cd)S:Ag luminophore. The screen was placed 7.7 mm above the focus electrode. Experiments were performed in high vacuum chamber, at different values of electron beam accelerating voltage, gate voltage, and focus voltage. In addition, in order to verify and analyze the obtained measurement data, the operation of the system was simulated in Comsol Multiphysics software. The simulated structures reproduced the geometry of the real structures.

3.1. Electrostatic focusing

First measurements were carried out in the system where only electrostatic focusing was applied. The ITO screen was biased with 2.5 kV potential. The emission threshold voltage at the gate was about 1.1 kV, at $U_G = 1.2$ kV the emission current was at the level of 50 nA, and one could notice low intensity luminescence image on the screen. At $U_G =$

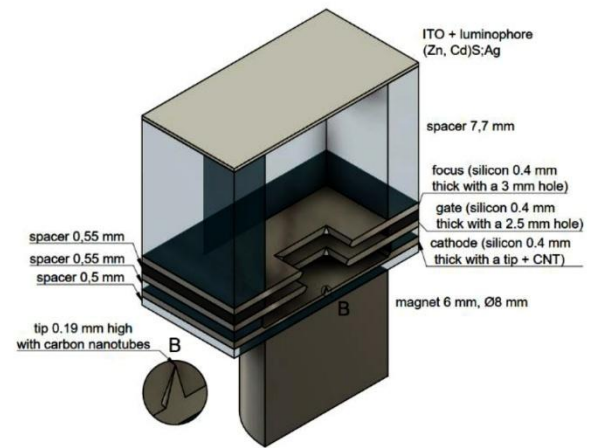


Fig. 7. Measurement system for testing tip field emitters with magnetic focusing.

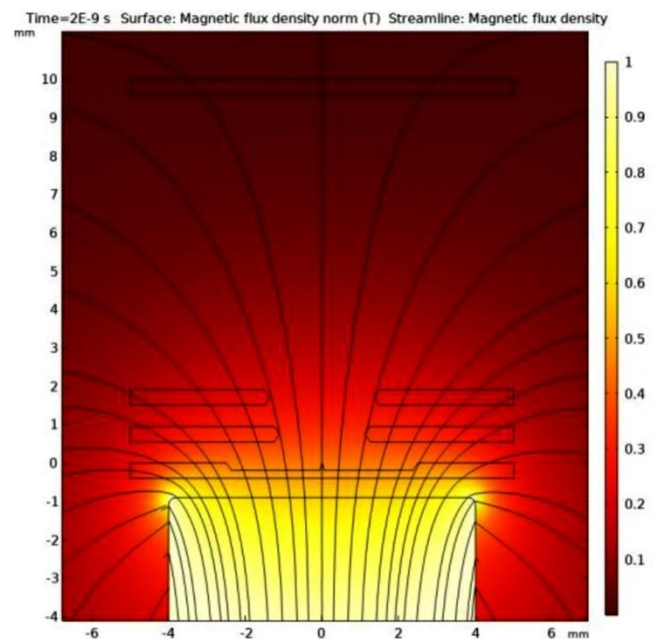


Fig. 8. Magnetic field distribution in the MEMS microcolumn.

1.5 kV the current rose to several micro-amperes, and the intensity of the images was significantly higher. To obtain the best focusing U_F had to be close to 0 V, or slightly negative (Table 1, Fig. 4).

Measurement of the current at the target in the function of focusing voltage shows the decrease of signal with increasing U_F [Fig. 5]. The electron beam emitted from a point emitter has a tendency to spread. When positive potential is applied to the focus electrode, it spreads even more, and part of the electrons reaches this electrode, instead of moving to the ITO anode.

As stated earlier, 0 or negative value of U_F helps to focus electrons. It pushes them to the axis of the electron column. However, when one looks at the simulations, one can observe the presence of two negative phenomena (Fig. 6). The first appears when too high negative potential is applied. Some electrons are pushed away so much, that they scatter after crossing the microcolumn axis. In the image it appears as a bright spot in the middle with additional less intensive patterns around it. The second fact, especially significant for the electrons which move very close to the edge of focus electrode, is that they are turned back and pushed down to the gate instead of flowing to the anode.

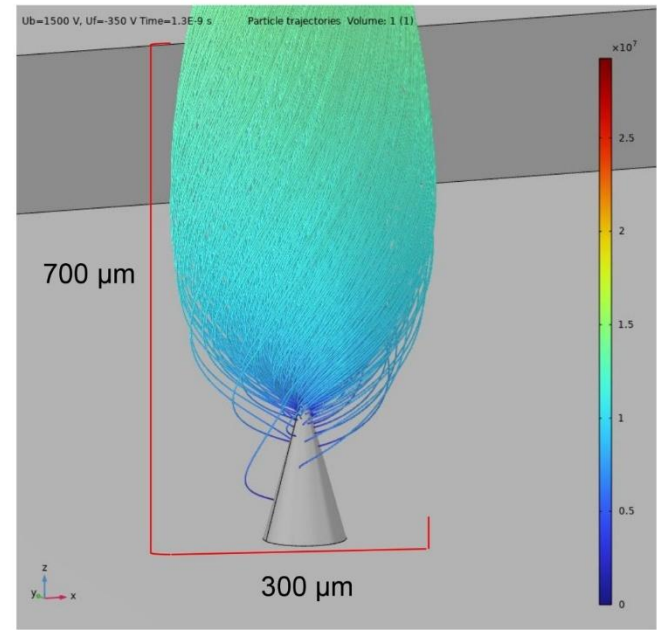


Fig. 9. Trajectory of electrons emitted from a tip electron source, focused by a magnetic field generated by a neodymium magnet, at $U_G = 1.5$ kV and $U_F = 0.6$ kV.

To sum up, although it is possible to obtain a satisfactory high current at the anode, the focusing in this system is far from optimal. Small spot at the screen is visible only for low number of electrons, when it increases, spot is as large as 2 mm and non-uniform, thus it does not meet the requirements for most nanoelectronics devices.

3.2. Magnetic focusing

To improve the focusing of the electron beam, authors proposed to use a magnetic field. However, instead of applying big, inconvenient systems known from macroscale, the magnetic field was introduced very simply- by placing a small neodymium magnet (6 mm $\times$ diameter 8 mm) under the microcolumn (Fig. 7).

Placing a neodymium magnet directly under the field emitter results in generation of a strong (about 0.5 T), perpendicular magnetic field near the tip (Fig. 8). It forces the electrons that just left the tip to spin and travel along the magnetic field lines, straight up (Fig. 9). Of course, in some distance above the emitter surface, the magnetic field spreads, but the most important is what happens in the place where electrons are emitted. Higher above, the field is weaker and potential spread of electrons can be simply compensated by the electric field.

The proposed concept of magnetic focusing was verified during experiments and in simulations. Authors analyzed the trajectories of electrons and the generated spot on the screen. Because of practical reasons, these two approaches differed slightly. In the case of simulations the magnetization of a fixed magnet was increased. In the experiment a strong magnet was moved towards the surface of the cathode with a Z-axis manipulator.

Both, the experiment and simulations indicated a significant improvement in the focusing of the beam for a sufficiently large magnetic field. The resulting spot in the real system became increasingly focused and homogeneous when magnet approached the cathode (Table 2, Fig. 10). Simulations showed that for an increasing magnetic field, electrons are more and more confined. They suggest that 0.22 T is

Table 2
Summary of electron beam simulations and the images of the spot formed on the luminophore for different values of the magnetic field (magnetic field values are determined at the base of the tip).

Magnetic field [T]	Simulation of electron trajectories	A spot formed on the luminophore (image size: 5.5mm $\times$ 5.5mm)
0		
0.11		
0.22		
0.34		
0.45		
0.56		

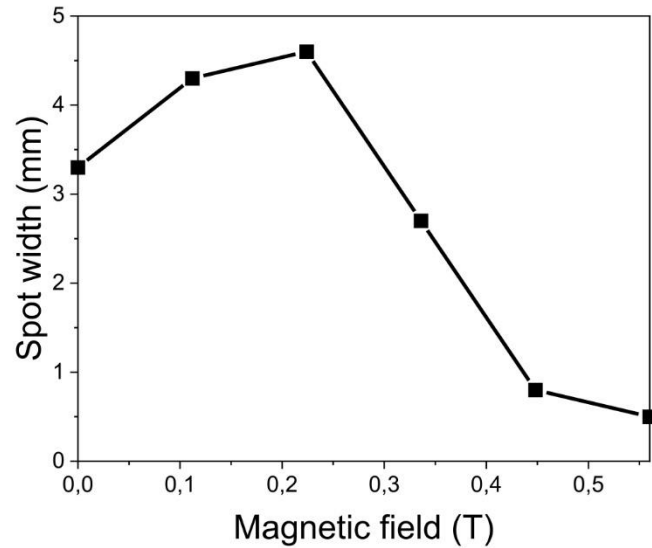


Fig. 10. The size of the recorded spot depending on the strength of the magnetic field.

sufficient to obtain completely focused beam. What is interesting, if the field is higher, more beam foci are formed, in addition, the entire beam is more focused and slender. The phenomenon of multiple foci at higher fields is well-known in TEM/STEM systems [21] and is due to the tendency of electrons to move in a spiral around the magnetic flux lines.

As visible in Tab. 2, the focal length changes with a value of a magnetic field. It is always desired to have a focused spot exactly at the anode. The simulations of electron trajectories for a different focus voltage showed that it possible to adjust the focus point by changing the electric field (Table 3). Increasing the voltage on the focus electrode moves the focus points further away from the electron source, and increases the distance between them.

The experiments performed on the real system also allowed to observe cyclic appearance of successive focus points, when changing the focus voltage for a fixed screen position (Table 4, Fig. 11). It was also possible to observe that a higher voltage on the focus ensures a more homogeneous spot. The U_F value enabling the best focusing was close to 0.6 kV.

The measurements of the current at the screen showed that it significantly rises as the voltage on the focus increases [Fig. 12]. This time there is no effect that the focus electrode takes away some of the emitted electrons – the magnetic focusing is stronger than electrostatic attraction.

3.3. Comparison of electrostatic and magnetic focusing

A comparative analysis of the measurement results shows that the use of a magnetic field significantly improves the focusing of the electron beam and allows to obtain a small and homogeneous spot at the screen. In addition, it shifts and extends the range of voltages on the focus electrode that enable focusing of the beam. In the case without a magnet, the best focusing effects were achieved for a voltage on the focus of -200–0 V, while with a magnet for $U_F = 600\text{V}$ and higher (Table 5). Based on the simulation it was possible to compute the aberrations of the beam in optimal conditions, without the magnetic focusing it exceeds 100 cm and with the magnet it can be reduced even down to 80 mm.

Also the measurement of currents on the target showed a significant improvement in the configuration with a magnet. In the case of measurements with a gate voltage of 1.5 kV, for negative voltages on the focus (which are not practical), the currents in the configuration without

Table 3
Summary of simulations of the electron beam and the resulting spot obtained for different voltage on the focusing electrode.

Focus voltage [kV]	Electron trajectory simulation	Electron spot simulation (image size: 2 mm × 2 mm)
-0.4		
0		
0.2		
0.4		
0.6		
1		
1.4		

Table 4
Summary of electron spot images observed on the luminophore (image size: 5.5mm × 5.5mm).

Focus voltage [kV]	with magnetic $U_{\text{gate}} = 1.2 \text{ kV}$	with magnetic $U_{\text{gate}} = 1.5 \text{ kV}$
-0.2		
0		
0.2		
0.4		
0.6		
1		
1.4		

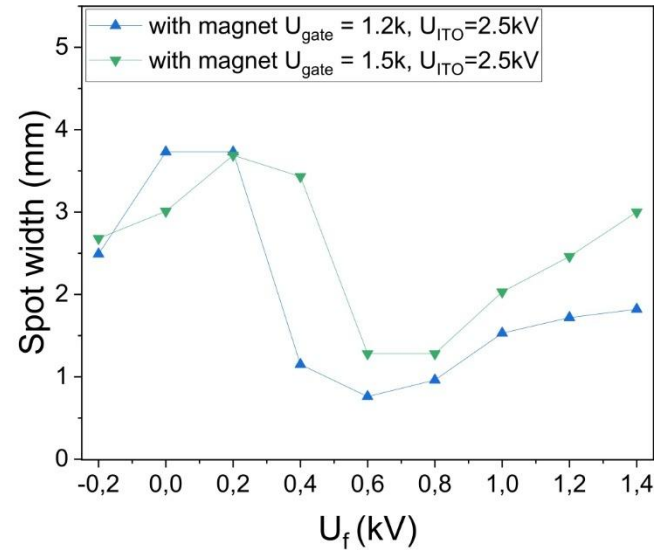


Fig. 11. The size of the recorded spot depending on the voltage on the focus electrode.

a magnet dominates, but in the case of positive voltages, the version with a magnet has a significant advantage (Fig. 13). In the case of a lower gate voltage of 1.2 kV, the dominance of the magnet version is evident in the whole measurement range, the currents are much higher, and the spot itself is focused and homogeneous.

At the same time, as the voltage on the focus increases, a decrease in the gate current is observed for both: the system with and without magnetic focusing. This means that fewer electrons hit the gate, so the

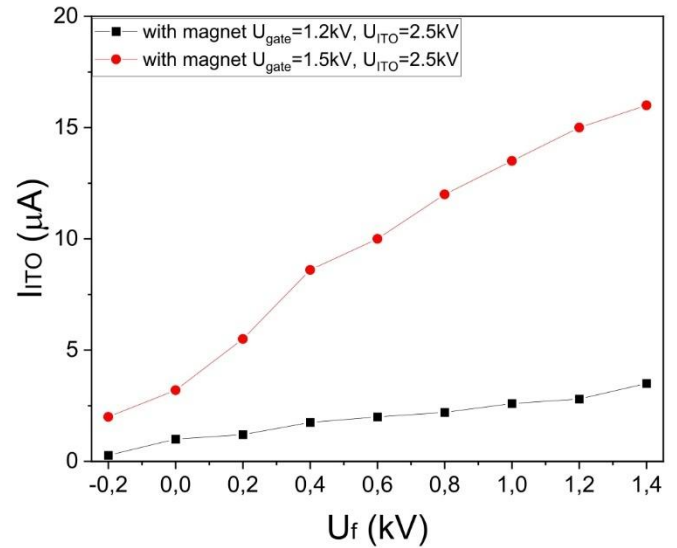


Fig. 12. Dependence of current at the anode on voltage at the focus electrode.

beam is better focused, and there are lower losses during emission (Fig. 14). However, without a magnetic focusing, the beam travels to the focus electrode instead of the anode, with a magnet applied this effect does not occur – most of electrons directs directly to anode.

3.4. Optimization of the electron column

In order to obtain the best possible electron beam focusing in the developed source, the electron optics was optimized by adjusting the

Table 5
Summary of electron spot images obtained for on the ITO screen, $U_{\text{ITO}} = 2.5 \text{ kV}$ (image size: 5.5mm × 5.5mm).

Focus voltage [kV]	without magnet $U_{\text{gate}} = 1.2 \text{ kV}$	without magnet $U_{\text{gate}} = 1.5 \text{ kV}$	with a magnet $U_{\text{gate}} = 1.2 \text{ kV}$	with a magnet $U_{\text{gate}} = 1.5 \text{ kV}$
-0.6			-	-
-0.4			-	-
-0.2				
0				
0.2				
0.4				
0.6				
0.8	-	-		
1	-	-		
1.2	-	-		

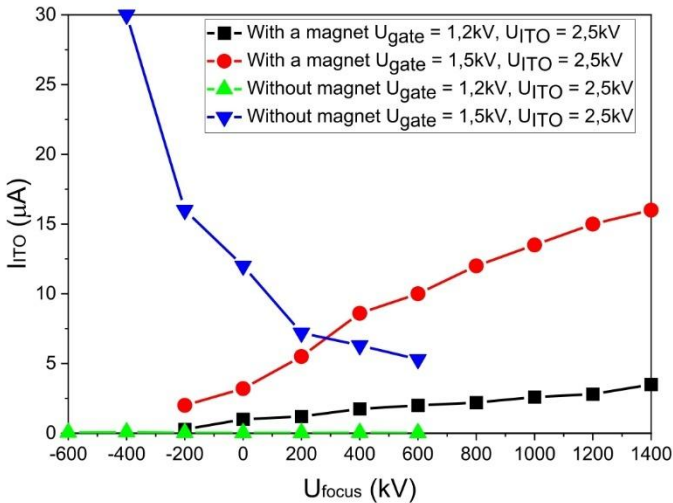


Fig. 13. Change in anode current depending on the voltage at the focus electrode.

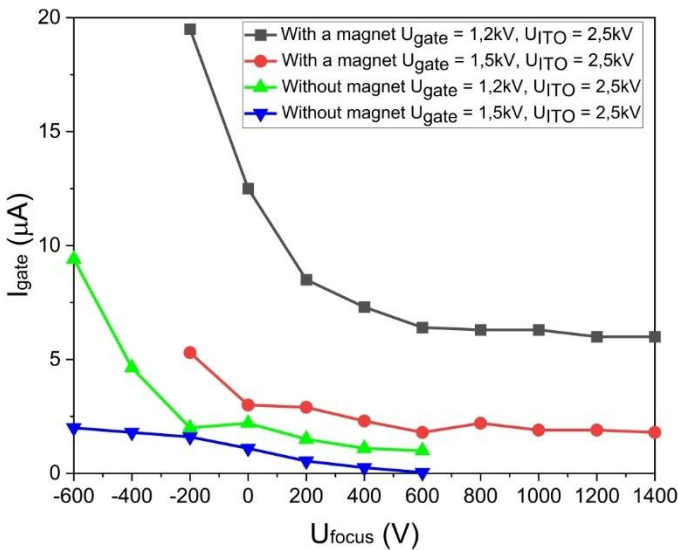


Fig. 14. Dependence of gate current on voltage at the focus electrode.

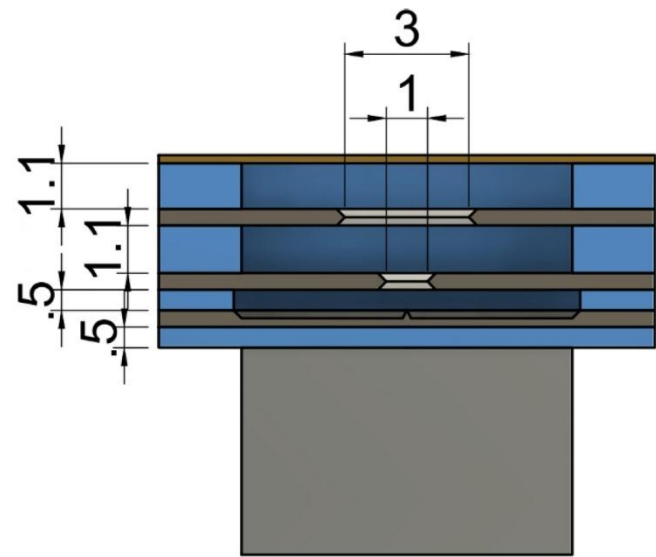


Fig. 15. Schematic of an optimized electron column.

Table 6
Summary of obtained spot images for optimized electron optics configuration with magnetic focusing (image size: 5.5mm × 5.5mm).

U _F [kV]	U _G = 1.2kV	U _G =1.4kV	U _G = 1.6kV
2,8			
1,8			
0,8			

size of the holes in the focusing and extraction electrodes, to 1 and 3 mm, respectively; and the distance to the anode to 1.1 mm (Fig. 15). This made it possible to obtain very intensive and well-focused beam, of course in the situation when magnetic field was applied (Table 6). For the optimized configuration, the emission current and the current on the anode were measured simultaneously. Fig. 16 shows that the emission currents of several tens of microamperes are achievable with the developed emitter. Furthermore, in each measurement, the transmission rate is at least 95%, meaning that emission losses are extremely low. Almost all electrons emitted from the cathode reached the anode.

4. Conclusions

The article presented the design and characterization results of a silicon field emitter in the form of a tip covered with a layer of carbon nanotubes. The authors focused on analyzing the performance of this emitter using electrostatic and magnetic focusing. The emitter generated satisfactory current, at the level of several to several tens microamperes. The optimal focusing was obtained for -200 V for the system without a magnet and 600 V for the system with a magnet. The addition of the magnetic focusing provided a significant reduction in spot size, improved spot uniformity and improved emission stability. For the optimal configuration of the electron column it was also possible to reduce the losses at the gate and focus electrodes almost to 0.

An innovative aspect of the described solution is the simultaneous use of a silicon tip and carbon nanotubes, which provides a large emission current and the application of magnetic focusing to miniature MEMS systems. The results show the potential of the developed emitter for use in miniature X-ray sources and other applications, such as electron microscopy. The last thing, which must be underlined, which is a great advantage of this approach, is that the magnetic field was introduced into the system only by adding a small neodymium magnet under the emitter. It does not affect the complexity of the system. Thus, similar solution can be applied to other field emission electron source to improve its parameters.

CRediT authorship contribution statement

Paweł Urbański: Conceptualization, Data curation, Formal analysis, Investigation, Methodology, Supervision, Writing – original draft, Writing – review & editing. **Piotr Szyszka:** Formal analysis, Visualization. **Marcin Białas:** Investigation. **Tomasz Grzebyk:** Conceptualization, Funding acquisition, Supervision, Writing – review & editing.

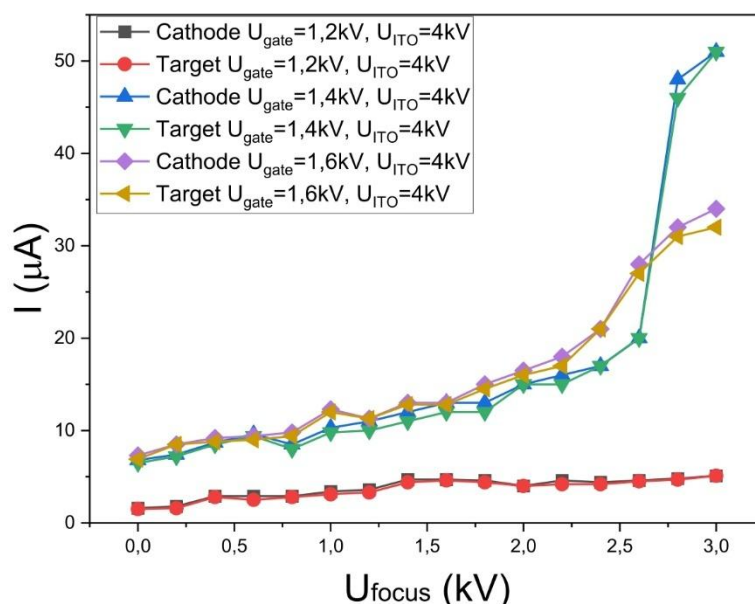


Fig. 16. Dependence of cathode and anode currents on focus voltage for different gate voltages.

Declaration of Competing Interest

The authors declare that they have no known competing financial interests or personal relationships that could have appeared to influence the work reported in this paper.

Data availability

Data will be made available on request.

Acknowledgments

The work was financed by the project 2021/41/B/ST7/01615 of Polish National Science Centre.

References

- [1] S. Tsujino, P. Das Kanungo, M. Monshipouri, C. Lee, R.J.D. Miller, Measurement of transverse emittance and coherence of double-gate field emitter array cathodes, *Nat. Commun.* 7 (1) (2016), <https://doi.org/10.1038/ncomms13976>.
- [2] S. Tsujino, P. Beaud, E. Kirk, T. Vogel, H. Sehr, J. Gobrecht, A. Wrulich, Ultrafast electron emission from metallic nanotip arrays induced by near infrared femtosecond laser pulses, *Appl. Phys. Lett.* 92 (19) (2008) 193501, <https://doi.org/10.1063/1.2924290>.
- [3] E. Kirk, S. Tsujino, T. Vogel, K. Jefimovs, J. Gobrecht, A. Wrulich, Fabrication of all-metal field emitter arrays with controlled apex sizes by molding, *J. Vacuum Sci. Technol. B: Microelectron. Nanometer Struct.* 27 (4) (2009) 1813, <https://doi.org/10.1116/1.3151852>.
- [4] M. Nagao, S. Yoshizawa, Fabrication of spindt-type double-gated field-emitters using photoresist lift-off layer, in: W 2014 27th International Vacuum Nanoelectronics Conference (IVNC), IEEE, 2014, <https://doi.org/10.1109/ivnc.2014.6894826>.
- [5] A. Koike, T. Tagami, Y. Takagi, T. Yoshida, M. Nagao, T. Aoki, Y. Neo, H. Mimura, Emission and focusing characteristics of a quintuple-gated field emitter array, *Appl. Phys. Express* 4 (2) (2011) 026701, <https://doi.org/10.1143/apex.4.026701>.
- [6] N.T. Hong, N.T.T. Tam, P.N. Minh, P.H. Khoi, K.H. Koh, S. Lee, Flexible CNT-array cathodes: Effect of bending on field electron emission, in: W 2009 22nd International Vacuum Nanoelectronics Conference (IVNC), IEEE, 2009, <https://doi.org/10.1109/ivnc.2009.5271638>.
- [7] Krasnyukov, A. Y., Chaplygin, Y., Krupkina, T. Y., & Artamonova, E. A. (2018b). The study of the influence of field emitter design parameters on emission properties using TCAD simulation. W 2018 IEEE Conference of Russian Young Researchers in Electrical and Electronic Engineering (EIConRus). IEEE. [doi:10.1109/eiconrus.2018.8317356](https://doi.org/10.1109/eiconrus.2018.8317356).
- [8] Hsu, D. S. Y., & Shaw, J. L. (b. d.). Gated in-situ grown carbon nanotube field emitter arrays. W 14th International Vacuum Microelectronics Conference. IEEE. [doi:10.1109/ivmc.2001.939648](https://doi.org/10.1109/ivmc.2001.939648).
- [9] V. Zhigalov, M. Putrya, A. Romashkin, Y. Chaplygin, A. Golishnikov, Field emission from horizontally aligned carbon nanotubes deposited on Si pillars, in: W 2019 IEEE Conference of Russian Young Researchers in Electrical and Electronic Engineering (EIConRus), IEEE, 2019, <https://doi.org/10.1109/eiconrus.2019.8656696>.
- [10] T. Grzebyk, K. Turczyk, A. Gorecka-Drzazga, J.A. Dziuban, Towards a MEMS transmission point X-ray source, in: W 2021 34th International Vacuum Nanoelectronics Conference (IVNC), IEEE, 2021, <https://doi.org/10.1109/ivnc52431.2021.9600697>.
- [11] A. Gorecka-Drzazga, Miniature X-ray sources, *J. Microelectromech. Syst.* 26 (1) (2017) 295–302, <https://doi.org/10.1109/jmems.2016.2640344>.
- [12] M. Bialas, T. Grzebyk, M. Krysztof, A. Gorecka-Drzazga, Signal detection and imaging methods for MEMS electron microscope, *Ultramicroscopy* (2022) 113653, <https://doi.org/10.1016/j.ultramicro.2022.113653>.
- [13] R.R.A. Syms, L. Michelutti, M.M. Ahmad, Two-dimensional microfabricated electrostatic einzel lens, *Sens. Actuators, A* 107 (3) (2003) 285–295, <https://doi.org/10.1016/j.sna.2003.08.001>.
- [14] H. Miyashita, E. Tomono, Y. Kawai, M. Toda, M. Esashi, T. Ono, Fabrication of einzel lens array with one-mask reactive ion etching process for electron micro-optics, *Japan. J. Appl. Phys.* 50 (10R) (2011) 106503, <https://doi.org/10.7567/jjap.50.106503>.
- [15] J.J. Bozzola, L.D. Russell, *Electron Microscopy: Principles and Techniques for Biologists*, Sudberry: Jones and Bartlett's Publishers, 1999, pp. 157–158, ISBN 978-0-7637-0192-5.
- [16] Electron Microscope Lenses - SEM(2) | Tech | Matsusada Precision. (b. d.). Matsusada Precision. <https://www.matsusada.com/column/sem-tech2.html>.
- [17] T. Kawasaki, I. Matsui, T. Yoshida, T. Katsuta, S. Hayashi, T. Onai, T. Furutsu, K. Myochin, M. Numata, H. Mogaki, M. Gorai, T. Akashi, O. Kamimura, T. Matsuda, N. Osakabe, A. Tonomura, K. Kitazawa, Development of a 1 MV field-emission transmission electron microscope, *J. Electron Microsc.* 49 (6) (2000) 711–718, <https://doi.org/10.1093/oxfordjournals.jmicro.a023863>.
- [18] K. Kasuya, T. Kawasaki, N. Moriya, M. Arai, T. Furutsu, Magnetic field superimposed cold field emission gun under extreme-high vacuum, *J. Vacuum Sci. Technol. B, Nanotechnol. Microelectron.: Mater., Process., Measur., Phenomena* 32 (3) (2014) 031802, <https://doi.org/10.1116/1.4869545>.
- [19] Yamazaki, Y., Miyoshi, M., & Nagai, T. (1994). Magnetic immersion field emission electron gun systems capable of reducing aberration of electrostatic lens (US5371371A).
- [20] Takashi, O., & Shunichi, W. (2015). Electron gun, and electron microscope (JP2015015200).
- [21] P.W. Hawkes, *Principles of Electron Optics*, Academic Press, 1989.

Detection system for a miniature MEMS X-ray source

Paweł Urbański*, Tomasz Grzebyk

Faculty of Electronics, Photonics and Microsystems, Wrocław University of Science and Technology
ul. Janiszewskiego 11/17, 50-372 Wrocław, Poland

Article info

Article history:

Received 28 Feb. 2023

Received in revised form 30 Jun. 2023

Accepted 07 Jul. 2023

Available on-line 30 Aug. 2023

Keywords:

X-rays;
luminophore;
scintillator;
detection system.

Abstract

The article presents the results of experiments on a detection system used for detecting signals from a miniature, low-energy micro-electro-mechanical system (MEMS) X-ray source. The authors propose to use a detection based on luminescence phenomena occurring in luminophore and scintillators to record the visual signal on a CMOS/CCD detector. The main part of the article is a review of various materials of scintillators and luminophores which would be adequate to convert low-energy X-ray radiation ($E < 25$ keV – it is a range not typical for conventional X-ray systems) to visible light. Measurements obtained for different energies, exposure times, and different targets have been presented and analysed.

1. Introduction

The micro-electro-mechanical system (MEMS) X-ray source being developed by the authors contains four electrodes: a cathode with a tip coated with carbon nanotubes, an extraction gate, a focusing electrode, and a target. In addition, to ensure a high and stable vacuum in the structure, an ion-sorption pump will be integrated with it. The source operates in a transmission mode, the electron beam is focused onto a silicon target, and the resulting X-rays leave the source only through a small membrane made in its centre. The radiation resulting from the interaction of the electron beam with the silicon target has a spectrum consisting of a characteristic peak with an energy of about 1.71 keV and a wide-band bremsstrahlung radiation (Fig. 1).

The source in its concept allows for the generation of a point beam of X-rays. The nature (quality, shape, etc.) of a generated beam is affected by many factors which will be optimized during the research. However, to do so, a proper detection system must be chosen which will be used to characterise the emitted beam.

There are many X-ray detection systems and elements available on the market and described in the literature [1], both passive [2–5] and active [6–9]. All of them have their advantages and disadvantages. To characterise the

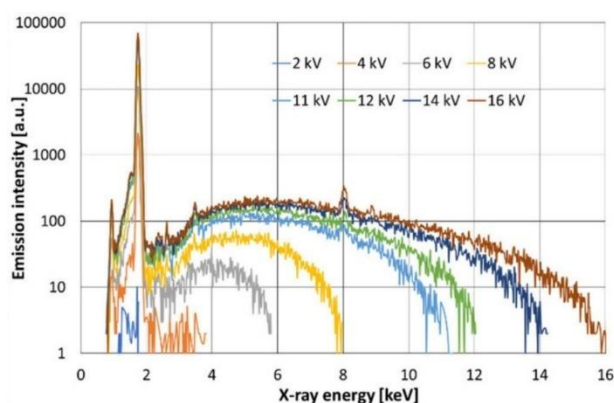


Fig. 1. Spectrum of emission for different electron beam energies

miniature X-ray source, the most important features should have been the ability to make fast, repeatable and reliable measurement which will provide information on the intensity and spatial distribution of the beam. Moreover, due to small dimensions of the source, a reasonable solution to detect its signals is the use of small detection elements that can be placed near the source. Taking all these factors into account, the authors have decided to compose a system of a CCD/CMOS matrix and proper scintillators or luminophores that convert the X-rays to visible light.

*Corresponding author at: pawel.urbanski@pwr.edu.pl

<https://doi.org/10.24425/opelre.2023.147038>

1896-3757/ Association of Polish Electrical Engineers (SEP) and Polish Academic of Sciences (PAS). Published by PAS

© 2022 The Author(s). This is an open access article under the CC BY license (<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>).

The choice of matrix is relatively easy, it should ensure good quality and resolution, and most importantly, it should be possible to adjust all the desired acquisition parameters (most of X-ray matrix detectors do not allow to set any parameters).

The choice of the proper scintillator or luminophore, adequate for the low-energy radiation, is a more complex problem and this aspect is deeply investigated within this research.

The operation of a luminophore is based on the emission of light waves as a result of excitation of the luminescent material with a factor other than that causing only the emission of thermal radiation [10]. Luminescence phenomena can be directly used for a detection of ionizing radiation, for example, in detectors using X-ray luminescence or radioluminescence where the generation of visible light is caused by the absorption of ionizing radiation [10].

Scintillators are elements that, under the influence of ionizing radiation, emit electromagnetic radiation with a much longer wavelength: in the ultraviolet, visible light, or infrared range. The mechanism of operation of scintillators is also based on the phenomenon of luminescence. The passage of the molecule through the scintillation material causes the ionisation process which results in the excitation of its molecules and atoms and the emission of light pulses. However, only a part of the incoming radiation energy is converted into the scintillation, the rest is converted into thermal energy.

There are three basic mechanisms of electromagnetic interactions caused by X-ray or γ radiation in the scintillator: photoabsorption, Compton scattering, and production of electron-positron pairs [4]. In the case of using a scintillator to detect signals from the miniature X-ray source, in the low-energy range the dominant process is photoabsorption. This process consists in the transfer of energy between an interacting photon and an electron from one of electron shells of the absorber atom. This produces a photoelectron which is ejected with a kinetic energy equal to the energy of the incident photon minus the binding energy of the electron in its shell. This is followed by reorganisation of the electron cloud to fill the electron gaps, resulting in the emission of Auger electrons. The highest probability of this process occurs when the energy of the initiating photon is comparable to the kinetic energy of the electron in one of the absorber atom shells [10].

The research problem in this work is to review and select elements of a detection system that allows the measurement of signals coming from a miniature MEMS X-ray source which is currently under development [11, 12]. This source will be fabricated of silicon and glass as a few cubic cm in size, and will allow generating soft X-rays with energy up to 25 keV (power < 2.5 W).

X-ray detection components and systems available on the market are usually designed to detect high-energy radiation. In the case of elements and detection systems designed for low energy, such as those generated by the developed source, they are poorly available and often insufficiently described and classified. For this reason, tests and analysis of elements capable of detecting low-energy X-rays that are suitable for integration into the developed X-ray source have been carried out.

2. Project of the measurement system

The analysis of the detector elements for the miniature X-ray source was carried out using X-rays generated by exposing the silicon membrane to a focused beam of electrons generated in the scanning electron microscope (SEM) (Fig. 2).

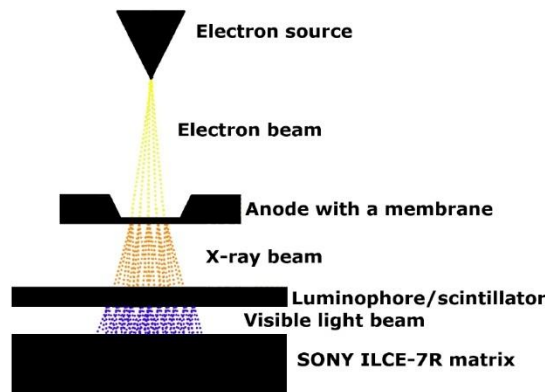


Fig. 2. Scheme of the measuring system for analysing the quality of converting soft X-rays into visible light.

The electron beam had a well-defined spot (50 nm) and a very stable, but small emission current of 1 nA. In the final device, much higher current is planned (10–100 μ A) that should allow to obtain much higher intensity of the emitted X-ray radiation. However, in the current design stage, it was impossible to ensure sufficient level of the emission stability which would not allow for repeatability of measurements. The use of SEM as a source of electrons allows tests using a strictly defined and stable electron beam which ensures the repeatability of measurement conditions.

The X-ray beam generated in the silicon membrane illuminated the examined scintillator/luminophore, and it was converted to a visible signal, recorded later by the CMOS matrix of Sony Alpha ILCE 7R photographic camera. The use of this camera to detect the resulting visible light allowed easy manipulation of acquisition parameters, like time and sensitivity. Pictures could be directly observed on a computer screen. Furthermore, the selected camera was characterised by high sensitivity with a maximum ISO of 25 600, and a full frame matrix of 35.9 mm $\times$ 24 mm (36.8 MPix) which ensures good quality images.

The most effort was put into selection of a proper material that converts X-rays into visible light. There are numerous types of luminophores and X-ray scintillators available on the market, supplied by different companies, with different form and intended for different applications. In order to choose the best one for the developed miniature X-ray source, a wide group of them have been collected and examined. All of them are listed in Table 1.

The selection of the most suitable material was made based on radiation energy to which it reacts, time of luminescence decay, and available form. These elements should have the shortest possible luminescence decay time to enable potential recording of X-ray films and they should react to radiation similar to that generated by the X-ray source (see Fig. 1). The form of these elements should enable their easy integration with the rest of the X-ray source.

Table 1.

Parameters of the selected luminophore and scintillator [13, 14].

Luminophore, scintillator	Max. spectral intensity [nm]	Time decay [μ s]	Type/form
Gd ₂ O ₂ S:Eu	627 (red)	850	Powder luminophore
Gd ₂ O ₂ S:Pr	513 (green)	7	Powder luminophore
Gd ₂ O ₂ S:Tb	545 (green)	1500	Powder luminophore
luminophore from LRF_OSAM (Ge)	(red)	no data	Powder luminophore
luminophore from LRF_POLAM (Ge)	(red)	no data	Powder luminophore
(Zn, Cd)S:Ag	555 (red)	1–100	Powder luminophore
Y ₂ O ₂ S:Tb	545 (blue)	1500	Powder luminophore
ZnS:Ag	455 (blue)	80	Powder luminophore
Hamamatsu FOS J6679 [CsI (Tl)] fibre optic scintillator	(green-red)	0.23	Fibre optic scintillator
Stintacor – luminescent film luminor ultra 5+	(green)	no data	Luminescent foil
Photoluminescent foil from a fluorescent board (SrAl ₂ O ₄ :Eu:Dy)	520 (green)	60 min to - luminance of 35 mcd/m ²	Luminescent foil
Hamamatsu J8734-y020 [CsI (Tl)]	(green-red)	0.23	Scintillator

3. Performance analysis of the selected luminophore

The images obtained using various types of luminophore/scintillators were analysed by plotting the intensity values of the cross-sections of these images. Since different materials gave different colour of light signal, first all images were converted into greyscale. The greyscale is expressed as a percentage where 0% is a black pixel, 100% is a white pixel, and the middle values are shades of grey. In this case, the value on the greyscale is a representation of the amount of light reaching the camera matrix, i.e., the intensity of its illumination.

Due to the point nature of the X-ray source used for measurements, the luminous intensity has a normal distribution, it is the highest in the centre and drops at the edges of the screen (Fig. 3). One can observe that the curve is quite noisy. Noise is visible in the form of grains in the recorded images. The graininess of the resulting image is probably related to the quantum noise of the photons reaching the sensor and to some extent to the high ISO value of the camera sensor (ISO = 25 600).

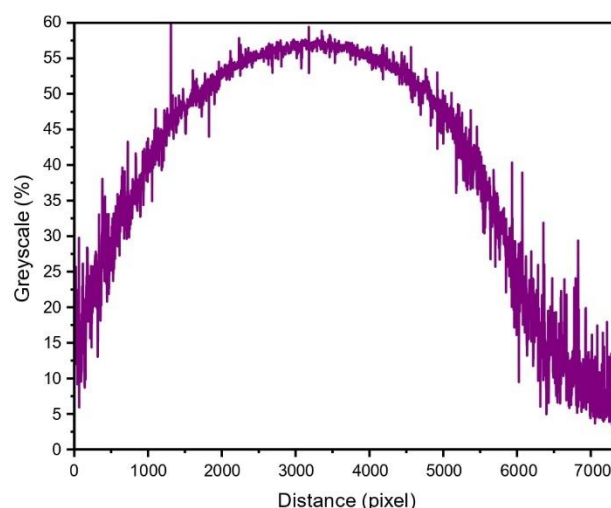


Fig. 3. Greyscale distribution for the cross-section of the image obtained using the (Zn, Cd)S:Ag luminophore, with the exposure time equal to 10 s and for different voltages accelerating the electron beam (15 μ m membrane).

Examples of X-ray images created with the use of different materials and the maximum greyscale values are shown in Table 2. The noisy nature of the signal causes that the standard deviation of all results is $\sim 1.3\%$. All measurements were taken for an acceleration voltage of 18 kV and acquired in 10 s. The time could be significantly reduced, if the emission current was higher since the relation here is proportional.

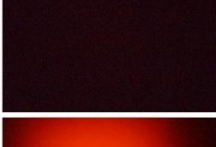
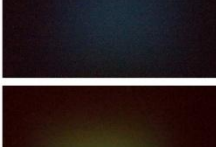
The best luminous intensity was obtained for the SrAl₂O₄:Eu:Dy luminophore which would potentially give the best results when taking X-ray images in the analysed energy range. However, it turned out to be useless because of the long luminescence decay time which would require a long break before the next measurement. Additionally, this luminophore became saturated and emitted light when exposed to visible light which further reduced its usefulness.

The rest of examined materials can be divided into three groups. The worst intensities of a signal, below 10%, were characteristic for the germanium luminophore of the mercury fluorescent lamp (MFL, in Polish – LFR); their intensity values were at the noise level. The luminophores Y₂O₂S:Tb, ZnS:Ag, Gd₂O₂S:Eu, Gd₂O₂S:Pr, and the fibre optic scintillator FOS J6679 [CsI(Tl)] turned out to be better with a maximum intensity between 20% and 40%. The best intensity, above 40%, was found for the luminophore Gd₂O₂S:Tb, (Zn, Cd)S:Ag, SrAl₂O₄:Eu:Dy, the Stintacor luminor ultra 5+ luminescent film, and the J8734-y020 scintillator [CsI (Tl)].

Apart from the luminous intensity, an important parameter is the resolution of the detection element. In the case of a fibre optic scintillator, its resolution is limited by the diameter and the number of fibres which, in this case, are 50 million in a 23.5 mm diameter disk, but this solution is devoid of scattering effects within the material. In the case of other elements, the resolution depends on the grain size of scintillator or luminophore material (for (Zn, Cd)S:Ag from ~ 5 to ~ 10 μ m), and thickness of the layer.

Table 2.

Summary of the X-ray images of the spot obtained for the exposure time of 10 s and the electron beam voltage of 18 kV (silicon membrane with a thickness of 15 μm).

Luminophore, scintillator	X-ray image	Illuminance intensity [%]
Gd ₂ O ₂ S:Eu		21.17
Gd ₂ O ₂ S:Pr		33.71
Gd ₂ O ₂ S:Tb		44.46
Luminophore from LRF_OSAM (Ge)		8.62
Luminophore from LRF_POLAM (Ge)		7.29
(Zn, Cd)S:Ag		58.12
Y ₂ O ₂ S:Tb		39.44
ZnS:Ag		28.39
FOS J6679 [CsI (Tl)] fibre optic scintillator		35
Stintacor –luminescent film luminor ultra 5+		47.25
Photoluminescent foil from a fluorescent board (SrAl ₂ O ₄ :Eu:Dy)		100
J8734-y020 [CsI (Tl)]		43.4

The luminophore (Zn, Cd)S:Ag showed the greatest usefulness in the measurement of signals from the analysed source, both because of the second highest luminous intensity and short luminescence decay time. In addition, due to its availability in the form of a powder, this luminophore enabled easy integration with the elements of the X-ray source because of the ease of applying it to surfaces with an extensive shape. This may result in expanding the device future applications [15, 16].

4. Performance analysis of the selected luminophore

The selected luminophore (Zn, Cd)S:Ag was subjected to further examination to answer how different parameters affect the optical signal. It was noticed that the change in the intensity of the images was linear, as expected, in the function of the exposure time but not linear in the function of the electron beam energy. This luminophore showed low intensity at low energies (6 kV), even for long exposure times (Fig. 4). The energy had to be greater than ~ 10 keV to obtain high signals. In that case, even shorter acquisition times were possible to apply.

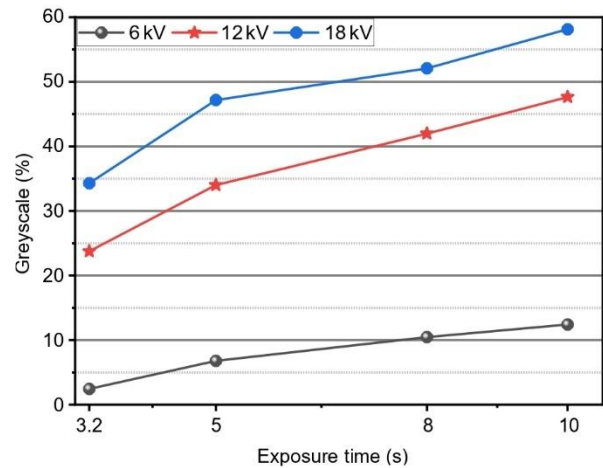


Fig. 4. Maximum values for the image cross-section obtained with the use of the (Zn, Cd)S:Ag luminophore, at different voltages accelerating the electron beam and different exposure times.

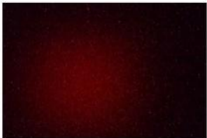
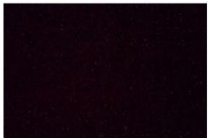
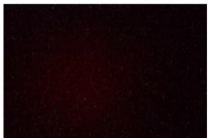
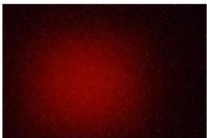
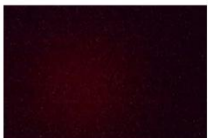
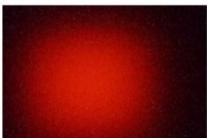
The images obtained on the CMOS matrix for different energies were collected in Table 3. For lower voltages, the image noise level increases in comparison to the useful signal and the intensity of the registered spot is small. Visually, at a voltage lower than 6 kV, the image of the spot is almost invisible. This is probably because X-ray radiation is in the range of energies for which this luminophore has a low conversion efficiency. However, an increase in the electron emission current may improve the X-ray emission and, as a result, improve the obtained image. The luminous intensity increases with increasing accelerating voltage, but the growth rate begins to decrease above an energy of 8 kV (Fig. 5).

An important issue in the detection of signals from the developed X-ray source is to determine the effect of thickness of silicon membranes on the intensity of the luminophore glow. The measurements showed an increase in the luminous intensity with a decrease in the thickness of the membrane (Table 4, Fig. 6). This is due to a smaller attenuation of the X-rays in the target material. At the same

time, further reduction of the membrane thickness would be unfavourable due to the risk of electrons passing through it which also causes luminescence which would falsify the X-ray measurement. Furthermore, it is technologically more difficult and generates the risk of a rapid mechanical damage. The way to increase the intensity of the X-ray radiation, without reducing the thickness of the membrane, is to deposit a thin layer of other materials on it, which would generate intensive characteristic radiation peaks [17].

Table 3.

List of X-ray images of a spot obtained for an exposure time of 10 s and different voltages (silicon membrane with a thickness of 15 μm).

E_n [kV]	X-ray image	E_n [kV]	X-ray image
2		7	
3		8	
4		10	
5		12	
6		18	

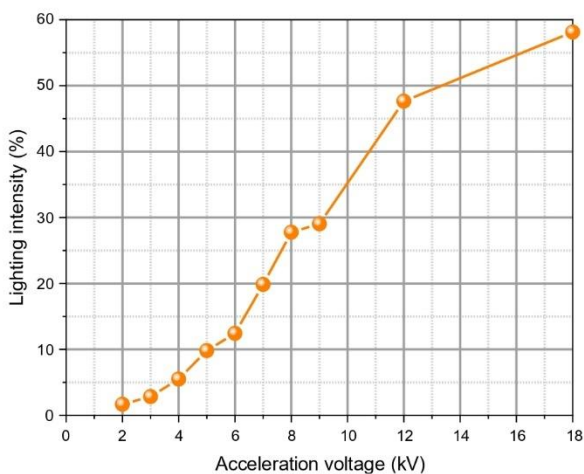
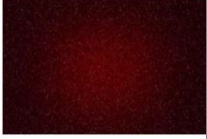
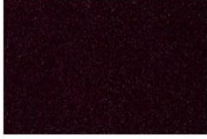


Fig. 5. Maximum greyscale values for the cross-section of the image obtained with the use of the (Zn, Cd)S:Ag luminophore at different voltages, accelerating the electron beam for an exposure time of 10 s.

Table 4.

List of X-ray images of a spot obtained for an exposure time of 10 s and an accelerating voltage of an electron beam of 18 kV for different membrane thicknesses.

Membrane thickness [μm]	X-ray image	Membrane thickness [μm]	X-ray image
5		30	
13		40	
18.5		50	

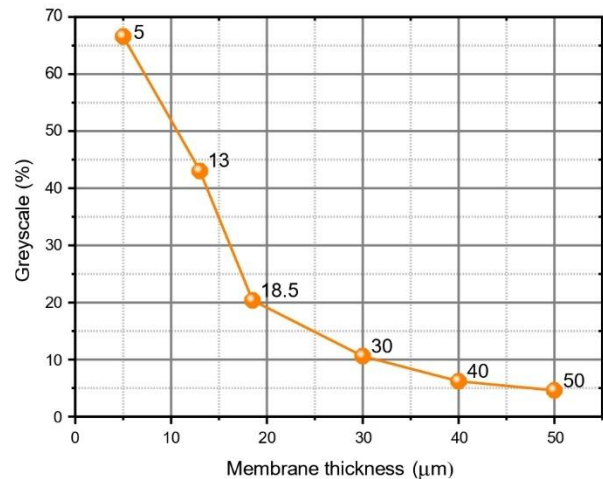


Fig. 6. X-ray images and dependence of the maximum value of the greyscale for cross-sections of these images obtained with the use of the phosphor (Zn, Cd)S:Ag on the membrane thickness (voltage accelerating the electron beam $U = 18$ kV, exposure time $t = 10$ s).

5. Conclusions

The article gave an overview on how different materials react to X-ray radiation and which of them can be applied to characterise a miniature X-ray source. In most cases, the tested luminophores and scintillators worked well for the detection of soft X-rays. Particularly useful turned out to be the luminophore (Zn, Cd)S:Ag which was characterised by short luminescence decay time and high luminous intensity, even in the case of low radiation energies. The convenient form of the (Zn, Cd)S:Ag luminophore powder allows the easy application on surfaces such as glass or foil which enables easy integration with a miniature MEMS X-ray source. The designed measurement system using the (Zn, Cd)S:Ag luminophore and the CMOS matrix allows for quick testing of prototype elements of the miniature MEMS X-ray source and gives the possibility to easily measure a series of X-ray images obtained under different conditions.

Acknowledgements

The work was financed by the project 2021/41/B/ST7/01615 of Polish National Science Centre.

References

- [1] Urbański, P. & Grzebyk, T. Review of X-ray detection systems. *Opto-Electron. Rev.* **31**, e146554 (2023). <https://doi.org/10.24425/opelre.2023.146554>
- [2] Knoll, G. F. *Radiation Detection and Measurement*. (John Wiley & Sons, 2010).
- [3] Cebim, M. A., Oliveira, H. H. S., Krauser, M. O. & Davolos, M. R. X-Ray-Excited Optical Luminescence in Recent Advances. in *Recent Advances Complex Functional Materials* (eds. Longo, E. & La Porta, F.) 177–193 (Springer International Publishing, 2017). https://doi.org/10.1007/978-3-319-53898-3_7
- [4] Lecoq, P. Scintillation Detectors for Charged Particles and Photons. in *Particle Physics Reference Library* (eds. Fabjan, C. & Schopper, H.) 45–89 (Springer International Publishing, 2020). https://doi.org/10.1007/978-3-030-35318-6_3
- [5] Veronese, I. *et al.* Radioluminescence dosimetry by scintillating fiber optics: the open challenges. *Proc. SPIE* **8852**, 88521L (2013). <https://doi.org/10.1117/12.2027041>
- [6] Bartuś, T. *Licznik Geigera-Müllera – zasada działania* <http://home.agh.edu.pl/~bartus/index.php?action=efekty&subaction=arduino&item=30> (Accessed Dec. 9, 2022). (in Polish)
- [7] REMEDI Revolution in Medical Device Portable X-Ray Digital Camera <https://remedihc.com/product-portable-x-ray/> (Accessed Feb 24, 2023).
- [8] KETEK GmbH Silicon Drift Detectors (SDD) <https://www.ketek.net/sdd/> (Accessed Feb 24, 2023).
- [9] ADVACAM MiniPIX TPX3 X-ray diffraction camera for Non-Destructive-Testing <https://advacam.com/camera/minipix-tpx3> (Accessed Feb 22, 2023).
- [10] Cebim, M. A., Oliveira, H. H. S., Krauser, M. O. & Davolos, M. R. X-Ray-Excited Optical Luminescence. in *Recent Advances in Complex Functional Materials* 177–193 (Springer International Publishing, 2017).
- [11] Grzebyk, T., Turczyk, K., Górecka-Drzazga, A. & Dziuban, J. A. Towards a MEMS Transmission Point X-Ray Source. in *34th International Vacuum Nanoelectronics Conference (IVNC)* 1–2 (IEEE, 2021). <https://doi.org/10.1109/IVNC52431.2021.9600697>
- [12] Krysztof, M., Urbański, P., Grzebyk, T., Hausladen, M. & Schreiner, R. MEMS X-ray Source: Electron Emitter Development. in *21st Power MEMS* 248–251 (IEEE, 2022). <https://doi.org/10.1109/PowerMEMS56853.2022.10007563>
- [13] Jankowiak, P. *Cathode-Ray Tube Phosphors of Interest to the Experimenter* http://www.bunkerofdoom.com/tubes/crt/crt_phosphor_research.pdf (2012) (Accessed Dec. 15, 2022).
- [14] OSRAM Sylvania fluorescent lamps. <https://web.archive.org/web/20110724123140/http://www.sylvania.com/BusinessProducts/MaterialsandComponents/LightingComponents/Phosphor/FluorescentLamps>, (Accessed Dec. 15, 2022).
- [15] Comaby, S. *et al.* Simultaneous XRD/XRF with low-power X-ray tubes. *Proc. Adv. X-Ray Anal.* **45**, 34–40 (2002). https://moxtek.com/wp-content/uploads/pdfs/simultaneous-xrdxrf-with-low-power-x-ray-tubes/SIMULTANEOUS_XRDXRF_WITH_X-RAY_TUBES.pdf
- [16] Górecka-Drzazga, A. Miniature X-ray sources. *J. Microelectromech. Syst.* **26**, 295–302 (2017). <https://doi.org/10.1109/JMEMS.2016.2640344>
- [17] Urbanski, P., Bialas, M., Krysztof, M. & Grzebyk, T. Mems X-Ray Source: Electron-Radiation Conversion. in *21st Power MEMS* 42–45 (IEEE, 2022).

Transmission Target for a MEMS X-Ray Source

Paweł Urbański¹, Marcin Białas, Michał Krysztof², and Tomasz Grzebyk¹

Abstract—This paper describes a major step towards the development of the first fully MEMS X-ray source. It focuses mostly on the development of a transmission target that is responsible for converting the electron beam into radiation. The simulation and experimental results are presented, allowing investigation of the influence of the target material, target thickness, and electron beam energy on the obtained X-ray radiation intensities and spectra. It has been proven that one can apply a silicon membrane as an X-ray target working with energies below 25 keV. It has also been shown that covering the membrane with metals such as nickel or tantalum can significantly improve the radiation intensity. Moreover, the article presents how exactly these metals contribute to radiation spectrum, i.e. which gives more coherent beam and which broadband. [2023-0040]

Index Terms—MEMS, X-ray source X-ray target, X-ray radiation.

I. INTRODUCTION

X-RAY inspection has been applied in many different areas for more than a century: in medicine, metallurgy, crystallography, electronics, or environmental science [1], [2], [3], [4], [5]. However, many research groups are still active in this field. There are few visible trends present in the literature related to: miniaturization, exploration of new functionalities, and new applications [6], [7], [8], [9], [10], [11], [12], [13]. The first aspect is the most important since it allows for the investigation of two others. Having a miniature X-ray source, one can think of developing low-cost X-ray tomography instruments, inspection of very small, e.g., biological objects, etc. MEMS technology seems to be very promising for the production of miniature X-ray sources. Despite the fact that it is often applied to prepare some elements of the X-ray source, until now there has been no X-ray source fabricated completely in MEMS technology. Few problems must be overcome to achieve this goal. Such a source requires an efficient electron emitter [7], [8], [9], [12], [13], a proper target to convert the accelerated electrons into radiation, stable, high-vacuum conditions [14], [15], [16], and in the case of high intensity source – a cooling systems [17].

Classical X-ray sources usually contain a thermal cathode, a copper or tungsten target, and are sealed in a hermetic glass

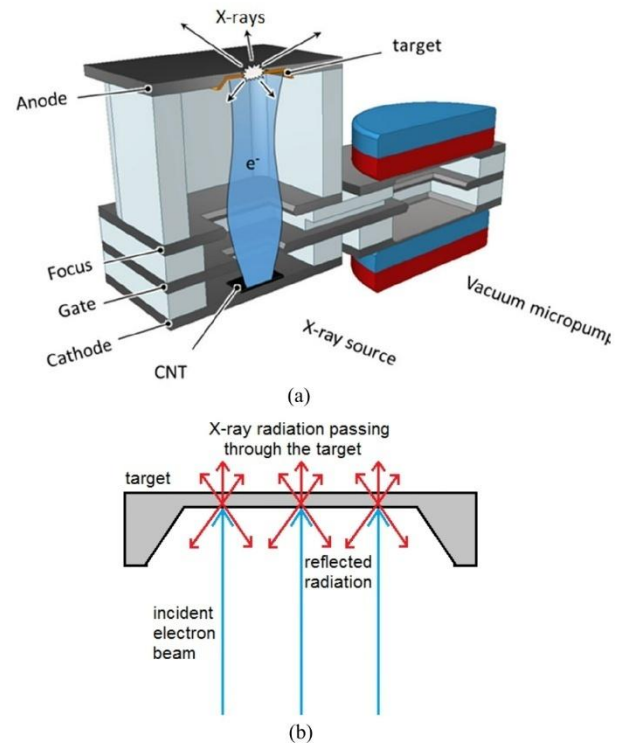


Fig. 1. Scheme of the MEMS X-ray source (a) and illustration of the electron-radiation conversion (b).

or ceramic tube. In most cases, they work in a reflective mode: the electron beam collides with a tilted target, and the generated X-ray radiation leaves the housing through a beryllium window on its side wall. Although such an approach is advantageous in many situations (operation under high power, protection of an electron source from scattered X-rays), it cannot be transferred directly to MEMS, which usually has a form of a silicon-glass multilayer structure.

We propose a different approach. In our concept, the completely MEMS X-ray source will consist of an electron gun formed of a field-emission cathode (CNT or silicon tip), silicon gate and focus electrodes, proper glass spacers, and an MEMS ion-sorption vacuum pump attached to a side, responsible for providing high vacuum conditions [18], [19], [20]. The X-ray source will work in transmission mode. X-rays generated at the target in the form of a membrane will leave the source through the top layer (Fig. 1). Reflected X-rays will be absorbed by silicon and glass elements.

The target is the most important element of the X-ray source responsible for the conversion of the electron beam to radiation. X-ray radiation is formed when a high-energy electron beam collides with a target material (Fig. 2a). During

Manuscript received 15 March 2023; revised 25 May 2023; accepted 4 June 2023. Date of publication 19 June 2023; date of current version 2 August 2023. This work was supported by the Polish National Science Centre under Project 2021/41/B/ST7/01615. Subject Editor T. Tsuchiya. (Corresponding author: Tomasz Grzebyk.)

The authors are with the Faculty of Electronics, Photonics and Microsystems, Wrocław University of Science and Technology, 50-372 Wrocław, Poland (e-mail: tomasz.grzebyk@pwr.edu.pl).

Color versions of one or more figures in this article are available at <https://doi.org/10.1109/JMEMS.2023.3283536>.

Digital Object Identifier 10.1109/JMEMS.2023.3283536

This work is licensed under a Creative Commons Attribution 4.0 License. For more information, see <https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>

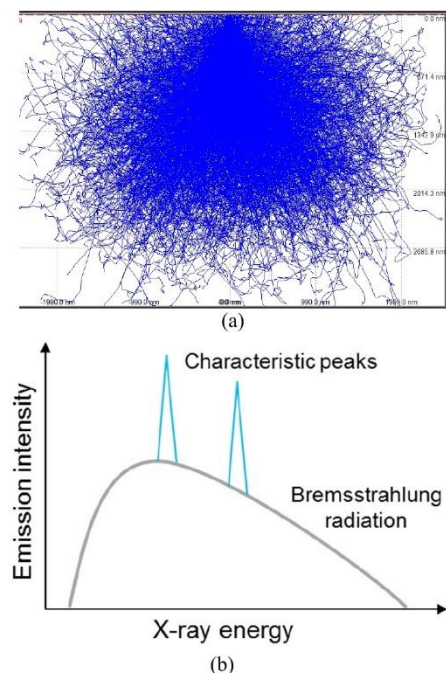


Fig. 2. Scattering of the electron beam in the target; from CASINO software (a) and an example of the X-ray spectrum (b).

that process, electrons lose their kinetic energy because of interactions with atoms of the target in the form of elastic scattering (e.g., trajectory change) or inelastic scattering (e.g., ionization collisions). The first process leads to the formation of a hump on the emission spectrum (so-called Bremsstrahlung (BS) radiation), and the second is responsible for the presence of the characteristic peaks (Fig. 2b). It must also be underlined that not more than 1% of electron energy is transferred to radiation, the rest is wasted as heat.

The choice of a certain target material, its thickness, and shape affect the intensity and quality (spectral and spatial distribution) of the emitted X-ray beam, as well as the heat dissipation. On the basis of the simulation and measurement results, the authors tried to investigate the relations between the mentioned parameters and optimize them.

The plan was to use the source as a relatively low-energy instrument (5-25 keV). This is a range not common for most X-ray sources, and thus many initial tests had to be performed.

II. METHODS

The simulations were performed with CASINO and Win X-ray software [21], [22]. Both programs use the Monte Carlo method for calculating electron trajectories in solid materials. The CASINO program focuses on simulating the effects happening to the electron beam in the scanning electron microscope. The Win X-ray program is its extension, which provides complete simulation of the X-ray spectrum.

Each time, 2000 electrons were used for the calculations. Simulations allowed to show how the electrons are scattered in the material, where exactly they lose energy, and how deep they can reach. Due to that, it was possible to obtain emission spectra for different materials and electron beam energies.

It must be taken into account that the targets working in the transmission mode do not only generate radiation, but can also absorb part of it – this effect was also calculated.

Experimental results were obtained using a well-defined electron beam from a scanning electron microscope (operating in almost static mode, beam size 50 nm, 1 nA) and a beam generated from a thermal cathode (2 mm spot size, 100 μ A). Signals were recorded on a CMOS matrix placed behind the (Cd,Zn)S:Ag or CsI(Tl) scintillators, which gave the highest optical signals for the low-energy X-ray beam.

To determine the emission spectra, the Ketek AXAS-D spectrometer was utilized.

III. RESULTS

A. Silicon Target

The first aspect that was investigated was the possibility of using silicon as the target material. It is the material used for the preparation of all other electrodes of the X-ray source, and thus, from a technological point of view, it was the easiest choice. It is possible to form a membrane with a desired size and thickness by photolithography and KOH etching processes and connect it to a glass spacer by anodic bonding. The use of silicon as a target material also allows the integration of the X-ray source with another microsystem or μ TAS. One can add, for example, a microfluidic channel for an analyzed sample right above the membrane, or with water, around the membrane – for cooling.

However, silicon is not a typical material applied in X-ray sources (neither for X-ray generation nor for its transmission). Silicon is a relatively low mass material, and the mass number is one of the most important parameters in terms of the generation and absorption of X-ray radiation. It will not generate as much radiation as heavier materials, and will not allow to pass through as much radiation as, e.g. beryllium window.

To explore this aspect, first computer simulations were performed. They showed that the Si target generates a lot of radiation, but most of the energy is concentrated in a 1.74 keV peak and that the Bremsstrahlung hump is relatively low (Fig. 3). The presence of a characteristic peak below 2 keV and a low hump, especially for the higher energy range, can be problematic for further application for two different reasons. First, low-energy radiation (<5keV) is highly absorbed by most materials. Second, the majority of detectors are designed to cooperate with commercial X-ray tubes, working usually above 50 keV. Thus, it was not guaranteed that any image can be obtained from this signal.

The spectral measurements showed almost identical results predicted by the simulations (Fig. 4).

More important were the results obtained on a scintillator screen. Despite the mentioned concerns, the X-ray image was clearly visible (Fig. 5a). It had a Gaussian-like distribution (Fig. 5b) – it was the most intensive in the central part of the screen and vanishes at the edges – which is characteristic for conically emitted X-ray beams. Of course, the radiation is generated in all directions, but mostly the part that is close to the axis can leave the source.

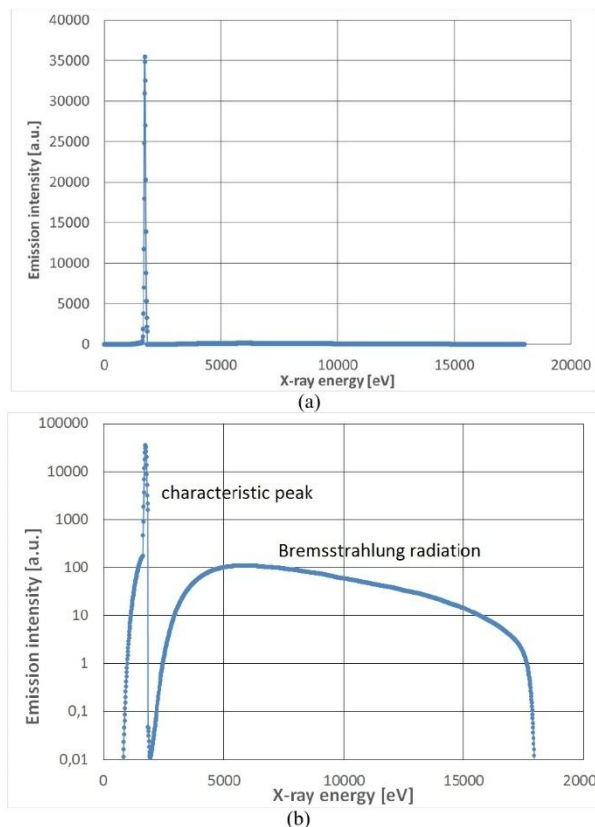


Fig. 3. Simulated X-ray spectrum of Si (Win X-ray software): a) in linear scale, b) in logarithmic scale.

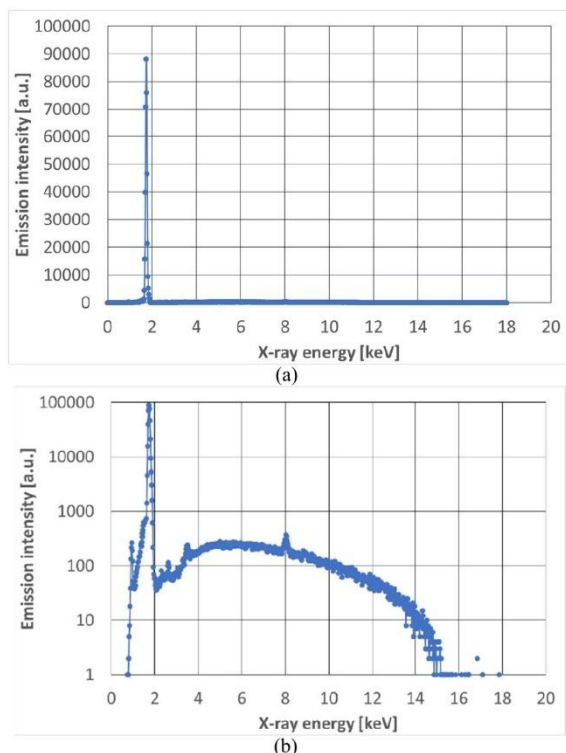


Fig. 4. Measured X-ray spectrum of Si: a) in linear scale, b) in logarithmic scale.

The intensity of the X-ray beam changed with the incident electron energy (Fig. 6). Below 6 keV, it was almost at the

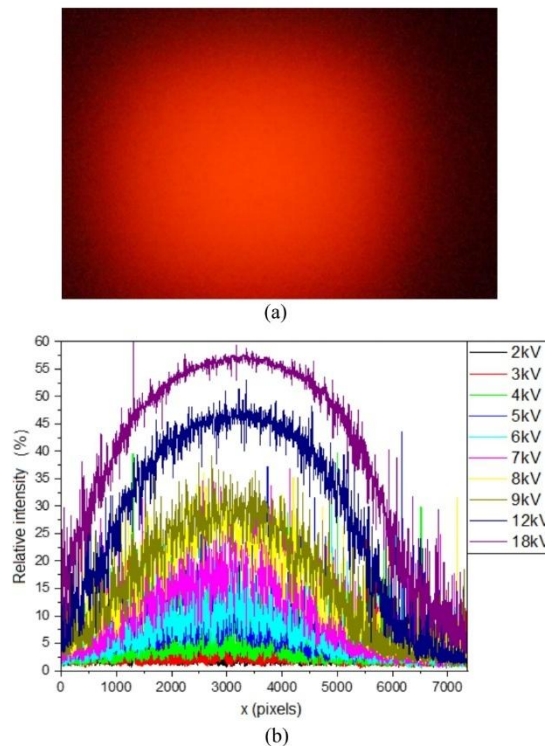


Fig. 5. Signal recorded on a CCD screen with a silicon target, $E = 18$ keV, Si thickness = $15 \mu\text{m}$ (a), and the cross-section of the beam for different X-ray energies.

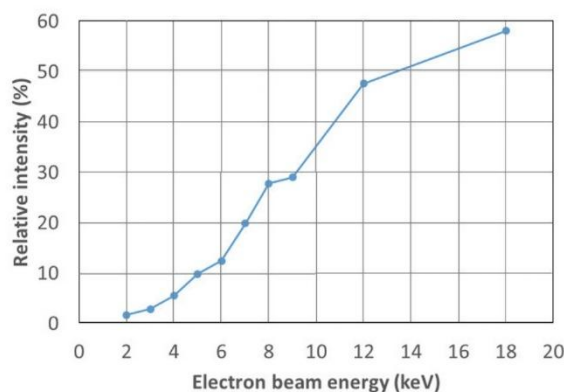


Fig. 6. Intensity of the image as a function of energy.

noise level (the image intensity was below 10%, expressed in a relative gray scale). Between 6 and 12 keV, the intensity increased from 10 to 50%. This level was high enough to obtain clearly visible images. A further increase of the electron energy increased the intensity of the X-ray signal, but not at the same rate as before.

Simulations and measurements indicated that the electron energy also significantly affects the X-ray spectra (Fig. 7). The high voltage applied to the target increases the intensity of a continuous spectrum and the height of the characteristic peak, even by a few orders of magnitude. The edge of the Bremsstrahlung hump shifts right (to higher energies), but majority of X-ray photons have energies around 4-6 keV, independently on the electron energy.

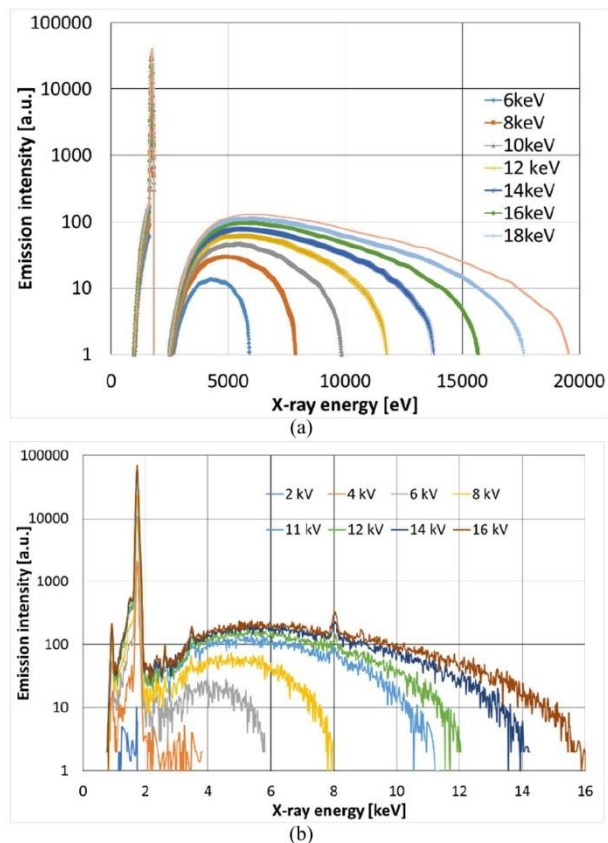


Fig. 7. Spectrum of emission for different electron beam energies: a) simulation results (Win X-ray), b) experiment.

Operation in transmission mode required investigation of one more aspect. The target in that case not only allows for the generation of X-ray photons but can also absorb part of them before they reach the sample. Thus, it should be thick enough to allow all electrons to decelerate but not too thick not to absorb the generated radiation. Therefore, the choice of the optimal thickness is an essential task.

The Monte Carlo simulation shows that the depth of electron penetration depends mostly on the electron energy. For silicon target and electron energy lower than 25 keV, all electrons lose their kinetic energy in 7- μm thick layer. The majority (90%) of the X-ray radiation is generated in the first 4 μm of material (Fig. 8). Thus, taking only this fact into account, the silicon membrane that forms the target does not have to be thicker than a few micrometers.

If the membranes are too thick, they reduce the transmission of the signal (Fig. 9). However, it refers mostly to low-energy radiation, especially if the thickness does not exceed 15-30 μm . This means that a proper silicon target does not cause high attenuation of a signal in the range useful for X-ray examination. Thus, the use of silicon as a target should not worsen the X-ray images in comparison to sources with classical beryllium windows.

It might be interesting that there is also a second transmission window near 2 keV for low-thickness membranes, but it is useless in the case of future X-ray applications.

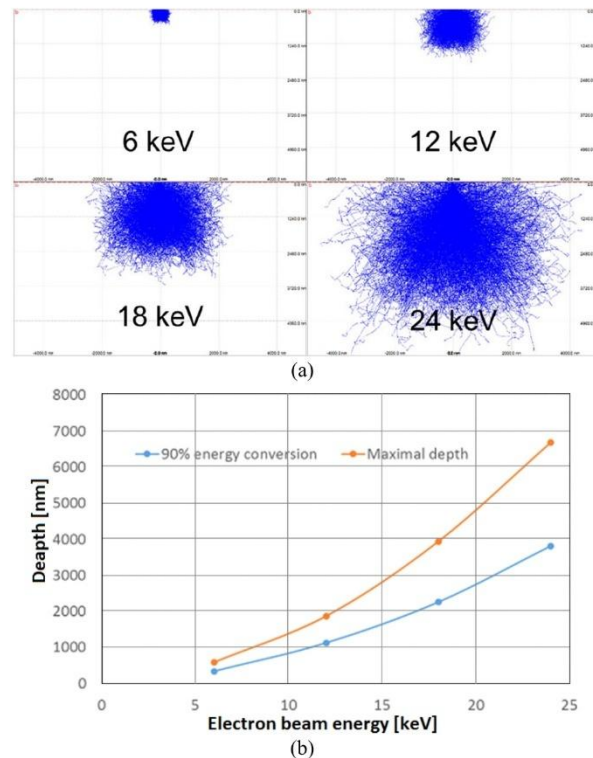


Fig. 8. Simulation results using CASINO software of a penetration depth of electrons: a) electron trajectories in Si target, b) penetration depth as a function of electron energy.

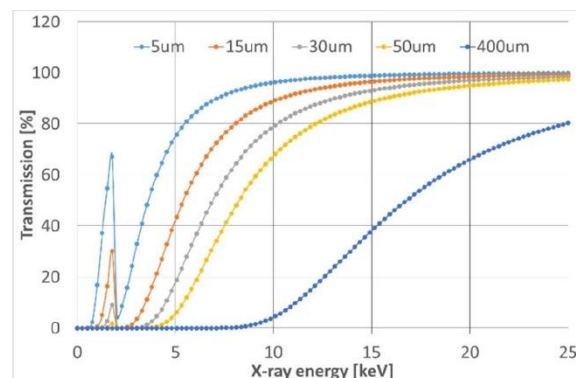


Fig. 9. Transmission of X-ray radiation through the membrane.

Measurements performed for structures with a thickness from 10 to 400 μm also revealed that the thinner the membrane, the more intensive signal that comes to the detector (Fig. 10). For technical reasons (possibility of mechanical damage and heat dissipation), the optimal value was chosen as 15 μm . For such membranes, the authors did not observe any thermal damage, even during high-current operation (300 μA , 25 keV, several minutes of continuous work).

The absorption of low-energy photons, which it may cause, might even be advantageous because the transmitted signal can be more monochromatic. Furthermore, when one looks at the 400 μm -thick target, one can see that it absorbs more than 99% of all radiation. This fact is also positive because if the target is formed as a membrane, which is thinned only in

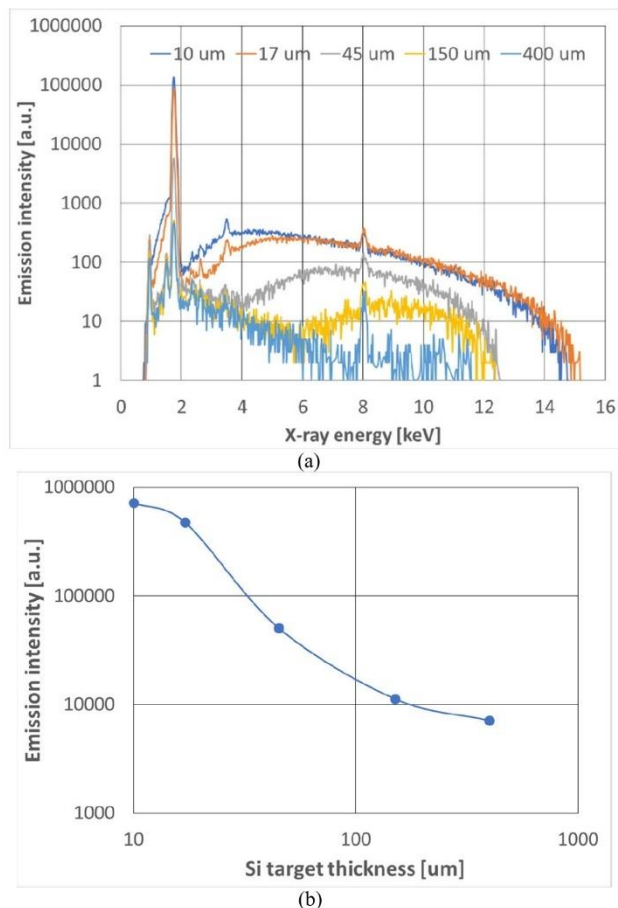


Fig. 10. Effect of membrane thickness on: a) recorded spectra, b) X-ray emission intensity.

the central part of the silicon chip and the rest of it is thick, the signal will come only through a small spot, and the user sitting on the side will be protected. Moreover, the beam will be more conical.

B. Covering Materials

The experiments presented so far indicated that silicon can serve as a target material. However, it has also been investigated whether one can increase the intensity of the signal by covering the target with different materials. Conventional sources usually use copper, molybdenum, tungsten or gold targets. The scope of materials for a low-energy (<25 keV), MEMS target was narrowed mainly to those that are often used in microengineering technology. Taking different aspects into account: atomic mass, energy of characteristic peaks, layer adhesion, temperature of oxidation, price, and availability, two layers have been chosen for further analysis and comparison with silicon – nickel and tantalum.

Simulations showed (Fig. 11) that the heavier the element, the more intensive the Bremsstrahlung radiation. This is a fact often mentioned in the literature [13]. However, the relation between the mass and the intensity of the characteristic peaks is not that straightforward. Light elements such as Si have characteristic peaks below 2 keV; thus, they will not contribute much to the useful transmitted signal. Medium-weight atoms

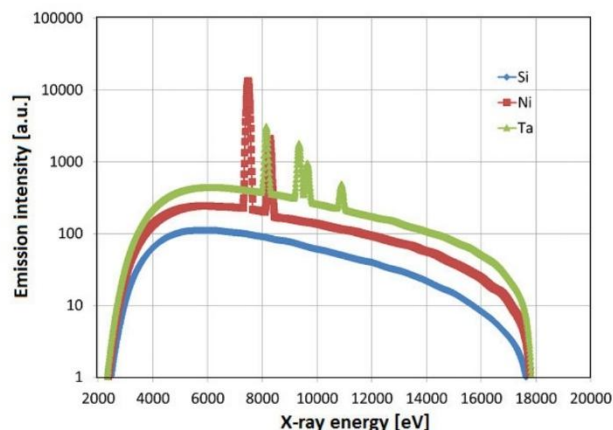


Fig. 11. Simulated emission intensity of silicon targets covered with different materials (Win X-ray software).

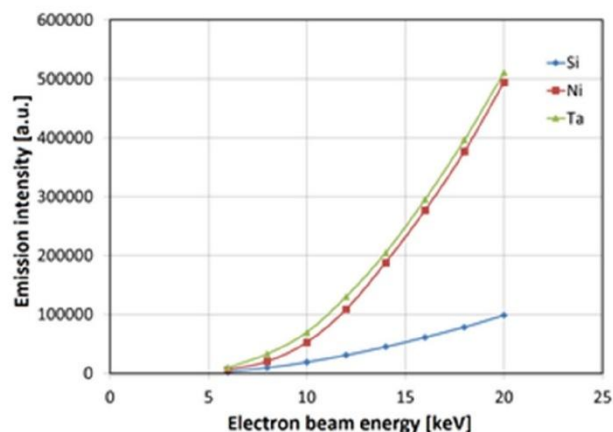


Fig. 12. Simulated results of the intensity of emitted X-rays as a function of electron beam energy (Win X-ray software).

(such as Ni, Cu) have characteristic K-line peaks near 10 keV. Heavy atoms (like Ta, W, Au) have K-line peaks above 50 keV, but L-line peaks also near 10 keV. This is the preferred range when the source is operated below 25 kV - the energy of the peaks is close to the maximum of the continuous spectrum, which makes the beam more coherent. However, L-line peaks are never as intensive as those of the K-line.

The total X-ray intensity depends on the acceleration voltage. Simulations show that for all three materials, it increases rapidly above 6 kV (Fig. 12). It is clearly visible that although silicon can be used as an emissive material, other coverings, such as Ni and Ta, give much stronger signals (up to 5 times).

As can be noticed, the overall emission is similar in the case of both coverings, but deeper analysis of the spectra reveals some interesting nuances. First, a fairly obvious fact is that to observe any peaks, the acceleration voltage needs to be higher than their energy. In the case of nickel, 10 kV is sufficient to see both emission peaks (Fig. 13a), but for tantalum, 12 kV must be applied, and even then, the height of the peaks is very low (Fig. 13b). This is because for nickel K-line peaks are visible, for tantalum – not-so-intensive L-line peaks. With increasing voltage, the energy concentrated in the

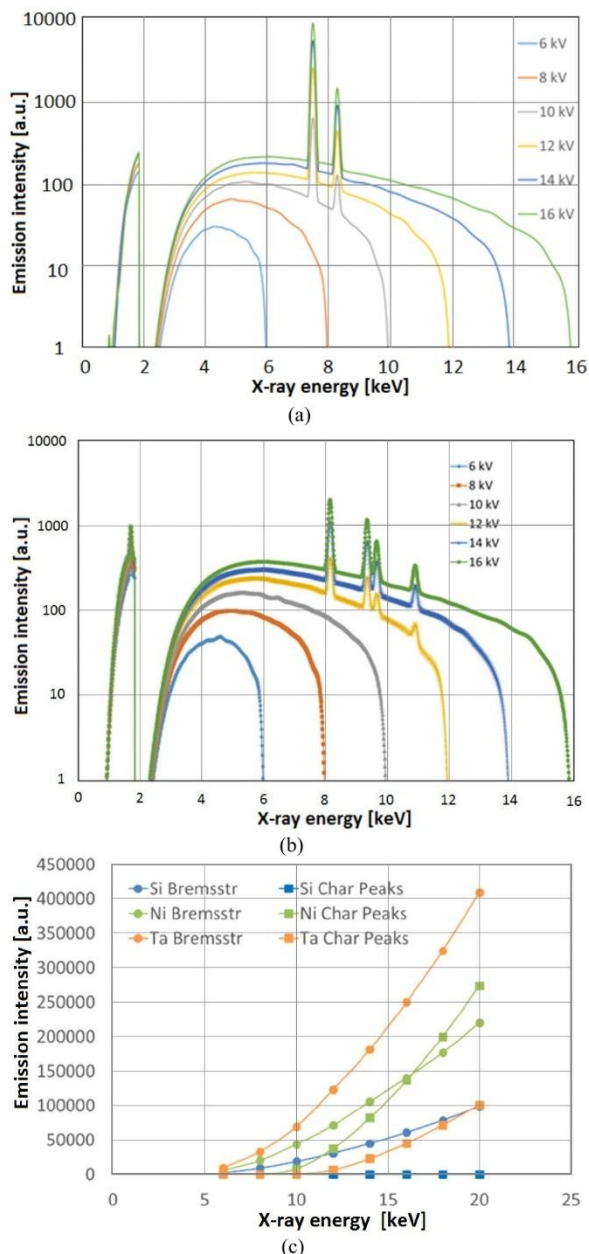


Fig. 13. Simulation results of the influence of the acceleration voltage on the X-ray emission (Win X-ray software): a) spectra for nickel, b) spectra for tantalum, c) comparison of emission intensity for Ni, Ta, and Si.

peaks increases, however the rate in which it happens is much more pronounced for nickel than for tantalum. At 16 keV it even exceeds the energy cumulated in the whole BS hump. For comparison, the energy of tantalum peaks is almost negligible with respect to BS (Fig. 13c). Thus, the fact that the characteristics presenting total emission intensity overlap is rather a coincidence, since they take the origin in summing up two phenomena, which are completely different for Ni and Ta.

The simulation results have been confirmed in the spectrometric measurements (Fig. 14). The same conclusion can be drawn from the experiments. However, there is one fact that is different in both situations – it is the behavior of the emission intensity characteristics in the high energy range. Instead of a continuous increase, one can notice a saturation. This fact

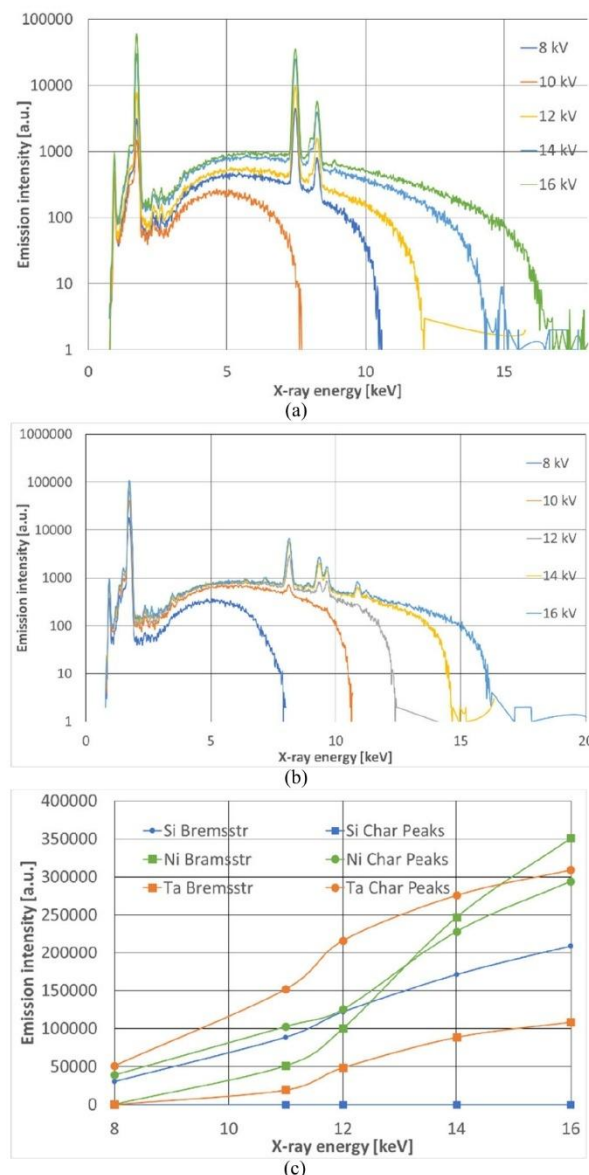


Fig. 14. Spectrometric results of the influence of the acceleration voltage on the X-ray emission: a) spectra for nickel, b) spectra for tantalum, c) comparison of emission intensity for Ni, Ta, and Si.

can be easily explained, when one takes into account that the simulations were carried out for an ideal case, in which all radiation is generated within a metal layer.

In reality, when silicon is covered with a thin metal layer, some electrons can pass through the metal and generate less intense radiation in silicon. The last effect is mostly dominant when the electron energy is high, and this is clearly illustrated in the curves.

The effect of metal covering has also been investigated by measuring the intensity of the signal coming from the irradiated scintillator screen (Fig. 15). The differences between materials are not as significant as in the simulations, but the screen placed behind the silicon target is clearly darker than those for the other two materials. One can also see that the use of Ta or Ni coverings can reduce the voltage necessary to obtain an intensive light signal by 2-4 kV.

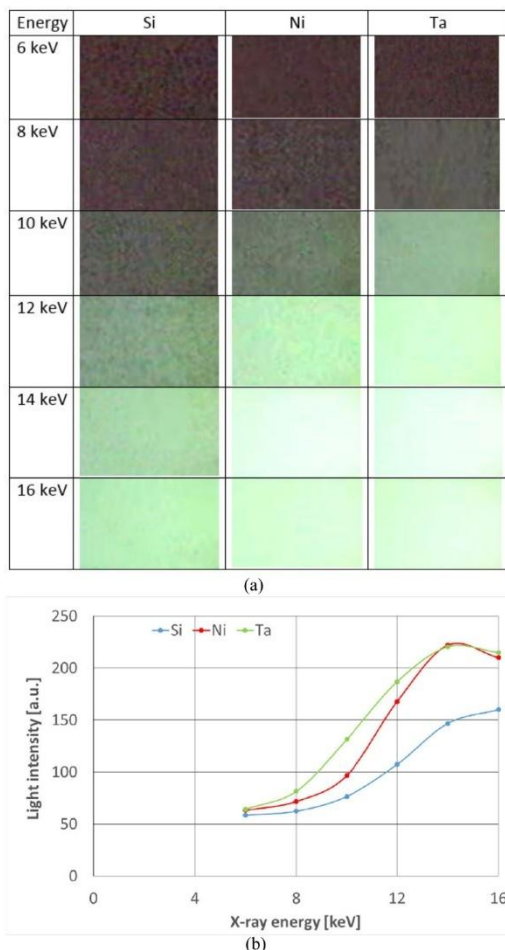


Fig. 15. X-ray screen illuminated by radiation coming from silicon, nickel, and tantalum targets (a), and the intensity measured for different electron energies (b).

IV. CONCLUSION

This article presented how to fabricate an X-ray source using MEMS technology. The simulation and experimental results concentrated on one of the most important elements of such a source, the target that converts an accelerated electron beam to radiation. It has been shown that intensive radiation can be generated using a 15- μm -thick silicon target working in a transmission mode; however, targets covered with an additional layer of nickel or tantalum can increase the intensity of the obtained signals by a few times or decrease the voltage necessary to obtain them by 2-4 kV. Comparison of Ta and Ni leads to the conclusion that in the case of total emission energy, it does not matter which one is chosen, but nickel will emit a more monochromatic signal, because more energy is concentrated in the characteristic peaks and in the case of Ta in Bremsstrahlung.

The choice of a proper X-ray target is one of the most important tasks in the construction of a MEMS X-ray source. However, to fabricate a complete device several other aspects still need to be investigated. A proper, stable field emission source has to be chosen, the whole structure must be hermetically sealed, and the applied micropump should be able to maintain high vacuum conditions during the device operation. All these factors will determine the total lifetime of the whole instrument. Currently, it is hard to predict. However, initial

measurements suggest that the stability and lifetime of a field emitter would be the most important issue. Other aspects like vacuum maintenance and robustness of the membrane have been initially investigated and do not seem to be problematic.

REFERENCES

- [1] J. Kirz, C. Jacobsen, and M. Howells, "Soft X-ray microscopes and their biological applications," *Quart. Rev. Biophys.*, vol. 28, no. 1, pp. 33–130, 1995.
- [2] T. J. Bowser, S. K. Mathanker, and P. R. Weckler, "X-ray applications in food and agriculture: A review," *Trans. ASABE*, vol. 56, no. 3, pp. 1227–1239, May 2013.
- [3] A. A. Bunaciu, E. G. Udriștiu, and H. Y. Aboul-Enein, "X-ray diffraction: Instrumentation and applications," *Crit. Rev. Anal. Chem.*, vol. 45, no. 4, pp. 289–299, 2015.
- [4] F. Mees, R. Swennen, M. V. Geet, and P. Jacobs, "Applications of X-ray computed tomography in the geosciences," *Geolog. Soc., London, Special Publications*, vol. 215, pp. 1–6, Jan. 2003.
- [5] E. R. Davies, "Visual inspection, automatic (robotics)," in *Encyclopedia of Physical Science and Technology*, 3rd ed. San Diego, CA, USA: Academic, 2003, pp. 489–508.
- [6] A. Górecka-Drzazga, "Miniature X-ray sources," *J. Microelectromech. Syst.*, vol. 26, no. 1, pp. 295–302, 2017.
- [7] S. Cheng, F. A. Hill, E. V. Heubel, and L. F. Velásquez-García, "Low-bremsstrahlung X-ray source using a low-voltage high-current-density nanostructured field emission cathode and a transmission anode for markerless soft tissue imaging," *J. Microelectromech. Syst.*, vol. 24, no. 2, pp. 373–383, Apr. 2015.
- [8] C. Puett et al., "An update on carbon nanotube-enabled X-ray sources for biomedical imaging," *Wiley Interdiscipl. Rev., Nanomed. Nanobiotechnol.*, vol. 10, no. 1, 2018, Art. no. e1475.
- [9] J.-W. Jeong, J.-W. Kim, J.-T. Kang, S. Choi, S. Ahn, and Y.-H. Song, "A vacuum-sealed compact X-ray tube based on focused carbon nanotube field-emission electrons," *Nanotechnology*, vol. 24, no. 8, 2013, Art. no. 085201.
- [10] S. Cornaby et al., "Simultaneous XRD/XRF with low-power X-ray tubes," *Adv. X-Ray Anal.*, vol. 45, pp. 34–40, Jan. 2002.
- [11] R. Behling, *Modern Diagnostic X-Ray Sources, Technology, Manufacturing, Reliability*. Boca Raton, FL, USA: CRC Press, 2015.
- [12] A. Basu, M. E. Swanwick, A. A. Fomani, and L. F. Velásquez-García, "A portable X-ray source with a nanostructured Pt-coated silicon field emission cathode for absorption imaging of low-Z materials," *J. Phys. D, Appl. Phys.*, vol. 48, no. 22, Jun. 2015, Art. no. 225501.
- [13] B. Diop and V. T. Binh, "Quasi-monochromatic field-emission X-ray source," *Rev. Sci. Instrum.*, vol. 83, Sep. 2012, Art. no. 094704.
- [14] T. Grzebyk, "MEMS vacuum pumps," *J. Microelectromech. Syst.*, vol. 26, no. 4, pp. 705–717, Aug. 2017.
- [15] A. Basu and L. F. Velásquez-García, "An electrostatic ion pump with nanostructured Si field emission electron source and Ti particle collectors for supporting an ultra-high vacuum in miniaturized atom interferometry systems," *J. Micromech. Microeng.*, vol. 26, no. 12, Dec. 2016, Art. no. 124003.
- [16] S. R. Green, R. Malhotra, and Y. B. Gianchandani, "Sub-torr chip-scale sputter-ion pump based on a Penning cell array architecture," *J. Microelectromech. Syst.*, vol. 22, no. 2, pp. 309–317, Apr. 2013.
- [17] J. Winter et al., "Heat management of a compact X-ray source for microbeam radiotherapy and FLASH treatments," *Med. Phys.*, vol. 49, no. 5, pp. 3375–3388, May 2022.
- [18] P. Urbanski, M. Bialas, M. Krysztof, and T. Grzebyk, "MEMS X-ray source: Electron-radiation conversion," in *Proc. 21st Int. Conf. Micro Nanotechnol. Power Gener. Energy Convers. Appl. (PowerMEMS)*, Dec. 2022, pp. 42–45.
- [19] M. Krysztof, P. Urbanski, T. Grzebyk, M. Hausladen, and R. Schreiner, "MEMS X-ray source: Electron emitter development," in *Proc. 21st Int. Conf. Micro Nanotechnol. Power Gener. Energy Convers. Appl. (PowerMEMS)*, Dec. 2022, pp. 248–251.
- [20] T. Grzebyk, P. Knapkiewicz, P. Szyszka, A. Górecka-Drzazga, and J. A. Dziuban, "MEMS ion-sorption high vacuum pump," *J. Phys., Conf.*, vol. 773, Nov. 2016, Art. no. 012047.
- [21] P. Hovington, D. Drouin, and R. Gauvin, "CASINO: A new Monte Carlo code in C language for electron beam interaction—Part I: Description of the program," *Scanning*, vol. 19, pp. 1–14, Jan. 1997.
- [22] R. Gauvin, E. Lifshin, H. Demers, P. Horny, and H. Campbell, "Win X-ray: A new Monte Carlo program that computes X-ray spectra obtained with a scanning electron microscope," *Microsc. Microanal.*, vol. 12, pp. 49–64, Feb. 2006.

Optimization of the Transmission X-Ray Target Toward Obtaining Monochromatic Radiation

Paweł Urbański,* Tomasz Grzebyk, Michał Krysztof, and Damian Nowak

The article presents a process of designing and optimizing a transmission X-ray target allowing to obtaining of near monochromatic radiation. It describes how the choice of materials, their thickness, and the energy of electrons influence the generated X-ray spectra and which of the physical phenomena plays the most important role in this process. Due to the analytical, experimental, and simulation results, the authors prepared a Ni-Si bilayer structure, which produces radiation confined to more than 50% within a single 7.2 keV emission peak.

1. Introduction

X-ray radiation is used in many areas of our daily life: medicine, electronics, metallurgy, life sciences, crystallography, and many others. To expand the applications of X-rays to new fields and improve the functionality of already existing analytical and imaging devices, one of the research trends is to miniaturize X-ray sources. The miniature source should generate a small, homogeneous, and stable X-ray beam. Many different groups work on such sources.^[1–4] The authors have also conducted research in this field in recent years.^[5–7] The developed source is constructed entirely in MEMS technology and it operates in a transmission mode, with energies lower than 25 keV. The final characteristics of this source are still being optimized and can be tuned to different needs.

The nature (quality, shape, spectral distribution, etc.) of the generated X-ray beam is influenced by many factors: quality, intensity, and energy of the electron beam, materials used for the target, thickness, and shape.^[8–10] By proper optimization of these parameters, one can obtain an X-ray radiation with desired properties. For some purposes, like X-ray spectroscopy, wide-band radiation could be preferred. For others, the ability to generate monochromatic radiation seems to be beneficial.^[11–13]

The possibility of controlling the composition of the generated X-ray spectrum is extremely important in the context of the potential use of such an X-ray source in radiotherapy. Research shows that selecting radiation with an appropriate

monochromatic spectrum allows greater therapeutic effectiveness while reducing the dose of radiation to the patient.^[14] The selection of the appropriate radiation energy is also crucial depending on the type and location of the tumor.^[15]

The second direction was more attractive for the authors, thus, the aim of this research was to choose optimal parameters of the MEMS X-ray source in order to obtain as much monochromatic signal as possible. To do that, the first task was to understand exactly all processes that take place

during electron/radiation conversion and then to adjust the construction of the source.

The target in the developed MEMS X-ray source was made in the form of a silicon membrane. This was convenient because the other electrodes were made of the same material. Silicon itself does not possess ideal emission properties. However, it can be covered with an additional layer responsible for the properties of the beam.^[6] To choose a proper layer from the whole Mendeleyev table, several aspects should be taken into account.

The first important parameter is the atomic mass of the material and the associated emission characteristics. Heavier elements are denser, the atoms are larger, and the probability that electrons collide with them is higher. Radiation is generated closer to the surface and electrons penetrate the material more shallow. For such elements, the Bremsstrahlung (BS) radiation is high.

The second important factor is the energy of the characteristic peaks. The higher the atomic mass, the higher the energy of the characteristic peaks. To obtain monochromatic radiation, it is preferred that the peaks be as strong as possible. Moreover, they should be close to the maximum of the BS radiation spectrum. The BS spectrum is usually the highest at low energies, although for transmission targets the lowest energies are absorbed by the target material.

Metals from the 4th period have characteristic K-line peaks between 4 and 9 keV. The peaks from metals from the 5th period have higher energies-above 20 keV. The heaviest metals (from the 6th period) have K-line peaks at very high energy (>50 keV), but L-line peaks close to 10 keV. The K-line characteristic peaks are much more intensive than L-line peaks, and in each series-the smaller the energy of the peak, the higher its value.

Taking into account all these relations, to obtain the most monochromatic but at the same time useful radiation, the best option is to cover the target with a metal from the 4th period, more precisely, any between chromium and copper. For the experiments performed during this research, the authors chose

P. Urbański, T. Grzebyk, M. Krysztof, D. Nowak
Faculty of Electronics, Photonics and Microsystems
Wrocław University of Science and Technology
11/17 Janiszewski St., Wrocław 50-372, Poland
E-mail: pawel.urbański@pwr.edu.pl

The ORCID identification number(s) for the author(s) of this article can be found under <https://doi.org/10.1002/adom.202401534>

DOI: 10.1002/adom.202401534

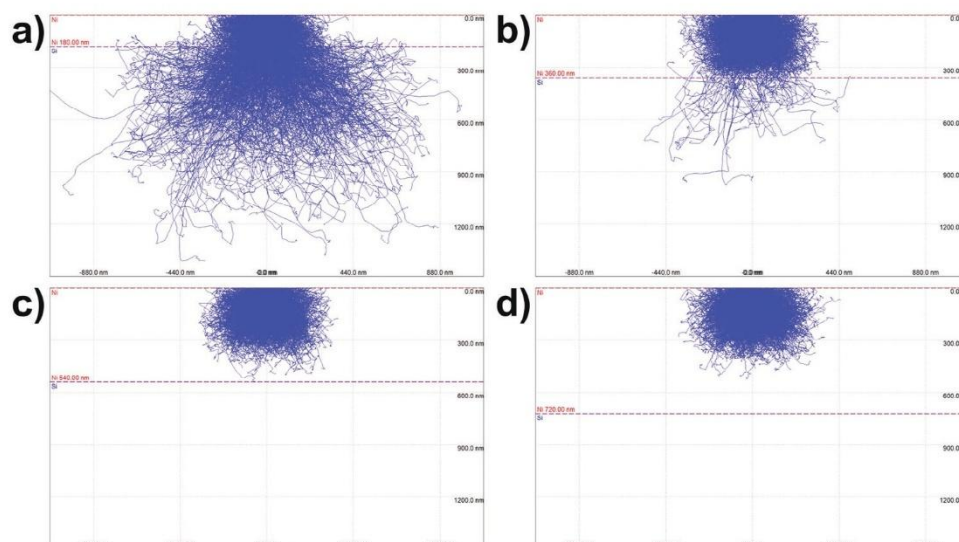


Figure 1. Electron beam trajectories in nickel-silicon bilayer for 12 keV electron beam and various nickel thickness: a) 180 nm; b) 360 nm; c) 540 nm; d) 720 nm.

nickel, which has peaks at 7.2 and 8 keV. Thin films of nickel were deposited by magnetron sputtering from the circular target (Lesker, purity 99.99%) onto silicon substrates using the Pfeiffer Classic 570 vacuum system (Wetzlar, Germany) with a WMK-100 magnetron. The tested thin films were fabricated under an Ar pressure of 5.8×10^{-3} mbar and an applied constant power of 320 W.

The choice of a certain covering material is a first step, but for the generation of a desired X-ray radiation, one needs to also take into account other factors.

As stated earlier, MEMS (micro-electro-mechanical system) X-ray source works in transmission mode, and the metal layer is deposited onto a silicon membrane. Depending on the electron energy and the material thickness, the obtained X-ray spectrum can change significantly. The number of processes that take place during the conversion of electrons to radiation is also very high. Electrons can penetrate the target at different depths depending on the material and energy, thus, part of the energy can be converted to X-rays in nickel, the rest in the silicon layer. Some of the generated X-ray radiation can be absorbed by the remaining material (both metal and silicon). Furthermore, radiation gener-

ated in the first layer, when passing through the second layer, can cause secondary emission. Thus, in general, the generation of X-ray radiation in multilayer transitive targets is a complex phenomenon, which needs an in-depth study before a certain configuration is chosen.

2. Research Methodology

The experiments were carried out on X-ray targets consisting of a 15 μm thick silicon membrane with a different thickness of a nickel layer. They were examined in a high vacuum chamber. A thermal electron source was used for the generation of electrons. A high-voltage power supply was used to bias the targets. The spectrum of the generated signal was obtained on a Ketek X-ray spectrometer. Images of the light signal generated by X-rays on a CsI:Tl scintillator were recorded by a CCD camera. Apart from experimental results, all processes were also simulated using computer software (i.e. CASINO, Win X-ray, and MCXRayLite). Simulations gave a better insight into how different parameters influence the results and why. The only inconvenience with existing software is that it is dedicated to reflective, not transmission

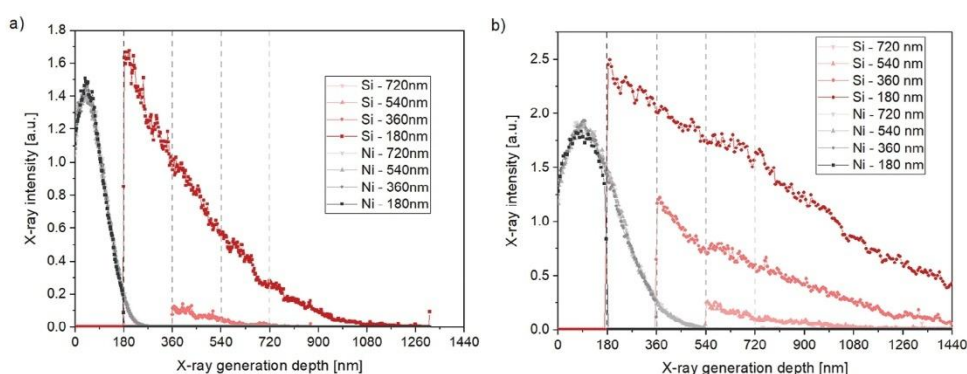


Figure 2. X-ray intensity related to electron penetration depth for different thicknesses of nickel layer for electron energy of: a) 12 keV; b) 16 keV.

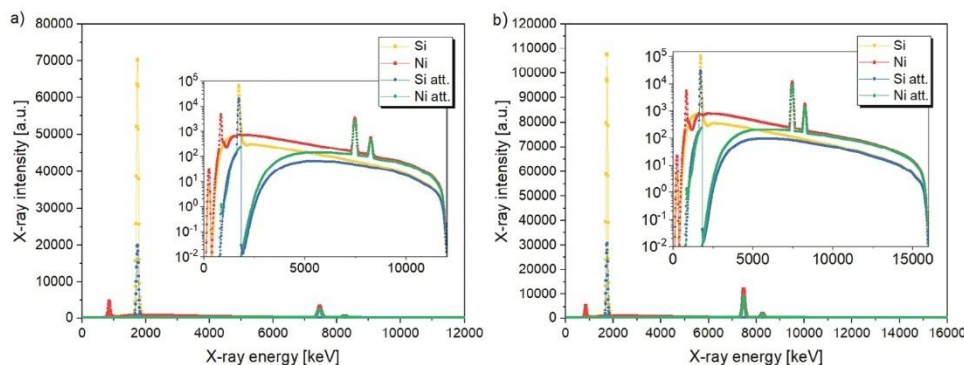


Figure 3. X-ray spectra from bulk materials before and after transmission through 15 μm silicon membrane for an electron beam energy of: a) 12 keV; b) 16 keV (inset: charts in logarithmic scale).

mode of X-ray generation, thus the results needed to be properly adjusted.

3. Simulation Results

The most interesting range in which simulations and measurements were performed was between 10 and 25 keV of electron energy. Lower energies give low and not useful radiation and higher energies are inadequate for a small MEMS X-ray source. The thickness of the nickel layer was adjusted to the applied energies; it varied 180, 360, 540, and 720 nm (every 180 nm). This range was chosen based on the simulations showing how deep an electron beam can penetrate a nickel layer (**Figure 1**). If the nickel layer is too thin, the electrons penetrate the silicon layer, and part of the spectrum will be generated there (**Figure 2**).

Graphs show at which depth the radiation is generated; the gray curve corresponds to the part generated in the nickel layer, and the pink curve to the silicon layer. The nickel profile depends mostly on the energy of electrons. For 12 keV most radiation is generated in nickel up to ≈ 240 nm, and for 16 keV up to 540 nm. If the layer is thinner than that, the rest of the electrons will generate radiation in the silicon layer. The areas under the curves correspond to the total X-ray intensity generated in a particular material. The radiation originat-

ing in silicon has higher intensity, but not in the desired energy range (characteristic lines for silicon are below 2 keV, **Figure 3**), thus it is preferred that all radiation was generated in nickel.

The last aspect that had to be considered is the fact that too-thick materials may absorb part of the generated radiation (which could be positive or negative). The 15 μm silicon membrane, which is a substrate for the target, blocks a lot of BS radiation from nickel and silicon below 4 keV, and it also blocks the characteristic L-line peak from nickel (**Figure 3**). However, it has a little impact on radiation above 5 keV, especially on K-line peaks from nickel (**Figure 3**). Although the total intensity of X-ray radiation generated in the nickel layer increases with increasing thickness (**Figure 2**), the X-ray radiation is blocked by the remaining part of the material. **Figure 4** shows the attenuation coefficients for a particular energy depending on the thickness of the remaining nickel layer.

The attenuation in nickel is the highest for low X-ray radiation energy (below 6 keV). In the energy range 7–8 keV where the $K\alpha_1$ peak is placed, the transmission of X-ray radiation is higher than 97%. The thicker the layer, the higher the absorption of low-energy radiation. This should translate to the decrease of the BS radiation intensity, without significant effect on characteristic peaks intensity, resulting in more monochromatic radiation, but with slightly lower intensity.

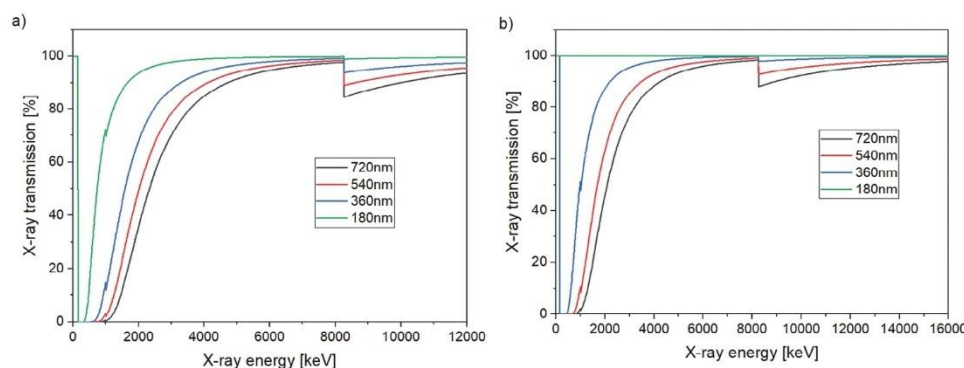


Figure 4. Attenuation of the X-ray radiation by the remaining material for different nickel layer thickness for an electron beam energy of: a) 12 keV; b) 16 keV.

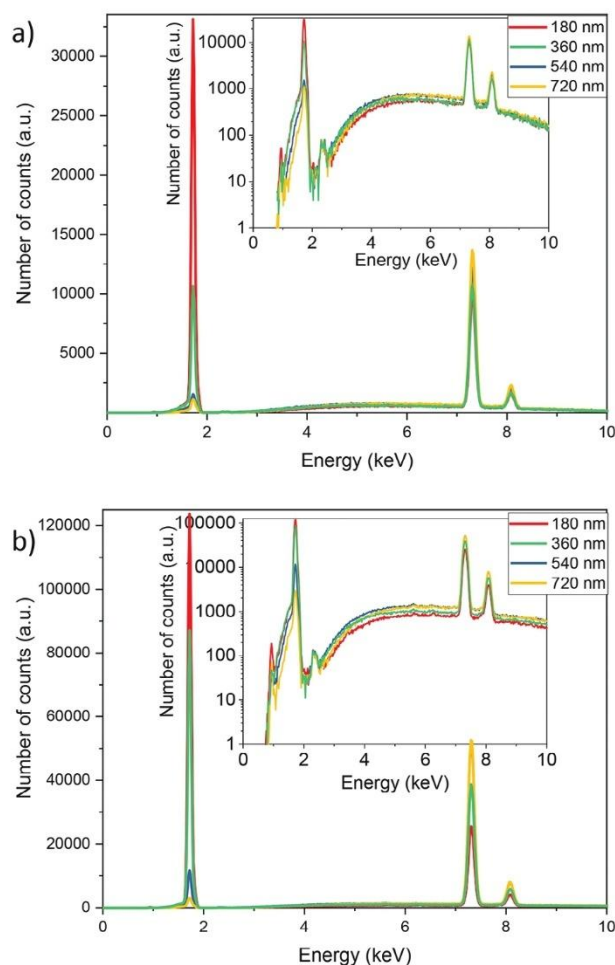


Figure 5. X-ray intensity spectrum for energy a) 12 keV; b) 16 keV.

4. Experimental Section

The theoretical considerations resulting from the simulations were revealed in the experiment. The measured spectra of the generated X-rays were the combination of the radiation from nickel and silicon (Figure 5). In the obtained spectra the characteristic radiation appears in the form of two peaks coming from the interaction of electrons with nickel atoms (7.30 and 8.09 keV) and one from silicon (1.72 keV), any other peaks for energy below 1.5 keV were not visible. The bremsstrahlung for nickel was at a quite low level, its maximum was visible ≈ 5 –6 keV. The fact that the BS signal was small for lower energies was caused by the operation in the transmission mode 15 μ m thick silicon membrane absorbing X-rays with energies below 4 keV (Figure 3).

Measurements for the 12 keV electron beam (Figure 6) show that the use of thicker nickel metallization causes an increase in the intensity of peaks characteristic for nickel and an increase of BS radiation (a slight decrease for 720 nm). At the same time, the silicon peak decreases. The decrease in the radiation intensity from the silicon peak significantly affects the total radiation intensity, but this fact is of little importance because radiation below 2 keV was not applicable (it would be easily absorbed by any material, even air). It was important that the total X-ray radiation above 2 keV increases for increasingly thicker metallization, caused by the increase in the BS radiation and characteristic nickel peaks. Such a change in the intensity value improves the monochromaticity of the radiation.

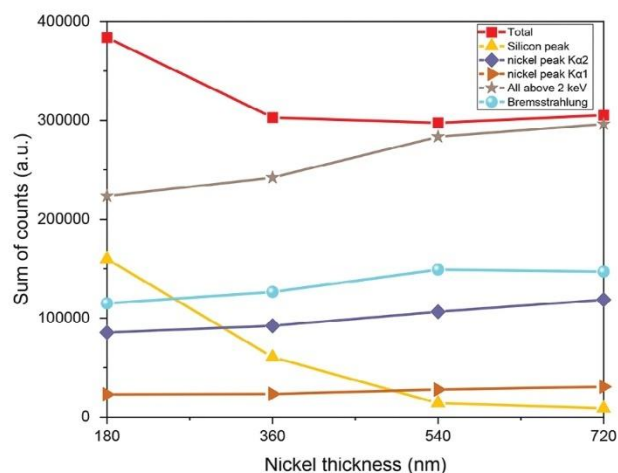


Figure 6. The difference in intensity of the components of the radiation spectrum depends on the use of different thicknesses of metallization on a 15 μ m thick silicon membrane, for 12 keV energy.

In the case of measurements for 16 keV energy, the trends of changes were similar, but the decrease in the BS value for 720 nm was more visible, which in this case causes a slight decrease in the total value of radiation intensity above 2 keV (Figure 7). This fact indicates that the optimal value of the nickel thickness among the tested ones is 540 nm, when considering the total useful radiation. The assessment of which thickness was the best for obtaining the most monochromatic radiation could be made based on the percentage share characteristics (Figures 8 and 9).

In both figures for 12 and 16 keV energies, an increase in the percentage of nickel peaks and a decrease in the silicon peak are visible for increasing nickel thickness. The previously presented fact about the maximum share of BS radiation for 540 nm thick nickel was also visible. The most important result is that the percentage of energy confined in a single nickel peak exceeds 40% and 50% for 12 and 16 keV, respectively.

Similar measurements were also performed for a constant nickel thickness (360 nm) and variable electron energy (Figure 10).

The first and obvious observation was that the intensities of the total spectrum, BS, and nickel peaks rose with electron energy. However, when

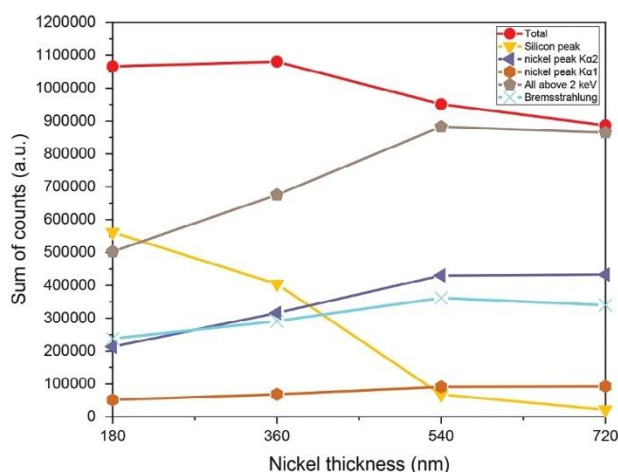


Figure 7. Difference in intensity of the components of the radiation spectrum depending on the use of different thicknesses of metallization on a 15 μ m thick silicon membrane, for 16 keV energy.

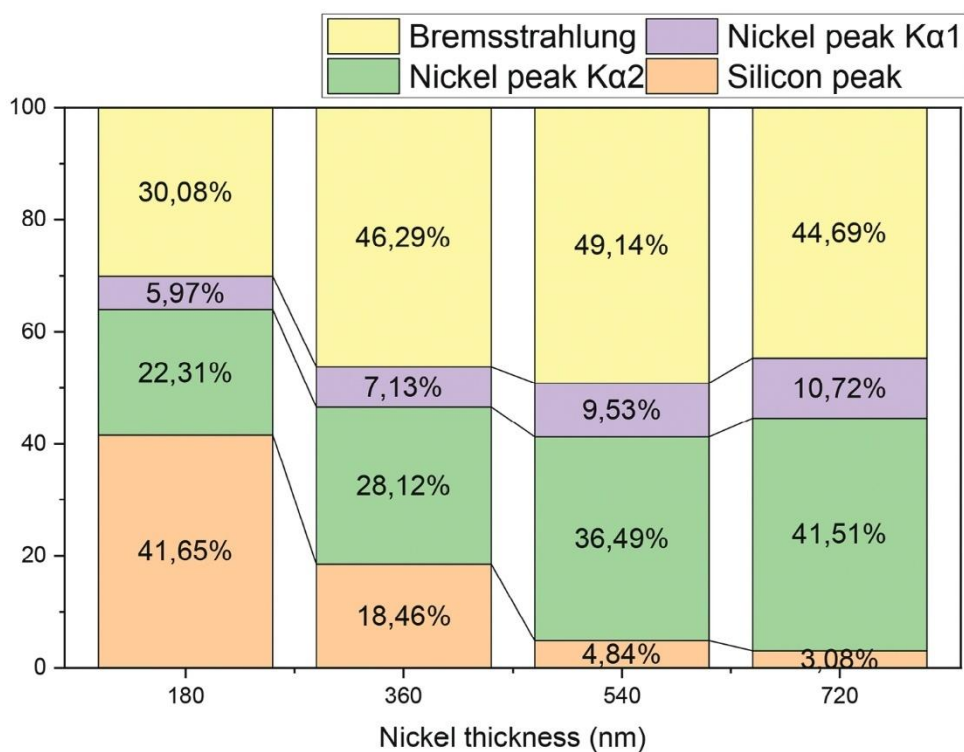


Figure 8. Percentage of components of the spectrum radiation obtained with the use of targets with different thickness of nickel metallization, for 12 keV energy.

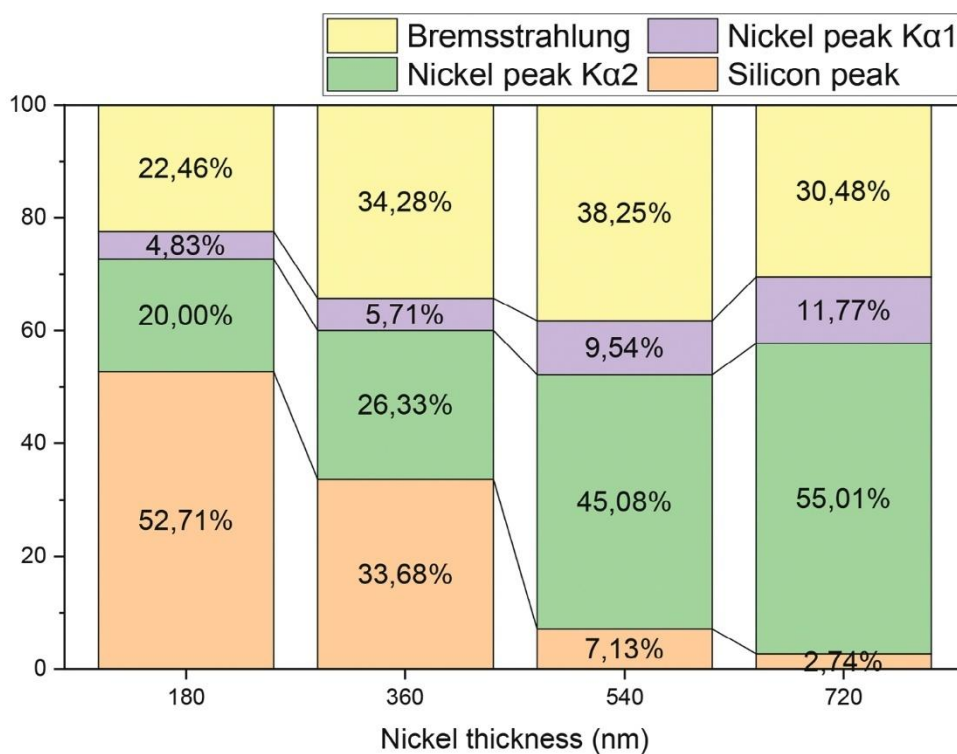


Figure 9. Percentage of the components of the radiation spectrum obtained with the use of targets with different thicknesses of nickel metallization, for the energy of 16 keV.

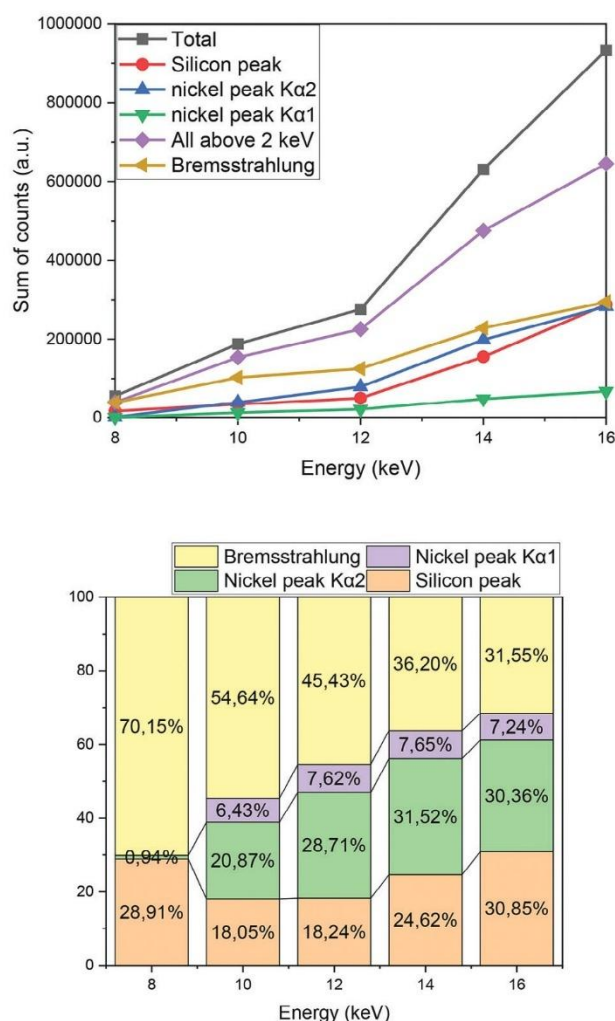


Figure 10. Change in the intensity of the components of the radiation spectrum depends on the use of different electron energy for 360 nm layer of nickel and its percentage illustration.

one looks more in detail, the growth rate of the silicon peak was the highest, of the nickel peak slightly lower, and for BS it was the lowest. This was reasonable since electrons having higher energy could penetrate the bilayer more deeply and generate more radiation in the silicon layer than in the nickel. The behavior of all three curves manifests itself in the fact that the percent share of the nickel peak was almost the same for 12, 14, and 16 keV. For lower values, it was much smaller, because characteristic peaks appear only if the electron energy is at least 2–4 keV higher than their value.

The spectrometric measurements were also reflected in the intensity of the X-ray images. Table 1 shows that for an energy of 12 keV, there was only a slight increase in the intensity of the scintillator glow when increasing the thickness of the metallization. This may indicate a slight increase in the intensity of the generated X-rays. Spectrometric measurements confirm this because they show a similar increase in the intensity of radiation with energy greater than 2 keV. The CsI:TI scintillator that was used to detect the generated radiation is not sensitive to low-energy radiation, but works well for radiation with the energy of several keV, therefore, the imaging measurements were compared with the spectrometer measurements by cutting off the spectrum component below 2 keV where the characteristic peak of silicon is located.^[16,17]

Table 1. Comparison of mesh X-ray images for different metallization thicknesses and different radiation energies.

Thickness [nm]	12 keV	16 keV
180		
360		
540		
720		

In the case of measurements for 16 keV energy, there is also a correlation between the measurements from the spectrometer and the imaging. An increase in luminous intensity is visible up to a thickness of 540 nm. With a thickness of 720 nm, it was impossible to find a slight decrease in intensity in relation to the thickness of 540 nm, because the scintillator in both cases was saturated.

5. Summary

In this article, the authors tried to summarize and describe all processes that take place during the generation of X-rays in bilayer (Si/Ni) transmission targets. Theoretical considerations based on the results of computer simulations were in agreement with the experimental results. The main issue of designing a MEMS X-ray source is its working principle of transmission of generated X-ray radiation through the material of the target. Therefore, it is important to adjust the design of the target to fit the desired X-ray generation yield. We have proved that appropriate adjustment of the thickness of the metallization layer and the electron beam energy allows for obtaining the desired combination of emission of BS and characteristic radiation.

In particular, the research carried out in this article showed that it is possible to control the share of characteristic peaks in the radiation spectra. Thanks to this, the spectrum can be adapted to specific needs, e.g., for the XRF analysis, for imaging, or, what is especially interesting, for cancer therapy.

Acknowledgements

The work was financed by the project 2021/41/B/ST7/01615 of the Polish National Science Centre.

Conflict of Interest

The authors declare no conflict of interest.

Data Availability Statement

The data that support the findings of this study are available from the corresponding author upon reasonable request.

Keywords

MEMS, X-ray source, X-ray target, X-ray radiation

Received: June 7, 2024

Revised: August 5, 2024

Published online: August 26, 2024

-
- [1] A. Górecka-Drzazga, *J. Microelectromech. Syst.* **2017**, 26, 295.
[2] J. D. Brownridge, *Nature* **1992**, 358, 287.
[3] A. Reyes-Mena, C. Jensen, E. Bard, D. C. Turner, K. G. Erdmann, *Adv. X-Ray Anal.* **2005**, 19, 194.
[4] J. W. Jeong, J. W. Kim, J. T. Kang, S. Choi, S. Ahn, Y.-H. Song, *Nanotechnology* **2013**, 24, 8.

- [5] T. Grzebyk, K. Turczyk, A. Górecka-Drzazga, J. A. Dziuban, in *2021 34th Int. Vacuum Nanoelectronics Conf. (IVNC)*, IEEE, Lyon, France **2022**.
[6] P. Urbanski, M. Bialas, M. Krysztof, T. Grzebyk, in *2022 21st Int. Conf. on Micro and Nanotechnology for Power Generation and Energy Conversion Applications (PowerMEMS)*, IEEE, Salt Lake City, UT, **2022**.
[7] M. Krysztof, P. Urbański, T. Grzebyk, M. Hausladen, R. Schreiner, in *2022 21st Int. Conf. on Micro and Nanotechnology for Power Generation and Energy Conversion Applications (PowerMEMS)*, Salt Lake City, UT, **2022**.
[8] F. H. Attix, *Introduction to Radiological Physics and Radiation Dosimetry*, Wiley & Sons, Ltd, John, Hoboken, NJ **2007**.
[9] S. Tao, C. He, X. Hao, C. Kuang, X. Liu, *Appl. Sci.* **2021**, 11, 2971.
[10] J. Stöhr, *The Nature of X-Rays and Their Interactions with Matter*, Springer International Publishing AG, New York **2023**.
[11] M. D. C. Fishman, M. M. Rehani, *Eur. J. of Radiol.* **2021**, 144, 109961.
[12] S. M. Guo, J. J. Wu, D. J. Hou, *Nucl. Sci. Tech* **2021**, 32, 65.
[13] E. Silver, S. Shulman, M. M. Rehani, *Med. Phys.* **2020**, 48, 1064.
[14] N. Juntong, K. Pharaphan, *The Optimized X-ray Target of Electron Linear Accelerator for Radiotherapy*, IACoW, Geneva, Switzerland, **2016**.
[15] M. Krause, M. Baumann, A. Dubrovskaya, *Radiother. Oncol.* **2016**, 18, S63.
[16] P. Urbański, T. Grzebyk, *Opto. Electron. Rev.* **2023**, 31, 147038.
[17] Hamamatsu Photonics, https://www.hamamatsu.com/content/dam/hamamatsu-photonics/sites/documents/99_SALES_LIBRARY/etd/FOS_ACS_GPXS_ALS_TXPR1024E.pdf (access: July 2024).



Sustaining high vacuum in sealed MEMS devices: role of ion-sorption pump and electron-stimulated desorption

Paweł Urbański^{*}, Tomasz Grzebyk

Faculty of Electronics, Photonics and Microsystems, Wrocław University of Science and Technology, 11/17 Janiszewski St., 50-372 Wrocław, Poland

ARTICLE INFO

Keywords:

Vacuum
MEMS
Ion-sorption pump
Outgassing in microsystems
MEMS vacuum packaging

ABSTRACT

Maintaining a high vacuum inside hermetically sealed MEMS structures is a significant challenge for reliable long-term operation, particularly in devices employing electron beams (e.g., miniature X-ray sources). Here we present a MEMS-integrated module (Sensor–Analyzer–Pump, SAP) that simultaneously performs ion-sorption pumping, and allows for real-time pressure sensing as well as in-situ gas composition detection. The SAP combines a micro-discharge electrical readout with optical emission spectroscopy (OES) to identify residual and desorbed species while operating inside the sealed cavity. Experimental studies were carried out on the example of a recently developed MEMS.

X-ray source. The main mechanisms leading to vacuum deterioration inside a closed MEMS cavity were analyzed, with special emphasis on electron-stimulated desorption (ESD). It has been shown that ESD from the silicon and borosilicate glass surfaces under the influence of electron irradiation leads to the emission of residual gases, mainly hydrogen, which limits the vacuum level achievable in the device. However, the application of the integrated micropump and the appropriate geometry of the electron optical column allow to provide stable operation conditions.

1. Introduction

Miniature microelectromechanical systems (MEMS) operating under medium or low vacuum conditions are widely implemented across various commercial and industrial applications. In contrast, MEMS designed to function in high or ultrahigh vacuum environments remain exceedingly rare. Nevertheless, several prototype devices—such as compact X-ray sources, electron microscopes [1,2], and other instruments primarily based on electron emission—demonstrate significant potential and are poised to become enabling technologies in future high-performance systems. To date, the development of such systems has been largely constrained by challenges associated with achieving and sustaining high vacuum levels within sealed MEMS structures over extended periods. The main limiting factors include the extremely small internal volume of the MEMS cavities, the presence of gas desorption sources (such as materials and surface contaminants), and the absence of vacuum-compatible components and integration techniques tailored for microscale devices.

Most vacuum MEMS devices are fabricated using hermetic bonding techniques [3,4]. While these processes provide a robust and leak-tight

seal between materials forming the microcavity—typically silicon and glass—they can also introduce residual gases into the cavity. Outgassing may occur from the surfaces, bonded interfaces, and even from the bulk materials themselves, thereby degrading the vacuum quality over time [5]. In addition, the operation of MEMS devices in the presence of high-energy electrons (as in the case of X-ray source) causes additional desorption of gases from the silicon and glass surfaces, in a process known as electron-stimulated desorption (ESD) [6,7]. Gases released as a result of these phenomena include mainly hydrogen (H₂), oxygen (O₂), water molecules (H₂O), as well as traces of carbon dioxide (CO₂) and nitrogen (N₂) [5,8,9].

Despite ongoing research on vacuum generation and preservation in microscale systems,

a comprehensive understanding of gas-related phenomena within fully sealed MEMS structures remains a significant challenge.

In previous studies, pressure and residual gas diagnostics were typically conducted on open microstructures placed within large vacuum chambers, allowing the use of conventional instrumentation such as standard pressure gauges and residual gas analyzers (RGAs) [10]. However, this approach fails to provide direct insight into the true

^{*} Corresponding author.

E-mail address: pawel.urbanski@pwr.edu.pl (P. Urbański).

<https://doi.org/10.1016/j.measurement.2026.120496>

Received 3 June 2025; Received in revised form 15 December 2025; Accepted 15 January 2026

Available online 17 January 2026

0263-2241/© 2026 Elsevier Ltd. All rights are reserved, including those for text and data mining, AI training, and similar technologies.

vacuum conditions within the sealed MEMS cavities themselves.

In sealed MEMS structures, pressure monitoring has typically relied on indirect techniques such as tracking shifts in the resonant frequency of micromechanical oscillators, changes in Q-factor, or variations in the capacitance of deformable membranes [11]. While these methods offer some level of integration, the sensing elements are seldom positioned near the actual sites of gas release. More importantly, their accuracy is generally limited to low and medium vacuum regimes, rendering them inadequate for capturing dynamic gas emission phenomena such as electron-stimulated desorption (ESD). Consequently, current diagnostic approaches fall short in delivering real-time, localized, and composition-resolved measurements within sealed MEMS devices operating under high or ultrahigh vacuum conditions.

In this work, pressure measurements were conducted directly within a sealed MEMS device during electron source operation, enabling for the first time characterization of vacuum dynamics under real operating conditions.

It was possible by the implementation of an integrated structure playing three roles at the same time: real-time pressure sensor, gas composition analyzer and an ion-sorption micropump (SAP – Sensor-Analyzer-Pump). This module is made of silicon and glass elements and can be integrated on a chip level with any other microsystem. Silicon forms 3 electrodes (2 cathodes and a central anode), glass plates are used as spacers.

Thanks to a specific configuration forming an electron trap, the applying an electric potential to the silicon electrodes of the SAP module initiates a local glow discharge in the inter-electrode gap inside the sealed cavity. The magnitude of the discharge current serves as a direct measure of the internal pressure. The calibration of the current-to-pressure relationships obtained for an open structure inside a reference vacuum chamber were established for different voltage values in previous work [12]. In the present study, these calibration curves were used to estimate the internal pressure inside a vacuum-sealed structure. Based on this comparison, the absolute accuracy of the pressure determination is estimated to be within approximately 20%. Simultaneously, analyzing the light emitted by the plasma enables identification of the gas species released inside the MEMS cavity [13–15]. The simultaneous use of both techniques — internal pressure sensing and in situ gas composition analysis — provides a powerful diagnostic tool for investigating outgassing and vacuum degradation in sealed microsystems. This combined approach represents a significant advancement over previous methods, offering new insights into processes taking place in

confined vacuum environments.

Moreover, when a sufficiently high voltage is applied to the cathodes, the resulting ion bombardment causes sputtering of the cathode material, enabling a pumping mechanism within the structure [16,17].

It can counteract the degradation of vacuum conditions in closed MEMS systems. The effective operation of such integrated micropump is especially critical in counteracting desorption processes induced by electron radiation, as well as ensuring long-term stability in sealed vacuum systems [18,19].

This paper presents an analysis of the primary mechanisms affecting the maintenance of high vacuum in sealed MEMS devices. Special emphasis is placed on the impact of the anodic bonding process on vacuum quality, the electron-stimulated desorption (ESD) mechanism, and the role of miniature ion-sorption pump in mitigating gaseous contaminants. Additionally, the composition of released gases, the kinetics of vacuum degradation, and technological strategies to extend the operational lifetime of vacuum MEMS systems are discussed.

2. Experimental results

All experiments were conducted using a prototype MEMS X-ray source consisting of a cathode with a carbon nanotube field emitter, an extraction electrode that allows control of the emission current, a focusing electrode that allows electrostatic focusing, and a target [1] [Fig. 1]. This system also allows the electron energy to be controlled by changing the anode voltage.

The X-ray source has been integrated with the aforementioned SAP module. The internal volume of the closed MEMS cavity is approximately 0.49 ml, which corresponds to the total enclosed space between the connected silicon and glass plates [Fig. 2].

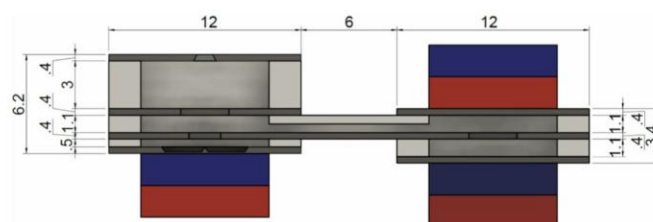


Fig. 2. MEMS structure geometry.

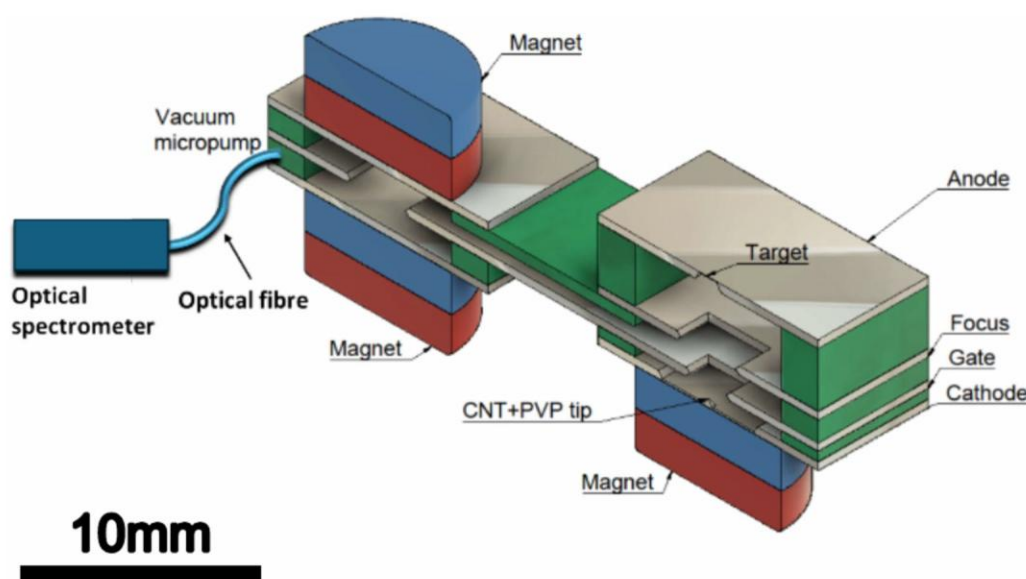


Fig. 1. Operational diagrams.

2.1. Initial vacuum conditions

Vacuum MEMS structures—such as miniature X-ray sources—are usually sealed by the anodic bonding of silicon and glass elements. To ensure the appropriate initial vacuum conditions, this process is carried out inside a vacuum chamber under high vacuum. The base pressure in the chamber reached a level of approximately 1×10^{-5} mbar within 5 min after pumping began. To reduce surface-adsorbed gases, the entire MEMS structure was held at the bonding temperature of 450 °C for an additional 10 min under vacuum, prior the silicon cap was placed onto the rest of pre-bonded structure. The bonding itself was performed immediately afterward, at the same temperature and under the same pressure conditions. As expected, although a pressure of around 1×10^{-5} mbar was achieved in the process chamber, the final pressure inside the closed structure was much higher and reached a value of around 1×10^{-3} mbar. This phenomenon is the result of few factors: problems with performing the anodic bonding process under high vacuum conditions (weak bonding force, possible nanoleakages; which enforced necessity of strengthening the connection in the atmosphere), emanation of gases during the process and limited efficiency of pumping gases from hard-to-reach cavities present in the complex geometry of the system [20].

Such high pressure level (1×10^{-3} mbar) prevents the stable and reliable operation of electron-beam-based instruments. Therefore, after the sealing process was completed, the integrated micropump (SAP) was turned on to remove the residual gases. It allowed for a gradual reduction of the pressure to the level of 4×10^{-7} mbar, which is sufficient for proper operation of the system and significantly extends its service life [Fig. 3].

To identify the composition of the residual atmosphere obtained after the sealing process, spectral measurements of visible radiation (VIS) emitted during gas ionization at the initial activation of the SAP were performed. The spectrum was acquired using a IBSEN FREEDOM HR-VIS spectrometer, operating in the 360–860 nm range. Light was collected via an optical fiber positioned outside the MEMS device, allowing for non-invasive optical detection through the glass spacer. Spectral analysis revealed a predominance of nitrogen, along with trace amounts of hydrogen, argon, carbon, and water vapor. The recorded

emission spectrum [Fig. 4] contains characteristic lines for nitrogen, corresponding to electronic transitions in N_2 , N_2^+ and N_2^* molecules. Weaker peaks correspond to the presence of hydrogen (eg, Balmer $H\alpha$ line at 656 nm) and argon (714 nm). The carbon peak (661 nm) may indicate the presence of hydrocarbons. The observed spectrum confirms that the sources of gaseous pollutants are mainly molecules desorbed from the internal surfaces during the sealing process and the remains of the air atmosphere.

After pumping the structure down to 4×10^{-7} mbar, only background noise was observed in the spectrum, without clear emission lines originating from any gases [Fig. 5]. The lack of characteristic signals identifying the presence of molecules indicates effective removal of almost all residual gases from the interior of the structure. The observed effect confirms the proper operation of the integrated ion-sorption micropump, which is capable of maintaining a high vacuum in the closed volume of MEMS devices. However, it is likely that molecular

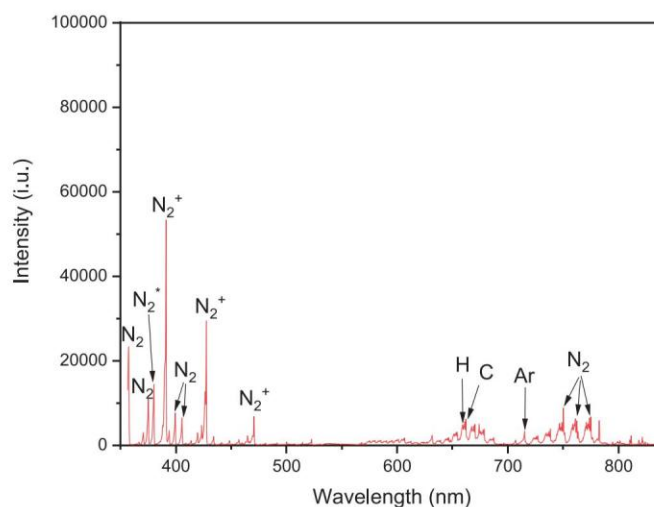


Fig. 4. Gas emission spectrum during the pumping process of the MEMS cell (spectrum taken at $\approx 1 \times 10^{-3}$ mbar).

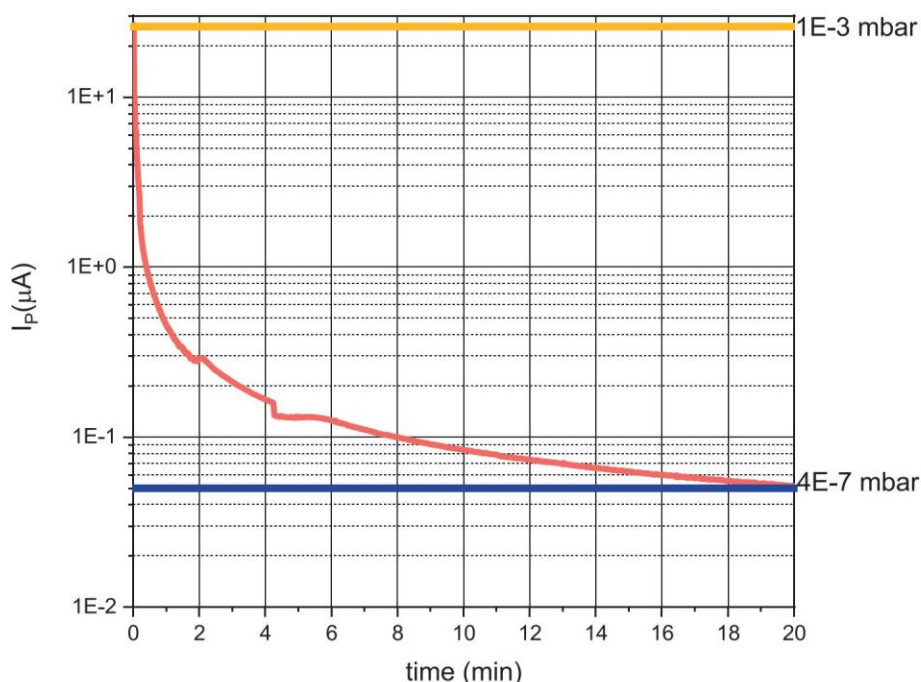


Fig. 3. First pumping characteristics of the MEMS X-ray source structure.

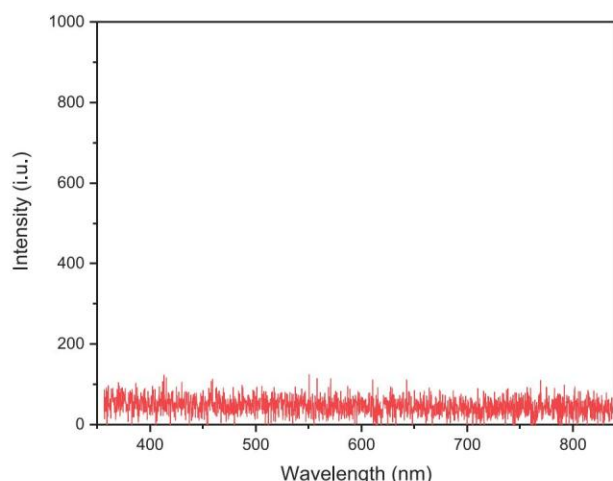


Fig. 5. Gas emission spectrum after pumping (spectrum taken at $\approx 4 \times 10^{-7}$ mbar).

hydrogen remains as the dominant residual species, due to its low ionization efficiency and weak interaction with the internal surfaces. Although its amount is below the detection limit of the optical measurement.

2.2. Emitter outgassing

Tests on the effect of electron emission on the pressure were carried out in an arrangement shown in Fig. 6, where the U_C voltage was responsible for the level of electron emission (emission current), the voltage U_F for focusing the beam and the voltage U_A for accelerating the electron beam. Depending on the SAP voltage U_P , the structure serves more as a pump (higher values, e.g. 2 kV) or as a sensor (lower values, ~ 1 kV).

After stabilizing the initial vacuum conditions, electron emission tests were carried out with constant $U_P = 1000$ V. This value was chosen to be slightly above the discharge ignition voltage, in these conditions pumping rate is low, thus the device works in a so-called “measurement mode”, without significantly affecting the pressure level on its own. Adjusting the U_C voltage resulted in a small, but noticeable increase in pressure within the structure, a phenomenon that is associated with an increase in the electron emission current [Fig. 7]. The applied electron emitter is made of a composite of CNT (carbon nanotubes) and PVP (polyvinylpyrrolidone). Carbon nanotubes are a good gas sorbent. In a vacuum system, they can act as a getter and sorb residual gases [21]. When electron emission begins, gases are desorbed as a result of the heating of the structure and field-stimulated phenomena, which leads to an increase in pressure in the structure. When electron emission is switched off, the pressure decreases as a result of the re-sorption of gases by the CNT-PVP material.

After 10 min of continuous electron emission with the SAP turned off, spectral measurements revealed a slight but noticeable increase in overall light emission intensity. A broad, unresolved peak centered around 450 nm appeared in the spectrum, which was absent or negligible during initial pump-down [Fig. 8]. This broadband emission does not correspond to the characteristic spectral lines of typical residual

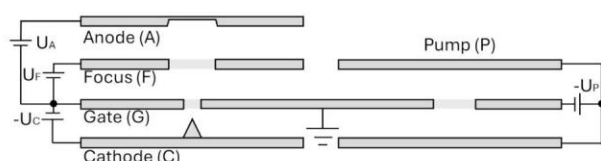


Fig. 6. MEMS X-ray source power supply diagram.

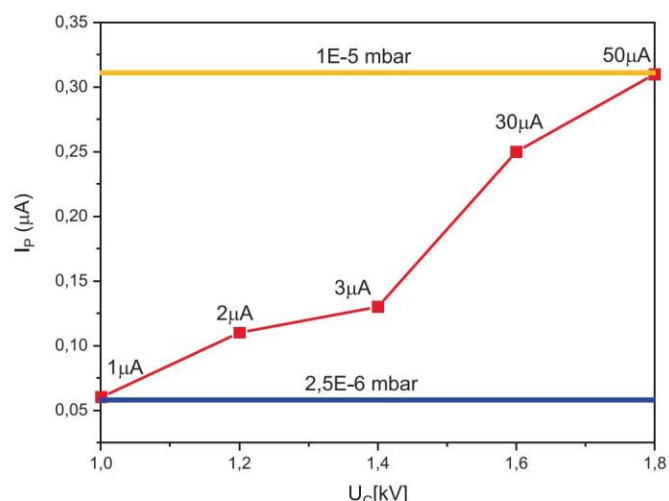


Fig. 7. Ion sorption pump currents with the change in U_C for $U_P = 1$ kV; $U_F = 0$ kV; $U_A = 0$ kV; corresponding emission current is indicated at each point.

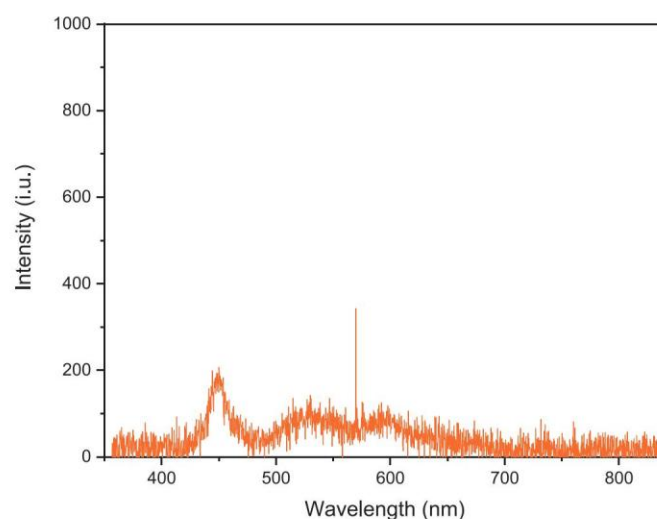


Fig. 8. VIS spectrum in the ion-sorption pump after 10 min of electron emission.

gases such as N_2 , H_2 , or Ar, suggesting that it likely originates from volatile byproducts formed due to the degradation or combustion of carbonaceous residues from the field emitter or contamination present near the electron source. Importantly, when the SAP was subsequently reactivated (high $U_P = 2$ kV – “pumping mode” – SAP pumps gases efficiently and simultaneously gives information on the pressure level), the intensity of this broadband emission dropped rapidly, and the pressure within the sealed cavity returned to its baseline value of $\sim 4 \times 10^{-7}$ mbar in under 30 s [Fig. 9]. This fast recovery indicates that the gaseous species responsible for the 450 nm emission were efficiently removed by the volume, demonstrating capability of SAP to cope with transient contamination events and maintain stable vacuum conditions during extended electron beam operation.

2.3. Electron stimulated desorption

In vacuum-sealed MEMS devices operating with electron beams, interactions between high-energy electrons and material surfaces play a key role in determining the long-term stability of the vacuum.

A particularly important phenomenon is electron-stimulated desorption (ESD), in which electrons transfer energy to surface-bound

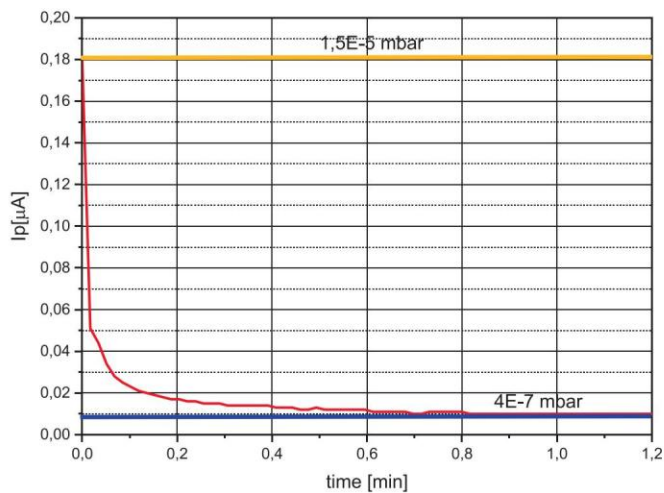


Fig. 9. Pumping down after 10 min of emission $U_P = 2$ kV.

atoms or molecules, leading to the release of gases into the sealed cavity [22].

The mechanism underlying electron-stimulated desorption (ESD) involves electrons exciting, ionizing, or otherwise destabilizing adsorbed atoms or molecules on the material surface or within its subsurface layers. The absorbed energy weakens the binding forces, allowing the molecules to overcome the surface potential barrier and desorption into the gas phase [23]. In closed MEMS environments, newly released gases directly contribute to vacuum degradation over time. The extent of ESD-induced outgassing depends on the electron energy, surface composition, presence of contaminants, microstructure of the material, and prior thermal or electrical treatments (such as anodic bonding).

The experiments investigated the effect of the anode voltage (U_A), which is directly responsible for accelerating electrons to higher energies. However, it should be noted that increasing U_A may also cause defocusing the electron beam, which results in an increased interaction area and a greater probability of electrons hitting elements made of

borosilicate glass.

Despite the active operation of the SAP, the increase in U_A voltage resulted in a significant deterioration of vacuum conditions [Fig. 10]. This phenomenon can be attributed to the increase in the intensity of ESD desorption, which at higher electron energies leads to the release of a larger number of gas molecules from the materials from which the microsystem is manufactured.

Measurements of the radiation spectrum confirmed the presence of intense emission peaks corresponding to the presence of hydrogen [Fig. 11]. We believe that it comes mostly not from silicon, but from borosilicate glass, which forms the spacers between the electrodes. Glass contains a significant amount of chemically bound hydrogen that can be gradually released due to interactions with electrons or at elevated temperatures. This hydrogen is partly present in the material itself and partly introduced during the hydroxylation (hydrophilization) process

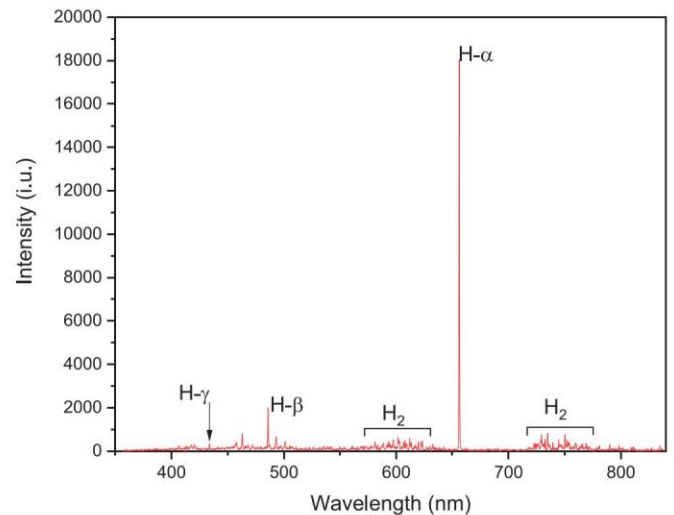


Fig. 11. VIS spectrum in the ion-sorption pump after 10 min of electron emission $U_A = 8$ kV $U_P = 2$ kV.

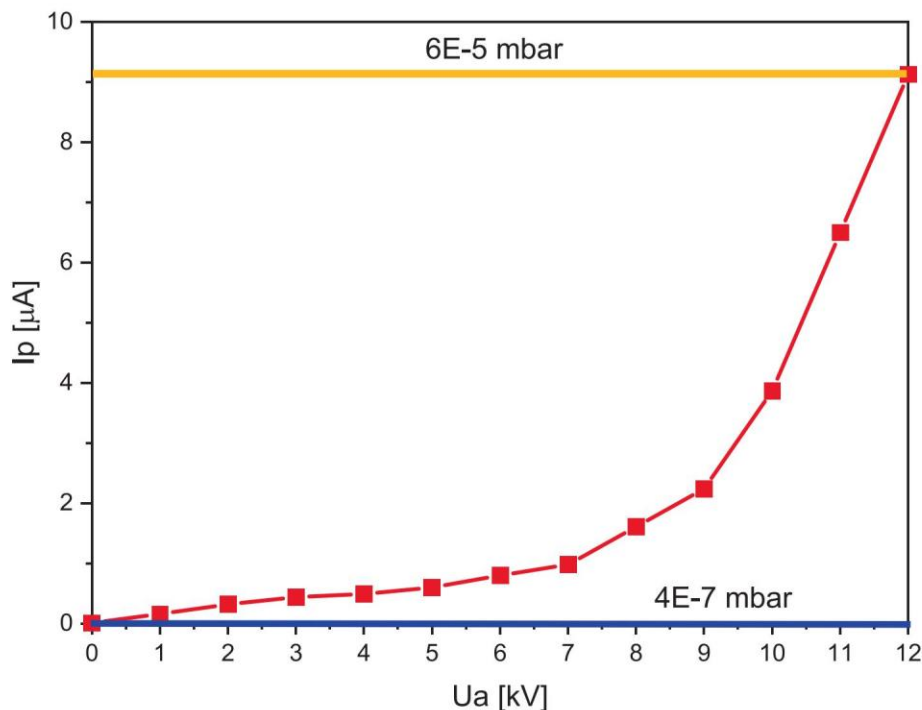


Fig. 10. Ion-sorption pump currents during the change in U_A at $U_F = 0$ kV, $I_C = 30\mu A$, $U_P = 2$ kV.

typically performed prior to anodic bonding to improve surface activation. Hydrogen, because of its low molecular weight, high permeability, and low cross section for chemical trapping by sputtered silicon, is particularly difficult to be effectively removed from microstructures.

After the electron emission was ceased, an attempt was made to restore the original vacuum conditions by further pumping the structure. However, despite continuous SAP operation for about 20 min, the pressure only reached 4×10^{-6} mbar, not approaching the original value obtained after initial pumping (4×10^{-7} mbar) [Fig. 12]. This suggests that it is a real challenge to remove difficult-to-sorb gases, like hydrogen. The observed lack of return to the original vacuum level indicates permanent degradation of the quality of the vacuum environment in the structure, which is a serious limitation for the long-term stability of MEMS systems operating in vacuum. This limitation can be attributed primarily to the accumulation of molecular hydrogen (H_2), which is particularly difficult to remove using a silicon-based ion-sorption pump. The ionization efficiency of hydrogen in glow discharge is relatively low, and unlike heavier species such as N_2 or Ar, hydrogen ions weakly sputters cathodes surfaces and are only weakly retained on or inside the sputtered layer. Since the electrodes and internal surfaces of the SAP are made entirely of silicon and glass—materials with poor sorption affinity for H_2 —no effective trapping mechanism is available. As a result, hydrogen tends to accumulate after prolonged operation, preventing full recovery of the initial vacuum level despite continued pumping.

In order to investigate whether the increased outgassing actually comes from the interaction of electrons with glass, similar measurements were carried out for variable U_F voltage. At low voltages, electrons are focused to travel along the axis of the electron source, predominantly impacting the silicon electrodes. Higher values spread the beam, which can interact with glass spacers. During the increase of the U_F voltage in the range from -2 kV to $+0.4$ kV, no significant changes in the pressure inside the structure were observed, which meant that the main electron flow still bypassed the critical glass areas. However, when U_F voltage crossed 0.4 kV, the vacuum gradually deteriorated [Fig. 13]. This clearly indicates that neither the energy nor the intensity of the electron beam—both of which remained constant—are the critical factors, but rather the interaction with specific materials, in this case, glass. Importantly, once again even further pumping of the structure did not allow to restore the original vacuum level.

Experimental observations proved a profound difference in ESD behavior between crystalline silicon and borosilicate glass under electron irradiation. Silicon exhibits a low rate of electron-stimulated desorption, primarily due to its chemically inert surface and the strong binding of adsorbed species. Additionally, its densely packed crystal lattice makes it unlikely for surface atoms to be sputtered or displaced by

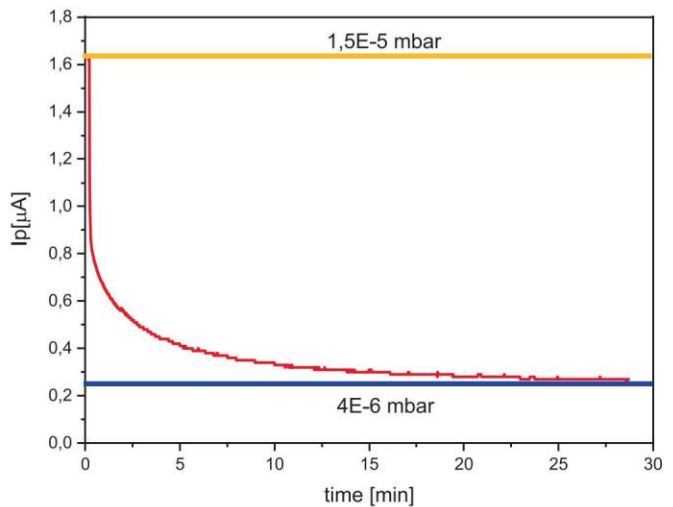


Fig. 12. Pumping down 10 min $U_A = 8$ kV; $U_P = 2$ kV.

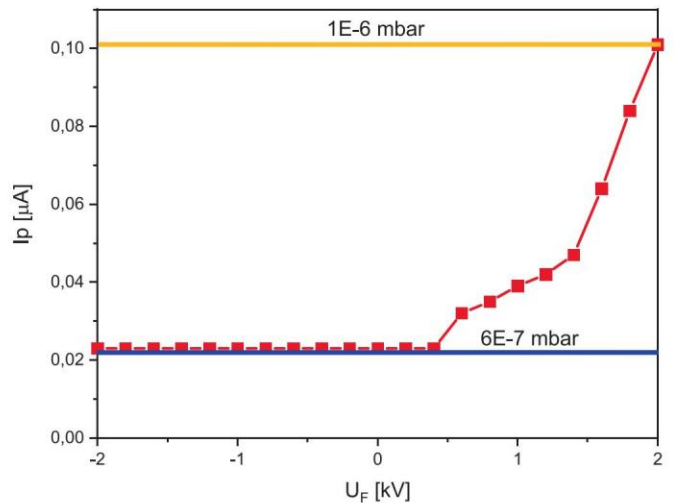


Fig. 13. Ion-sorption pump currents during the change of U_F at $I_C = 30\mu A$, $U_P = 2$ kV, $U_A = 0$ kV.

incident electrons. Moreover, after appropriate surface preparation (e.g. degassing at high temperature) most of adsorbed molecules should be released.

However, borosilicate glass shows significantly higher ESD-induced outgassing, particularly hydrogen release. This difference can be attributed to several factors:

- **Embedded Hydroxyl Groups:** Borosilicate glass contains bonded $-OH$ groups and trapped H_2O molecules within its amorphous network, even after the manufacturing and bonding processes.
- **Amorphous Structure:** The less ordered, open structure of glass compared to that of crystalline silicon facilitates electron penetration and local bond breaking, increasing the likelihood of desorption.
- **Anodic bonding effects:** During anodic bonding, mobile ions (e.g. Na^+ , H^+) migrate in the glass, which can lead to the accumulation of hydrogen-rich layers near the bonding interface. This latent hydrogen reservoir can be effectively stimulated by electron irradiation, causing significant hydrogen desorption.

3. Discussion

One of the key steps in ensuring long-term vacuum stability in closed MEMS structures is to identify gas sources and implement appropriate strategies to limit their emission. Residual gases can come from both surface contamination and the volume of materials from which the structure is made. Another important source are chemical compounds trapped in the amorphous network, as in the case of borosilicate glass, which contains hydroxyl groups and water molecules [Table 1]. Additionally, during device operation, especially in the presence of an

Table 1
Sources of gas emissions in MEMS structures, their material characteristics, and strategies to limit desorption in closed vacuum conditions.

Source of gases	Material	Typical Gases Released	Mitigation strategy
Hydroxyl groups and water trapped in the network	Borosilicate glass	H_2 , H_2O , O_2	Degassing before bonding, Surface coatings
Surface contamination	Silicon, glass	CO , CO_2 , H_2O	Cleaning before bonding, Degassing
Electron Stimulated Emission (ESD)	Mainly borosilicate glass	H_2	Beam control, Surface protection, Geometry optimization

electron beam, gases are emitted due to the phenomenon of electron-stimulated desorption (ESD), which poses a significant threat to maintaining the vacuum.

Depending on the material, different types of released gases are characteristic – for glass, these are primarily hydrogen and water vapor, and for silicon and organically contaminated surfaces, carbon compounds and oxides dominate. These outgassing phenomena are mitigated by employing techniques such as thorough cleaning and degassing of components prior to sealing, applying surface barrier layers, optimizing bonding process parameters, and integrating both active and passive sorption elements within the structure. The effectiveness of these strategies depends on the nature of the gas sources, their interactions with the materials involved, and the geometry of the structure. As a result, a customized design approach is required for each device type to ensure optimal performance and vacuum integrity.

There are several complementary approaches to improving high-vacuum maintenance and extending device lifetime.

One of the most direct methods of reducing gas emissions due to electron-stimulated desorption (ESD) is the appropriate selection of materials and deliberate shaping of the interior geometry of the MEMS structure. Preferentially directing the electron beam to silicon surfaces – characterized by low gas emission and high ESD resistance – allows for significant reduction of vacuum degradation. In cases where exposure of borosilicate glass is unavoidable, the use of thin, dense barrier layers (e.g. silicon nitride, alumina or diamond-like DLC coatings) that physically cut off direct contact of electrons with the glass material, thus suppressing gas emissions, can be a beneficial solution [7].

The anodic bonding process, although commonly used for MEMS structure encapsulation due to its high mechanical strength and material compatibility, can lead to increased mobility of hydrogen ions in the glass and their accumulation near the bonding interface. This phenomenon results from the elevated process temperature and the presence of an electric field, which promote proton migration and the formation of local hydrogen-enriched zones. As a result, a potential source of subsequent hydrogen emission is created in the interior of the vacuum chamber, especially under the influence of an electron beam. To minimize this undesirable effect, it is necessary to optimize the bonding parameters. Lowering the bonding temperature to the lowest possible level, while maintaining appropriate mechanical properties of the connection, allows limiting thermal stimulation of hydrogen migration in the glass. A key preparatory step before bonding is the thorough degassing of components—typically by long-term heating in vacuum or an inert gas atmosphere—to remove weakly adsorbed water, organic contaminants, and residual volatiles, while preserving the surface hydroxyl groups necessary for anodic bonding. Only a combination of all these activities ensures minimization of residual gas sources after the encapsulation process and allows maintaining stable vacuum conditions necessary for the long-term operation of MEMS structures.

Maintaining high vacuum over a long time horizon, especially after the initial processes of gas desorption from structural materials, requires the use of internal mechanisms to compensate releasing the gaseous contaminants. An effective solution involves integration of an ion-sorption micropump, which combines ionization of residual gas molecules with their permanent immobilization on the surface of an active electrode or sorption medium. Thanks to the presence of a strong local electric field and electron-induced ionization, micropumps can efficiently remove residual gases that are difficult to pump using conventional methods, stabilizing vacuum conditions even in the presence of electron-stimulated desorption (ESD).

In support, passive getters can be introduced into the structure – materials with a large active surface and high chemical affinity for residual gases (e.g. hydrogen, oxygen, or carbon oxides) [24–26]. Typically, zirconium, titanium, or zirconium-vanadium alloys are used for this purpose, which sorb gases without the need for a power supply, acting as a chemical trap for molecules throughout the entire service life of the device [27]. The efficiency of getters can be significantly

increased by their activation, e.g. thermal – after the structure is closed. Heating the getters frees the surface from passive layers (e.g. oxides), increasing their reactivity and enabling effective sorption also for gases that desorb gradually over time, such as hydrogen or polar molecules [20,28,29]. Therefore, the appropriate integration of micropumps and getter systems is a key element of the strategy for long-term vacuum maintenance in closed MEMS structures, especially in applications using high-energy electron beams [25,26,30].

To effectively mitigate electron-stimulated gas emission (ESD) in sealed MEMS structures, it is essential to implement a combined strategy that includes precise electron beam control, optimization of operating modes, and thoughtful structural design. Operating the electron source in pulsed mode, rather than continuous bombardment, reduces the cumulative electron dose and minimizes desorption. An integrative approach to electron-optical control and material exposure is therefore critical to ensuring long-term vacuum stability in high-performance MEMS devices.

It is worth noting that the gas species released during the sealing process differ from those observed during electron-stimulated desorption (ESD). This discrepancy likely results from the different activation mechanisms involved: thermal desorption during anodic bonding and bond-breaking induced by energetic electrons during device operation. For example, hydrogen chemically bound in borosilicate glass is not effectively released at bonding temperatures (~450 °C), but can desorb under electron bombardment, as observed in later measurements. On the other hand, nitrogen released during sealing is efficiently pumped or sorbed by the SAP and does not reappear under ESD. These mechanisms deserve further experimental study, although they remain outside the scope of the present work.

4. Summary

This article investigated the key challenges in maintaining high vacuum within hermetically sealed MEMS devices, particularly those employing electron beams such as miniature X-ray sources. The primary focus was on understanding gas release mechanisms—especially electron-stimulated desorption (ESD)—and evaluating methods for vacuum stabilization in microscale environments.

The study utilizes a MEMS-based X-ray source integrated with a multifunctional vacuum management module SAP. This structure combines an ion-sorption micropump, responsible for pressure measurement and vacuum maintenance, with an optical spectrometer, which enabled *in situ* gas composition analysis during device operation. This dual approach provided real-time diagnostics of vacuum conditions and desorbed gas species.

Experimental results showed that despite sealing the MEMS device under high-vacuum conditions, residual gases—primarily nitrogen, hydrogen—remain trapped inside. When the electron source is activated, ESD leads to additional gas release, notably hydrogen, which significantly degrades the vacuum level. This effect is most pronounced when the electron beam interacts with glass components, due to the presence of hydroxyl groups. In contrast, crystalline silicon exhibits low outgassing under electron irradiation. To mitigate this degradation and preserve the vacuum integrity during operation, an active pumping mechanism is essential.

The ion-sorption micropump plays a central role in maintaining high vacuum within the sealed cavity. It removes gas molecules by ionizing them and trapping the resulting ions on electrode surfaces. However, its pumping efficiency strongly depends on the type of gas: while effective for heavier, and more reactive species like nitrogen or oxygen, it is less efficient in removing light gases such as hydrogen, which are more difficult to immobilize.

The work demonstrates that long-term vacuum stability in MEMS devices requires an integrated approach combining material selection, structural design, and active vacuum management.

CRediT authorship contribution statement

Paweł Urbański: Writing – review & editing, Writing – original draft, Visualization, Validation, Supervision, Project administration, Methodology, Investigation, Formal analysis, Data curation, Conceptualization. **Tomasz Grzebyk:** Writing – review & editing, Validation, Supervision, Project administration, Methodology, Investigation, Funding acquisition, Formal analysis, Conceptualization.

Declaration of competing interest

The authors declare that they have no known competing financial interests or personal relationships that could have appeared to influence the work reported in this paper.

Acknowledgements

The works were financed by the National Science Center (NCN) from projects 2021/41/B/ST7/01615.

Data availability

Data will be made available on request.

References

- [1] P. Urbański, T. Grzebyk, MEMS-compatible X-ray source, *J. Microelectromech. Syst.* 33 (5) (2024) 508–510, <https://doi.org/10.1109/JMEMS.2024.3426111>.
- [2] M. Krysztof, Field-emission electron gun for a MEMS electron microscope, *Microsyst. Nanoeng.* 7 (1) (2021) 43, <https://doi.org/10.1038/s41378-021-00268-9>.
- [3] J. Liu, et al., Wafer-level vacuum-packaged electric field microsensor: structure design, theoretical model, microfabrication, and characterization, *Micromachines (Basel)* 13 (2022) 6, <https://doi.org/10.3390/mi13060928>.
- [4] Y. Xu, et al., Research on packaging reliability and quality factor degradation model for wafer-level vacuum sealing MEMS gyroscopes, *Micromachines (Basel)* 14 (10) (2023) 1956, <https://doi.org/10.3390/mi14101956>.
- [5] H. Henmi, S. Shoji, Y. Shoji, K. Yoshimi, M. Esashi, Vacuum packaging for microsensors by glass-silicon anodic bonding, *Sens. Actuators A Phys.* 43 (1–3) (1994) 243–248, [https://doi.org/10.1016/0924-4247\(94\)80003-0](https://doi.org/10.1016/0924-4247(94)80003-0).
- [6] J.L. McLain, A.L. Sprague, G.A. Grieves, D. Schriver, P. Travnicek, T.M. Orlando, Electron-stimulated desorption of silicates: a potential source for ions in Mercury's space environment, *J. Geophys. Res.* 116 (E3) (2011) E03007, <https://doi.org/10.1029/2010JE003714>.
- [7] G. Feng, et al., Gas desorption and secondary electron emission from graphene coated copper due to E-beam stimulation, *Coatings* 13 (2) (2023) 370, <https://doi.org/10.3390/coatings13020370>.
- [8] G. Blasquez, P. Favaro, Silicon glass anodic bonding under partial vacuum conditions: problems and solutions, *Sens. Actuators A Phys.* 101 (1–2) (2002) 156–159, [https://doi.org/10.1016/S0924-4247\(02\)00196-6](https://doi.org/10.1016/S0924-4247(02)00196-6).
- [9] T. Fuse, T. Fujino, J.-T. Ryu, M. Katayama, K. Oura, Electron-stimulated desorption of hydrogen from H/Si(001)-1×1 surface studied by time-of-flight elastic recoil detection analysis, *Surf. Sci.* 420 (1) (1999) 81–86, [https://doi.org/10.1016/S0039-6028\(98\)00827-9](https://doi.org/10.1016/S0039-6028(98)00827-9).
- [10] L. Mauri, A. Della Porta, A. Corazza, M. Moraja, Vacuum packaging requirements for MEMS and characterization techniques, in: 2020 4th International Conference nanoFIS Functional Integrated nanoSystems, MDPI, Basel, Switzerland, 2020, p. 18, <https://doi.org/10.3390/proceedings2020056018>.
- [11] Z. Luo, D. Chen, J. Wang, Y. Li, J. Chen, A high-Q resonant pressure microsensor with through-glass electrical interconnections based on wafer-level MEMS vacuum packaging, *Sensors* 14 (12) (2014) 24244–24257, <https://doi.org/10.3390/s141224244>.
- [12] T. Grzebyk, A. Górecka-Drzazga, MEMS type ionization vacuum sensor, *Sens. Actuators A Phys.* 246 (2016) 148–155, <https://doi.org/10.1016/j.sna.2016.05.021>.
- [13] T. Grzebyk, A. Górecka-Drzazga, J.A. Dziuban, Vacuum and residual gas composition MEMS sensor, *Proc. Eng.* 120 (2015) 671–674, <https://doi.org/10.1016/j.proeng.2015.08.707>.
- [14] P. Szyszka, K. Stambulskyi, T. Grzebyk, Ultra-compact MEMS gas analyzer based on ion-optical spectrometry, *Euroensors 2025* (2025) 104–105.
- [15] K. Witkowski, T. Grzebyk, Neural network-assisted emission spectra analysis of gases using MEMS sensor: predicting chemical composition and pressure, *Measurement* 240 (2025) 115579, <https://doi.org/10.1016/j.measurement.2024.115579>.
- [16] T. Grzebyk, K. Turczyk, P. Szyszka, A. Górecka-Drzazga, J. Dziuban, Pressure control system for vacuum MEMS, *Vacuum* 178 (2020) 109452, <https://doi.org/10.1016/j.vacuum.2020.109452>.
- [17] T. Grzebyk, MEMS vacuum pumps, *J. Microelectromech. Syst.* 26 (4) (2017) 705–717, <https://doi.org/10.1109/JMEMS.2017.2676820>.
- [18] T. Grzebyk, A. Górecka-Drzazga, J.A. Dziuban, Preliminary characterization of the ion-sorption micropump, in: 25th International Vacuum Nanoelectronics Conference, IEEE, 2012, pp. 1–2, <https://doi.org/10.1109/IVNC.2012.6316986>.
- [19] T. Grzebyk, A. Górecka-Drzazga, A. Zawada, J.A. Dziuban, Glow-discharge ion-sorption micropump for vacuum MEMS, in: 2013 Transducers & Euroensors XXVII: The 17th International Conference on Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems (TRANSDUCERS & EUROSENSORS XXVII), IEEE, 2013, pp. 2411–2414, <https://doi.org/10.1109/Transducers.2013.6627292>.
- [20] P. Guo, H. Meng, L. Dan, H. Xu, J. Zhao, High vacuum packaging of MEMS devices containing heterogeneous discrete components, *Appl. Sci.* 11 (18) (2021) 8536, <https://doi.org/10.3390/app11188536>.
- [21] J. Lyu, V. Kudiiarov, A. Lider, An overview of the recent progress in modifications of carbon nanotubes for hydrogen adsorption, *Nanomaterials* 10 (2) (2020) 255, <https://doi.org/10.3390/nano10020255>.
- [22] E. Williams, J. de Segovia, Electron stimulated desorption of ions from surfaces: techniques, methodology and some recent findings with water at metals and semiconductors, *Vacuum* 39 (7–8) (1989) 633–642, [https://doi.org/10.1016/0042-207X\(89\)90006-7](https://doi.org/10.1016/0042-207X(89)90006-7).
- [23] P. Tegeder, E. Illenberger, Electron stimulated desorption of Cl₂ from adsorbed and condensed Cl₂: effects of environment and orientation, *Phys. Chem. Chem. Phys.* 7 (4) (2005) 685, <https://doi.org/10.1039/b416987e>.
- [24] E.-M. Bourim, H.Y. Kim, N.-K. Chung, Development and characterization of non-evaporable getter thin films with Ru seeding layer for MEMS applications, *Micromachines (Basel)* 9 (10) (2018) 490, <https://doi.org/10.3390/mi9100490>.
- [25] L.F. Diekmann, A. Kassner, F. Dencker, M.C. Wurz, Nonevaporable getter-MEMS for generating UHV conditions in small volumina, *J. Vac. Sci. Technol. B* 40 (5) (2022) Sep, <https://doi.org/10.1116/6.0001991>.
- [26] Y. Ji, et al., A micro-thin-film getter–heater unit for high vacuum capsulation of MEMS devices, *AIP Adv.* 12 (2022) 1, <https://doi.org/10.1063/6.0001580>.
- [27] J. Zhang, et al., Study on coated Zr-V-Cr getter with pore gradient structure for hydrogen masers, *Materials* 15 (17) (2022) 6147, <https://doi.org/10.3390/ma15176147>.
- [28] R. Boudot, et al., Enhanced observation time of magneto-optical traps using micro-machined non-evaporable getter pumps, *Sci. Rep.* 10 (1) (2020) 16590, <https://doi.org/10.1038/s41598-020-73605-z>.
- [29] Q. Shi, et al., Unveiling the secrets of non-evaporable getter films: Activation temperature, activation time, and achievable activation degree, *J. Alloys Compd.* 1004 (2024) 175771, <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2024.175771>.
- [30] P. Knapkiewicz, Technological assessment of MEMS alkali vapor cells for atomic references, *Micromachines (Basel)* 10 (1) (2018) 25, <https://doi.org/10.3390/mi10010025>.

MEMS-Compatible X-Ray Source

P. Urbański¹ and T. Grzebyk¹

Abstract—In this letter we present the first stand-alone X-ray source made in MEMS (micro-electro-mechanical system) technology, which is able to operate outside a vacuum chamber. We have overcome the existing problems with hermetic sealing, high vacuum stabilization and risk of electric short-circuits which have so far prevented the realization of such a device. The source is $30 \times 16 \times 7 \text{ mm}^3$, operates up to 30 keV, with currents reaching few hundred microamperes. Due to the technological compatibility with other MEMS structures and possibility of adjusting its parameters, this source can be easily applied in different X-ray experiments performed in micro scale. [2024-0103]

Index Terms—Integration, micro electro mechanical systems (MEMS), miniaturization, X-ray source, field electron source.

I. INTRODUCTION

X-RAY radiation, due to its unique properties, finds application in a wide variety of fields, from medical diagnostics and therapy to industrial and research endeavors. In today's dynamic world of technological innovation, miniaturization and integration are key drivers of progress. These trends are visible also within the realm of X-ray technology. Number of research groups work on utilization of X-ray radiation in miniature systems (MEMS and μ TAS – micro Total Analysis Systems). People investigate the influence of radiation on cells and microorganisms, use it for analyzing heavy-metal pollutants in water flowing through a microchannels or characterizing chemical reactions that take place in liquid samples [1], [2], [3], [4]. What is interesting, in all these cases radiation is still generated by conventional, large-scale X-ray sources or even synchrotrons.

On the other hand, the existing literature documents various miniature X-ray sources employing different mechanisms for electron emission and electron-radiation conversion.

For instance, sources that utilize the pyroelectric effect, thermal or field emission have been developed throughout the years [5], [6], [7], [8], [9]. These sources have shown promise in terms of size reduction and efficiency improvements.

Very often some elements of those novel sources are manufactured by microengineering or even nanotechnology.

It applies especially to the field emission cathodes, which are responsible for the emission of electrons [10], [11], [12], [13]. However, up till now there has been no complete device made only in MEMS technology. Elements like electron optics column, target, X-ray window, housing are most frequently manufactured and integrated by classical methods used in vacuum technology for

Manuscript received 28 May 2024; revised 20 June 2024; accepted 25 June 2024. Date of publication 30 July 2024; date of current version 3 October 2024. This work was supported by the Polish National Science Centre under Project 2021/41/B/ST7/01615. Subject Editor R. N. Candler. (Corresponding author: P. Urbański.)

The authors are with the Department of Microsystems, Faculty of Electronics, Photonics and Microsystem, Wrocław University of Science and Technology, 50-370 Wrocław, Poland (e-mail: pawel.urbanski@pwr.edu.pl).

Color versions of one or more figures in this article are available at <https://doi.org/10.1109/JMEMS.2024.3426111>.

Digital Object Identifier 10.1109/JMEMS.2024.3426111

© 2024 The Authors. This work is licensed under a Creative Commons Attribution 4.0 License. For more information, see <https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>

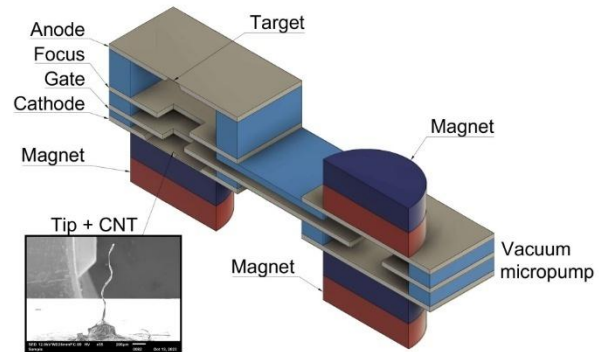


Fig. 1. Construction diagram of a MEMS X-ray source.

more than 50 years [14]. Few examples of more integrated structures have never operated outside the vacuum chamber, as stand-alone devices [15], [16].

Thus, there is a technological miss-match between miniature, MEMS-based platforms in which experiments utilizing X-rays are performed and more-or-less miniature X-ray sources which are (or can be) applied in them. Authors see the chance for combining these two worlds, but this requires the development of completely MEMS-based sources.

In this letter we present for the first time an X-ray source where MEMS technology was applied not only to the electron source, but also to all other elements, enabling potential integration with rest of the experimental system. Moreover, due to flexibility in polarization conditions and target design, the source enables generation of a beam with a desired characteristics (energy and spectrum).

II. DESIGN

The developed MEMS X-ray source is made solely out of silicon and glass wafers. Silicon chips form the electrodes: a cathode with a field emitter, an extraction gate, a focusing electrode and a target. Borosilicate glass is used for preparation of spacers between the electrodes [Fig. 1].

The electron source used in this device is made out of a composite of carbon nanotubes and PVP (polyvinylpyrrolidone) in the form of a needle deposited onto a silicon substrate by thermo-mechanical method [17].

The extraction electrode is made of silicon with an etched via-hole with dimensions of $2 \times 2 \text{ mm}^2$. It allows the control of the emission current and, as a result, the intensity of the generated X-ray radiation. The focusing electrode is made of silicon with an etched hole measuring $3 \times 3 \text{ mm}^2$. It enables electrostatic focusing of the electron beam. The target is a silicon chip with a thin $2 \text{ mm} \times 2 \text{ mm} \times 15 \mu\text{m}$ membrane.

The X-ray source is integrated with an ion-sorption pump, responsible for providing high vacuum conditions. The design of this micropump includes two flat silicon cathodes, two glass spacers,

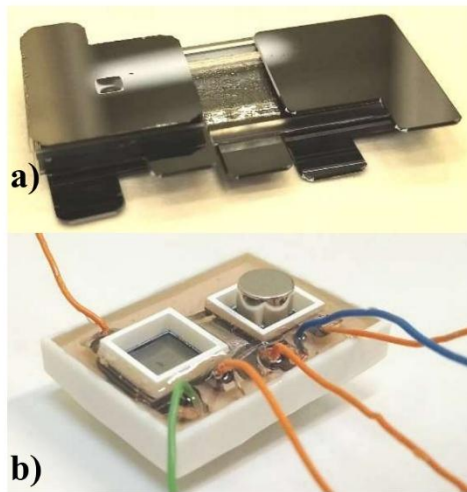


Fig. 2. a) Image of the MEMS X-ray source structure, b) complete, encapsulated MEMS X-ray source with a protective polymer layer.

a silicon anode placed in the middle and two neodymium magnets placed on both sides of the micropump [18]. The connection between the X-ray source and the pump is made through a channel etched in the glass they share, sealed with a common silicon electrode.

The external dimensions of the complete structure are $30 \times 12 \text{ mm}^2$. The height of the X-ray source column is 6.2 mm. The distances between the electrodes have been optimized. There is only 0.5 mm from the cathode to the gate, to ensure high emission currents for a relatively low voltage. Between the gate and the focus electrode there is 1.1 mm. The distance to the target is the largest – equal to 3 mm. It was necessary for supplying this electrode with very high voltages (up to 30 kV), without a risk of short-circuits and without affecting the potential distribution near the cathode. In this way one can have independent control over all parameters of the beam: the current, energy and focal spot.

The developed X-ray source operates in a transmission mode. Electrons emitted from the electron source are accelerated by a strong electric field. The generated beam of high-energy electrons hits the target, which causes the emission of X-rays as a result of braking the particles on the anode material (so called Bremsstrahlung radiation) and ejection of electrons from the internal electron shells (characteristic radiation) [19]. The spectral characteristics of the generated radiation depends on the power supply parameters as well as the material and thickness of the target – all can be adapted to different applications. The silicon target can be covered with a nanometric layer of metallization, e.g. tantalum or nickel, in order to improve the monochromaticity and intensity of the resulting X-ray radiation, which has also been tested [20].

All silicon and glass elements were connected using the anodic bonding method, with the last bonding performed under vacuum conditions (10^{-5} mbar) to ensure initial vacuum inside the structure. The actual structure of the MEMS X-ray source is shown in Figure 2a. In order to protect the structure against external breakdowns between the electrodes, after preparing the electrical contacts, the whole chip was covered with an epoxy resin, creating a complete stand-alone MEMS device [Fig. 2b].

III. MEASUREMENTS AND TESTS

The X-ray source was hermetically sealed, thus all measurements could be performed for the first time outside a vacuum chamber, in air. First, the ion-sorption pump was turned on. It ensured a stable high vacuum within the structure at the level of 10^{-7} mbar, and kept it constant during device operation.

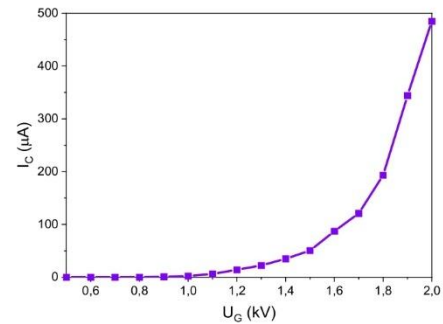


Fig. 3. Emission current vs extraction electrode voltage.

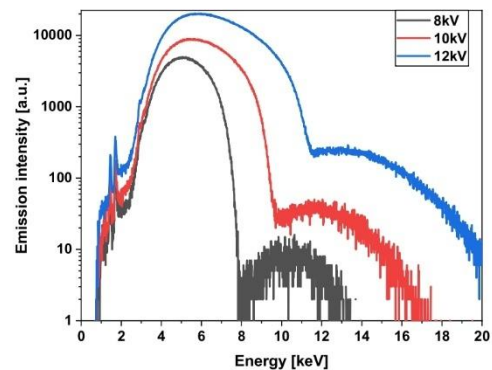


Fig. 4. X-ray spectra emitted by a MEMS X-ray source for different anode voltage U_A .

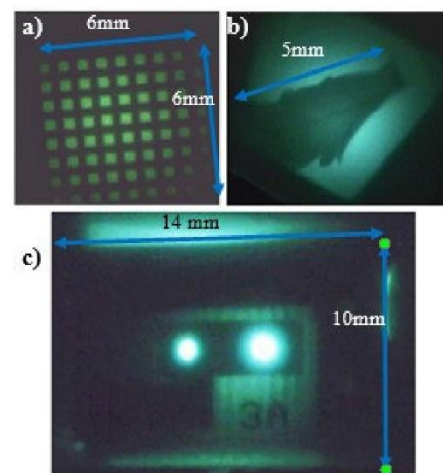


Fig. 5. X-ray image of: a) a silicon mesh ($U_A = 10\text{kV}$), b) a leaf ($U_A = 12\text{kV}$), c) PCB: light spots - via-holes, black area - metal, green area - laminate ($U_A = 30\text{kV}$).

The CNT electron source provided high emission current, even for low voltages at the extraction electrode (up to 500 μA for 2 kV) [Fig. 3], which ultimately allows to obtain an efficient and intense X-ray beam.

Measurements of the radiation spectra generated using the constructed X-ray source were performed for 3 different voltages accelerating the electron beam. Measurements were made for a distance of 10 cm between the X-ray source and the head of the spectrometer. The measured spectra showed high Bremsstrahlung signal for energies between 4 and 8 keV and only a low intensity of characteristic silicon peaks of 1.46 keV and 1.71 keV [Fig. 4]. This is due to the strong attenuation of low-energy X-ray radiation ($<5\text{keV}$)

by air. In previous studies, in which measurements were performed inside a vacuum chamber, the characteristic peaks contained most of emitted energy [20]. The design of the source allows for free manipulation of the energy of the emitted radiation by changing the voltage that accelerates the electron beam applied to the target or by changing the target material.

The developed MEMS X-ray source was used for now as a stand-alone device for taking X-rays images of small objects [Fig. 5]. When thin and soft objects are inspected, energies in the range between 10 and 15 keV are sufficient for obtaining high-contrast pictures. For thicker objects, like PCB, energy must be increased to 25-30 keV.

However, its technological compatibility offers the potential for future integration with MEMS-based platforms and for conducting whole X-ray experiments within a single chip.

IV. SUMMARY

The letter presented a breakthrough achievement in the field of MEMS and vacuum technology - the creation of the first X-ray source fully based on MEMS technology.

The X-ray source has been designed in a way that allows precise control of electron emission and focusing of the beam, which translates into effective generation of X-ray radiation (energy up to 30 keV, current – hundreds of microamperes). Integration with an ion-sorption pump ensures a stable level of high vacuum inside the structure (down to 10^{-7} mbar).

The experimental results confirmed that the MEMS source can be an alternative to other miniature sources. It has a similar size, maybe it does not offer as high energy and power as competitive solutions (they operate up to 65 keV, with currents above 1 mA), but the used technology allows for new applications. After integration with other MEMS platforms one can conduct biological, medical and analytical experiments in micro scale.

ACKNOWLEDGMENT

The work was financed by the project 2021/41/B/ST7/01615 of Polish National Science Centre.

REFERENCES

- [1] Z. Tang, Y. Akiyama, K. Itoga, J. Kobayashi, and T. Okano, "Fabrication of microfluidic device on temperature-responsive cell culture surface for studying the shear stress-dependent cell detachment," in *Proc. Int. Symp. Micro-NanoMechatronics Human Sci.*, Nov. 2011, pp. 162–167.
- [2] C. Gosse et al., "Development of a fluidic cell to image precipitation reactions by X-ray microscopy," in *Proc. 19th Int. Conf. Solid-State Sensors, Actuators, Microsystems (TRANSDUCERS)*, Jun. 2017, pp. 1734–1737.
- [3] Y. T. Yeh, W. J. Khan, T. R. Xu, D. H. Wang, and S.-Y. Zheng, "Temperature-induced nanochannel array synthesis in microchannels," in *Proc. 13th IEEE Int. Conf. Nanotechnol. (IEEE-NANO)*, Aug. 2013, pp. 525–528.
- [4] M. Sampietro et al., "Biosensors and molecular imaging," *IEEE Pulse*, vol. 2, no. 3, pp. 35–40, May 2011.
- [5] Technical Data Sheet. Accessed: Mar. 7, 2024. [Online]. Available: <https://www.moxtek.com/x-ray-products/>
- [6] Technical Data Sheet. Accessed: Mar. 7, 2024. [Online]. Available: <https://www.oxford-instruments.com/xt>
- [7] S. D. Kovaleski, A. Benwell, E. Baxter, B. T. Hutsel, T. Wacharasindhu, and J. W. Kwon, "Ultra-compact piezoelectric transformer charged particle acceleration," in *Proc. PowerMEMS Conf.*, Dec. 2009, pp. 399–402.
- [8] A. L. Benwell, "A high voltage piezoelectric transformer for active interrogation," Ph.D. dissertation, Fac. Graduate School Univ. Missouri, Columbia, MO, USA, 2009.
- [9] Technical Data Sheet. Accessed: Mar. 2, 2024. [Online]. Available: <https://www.amptek.com/pdf/coolx.pdf>
- [10] Y. Guo et al., "Development of gated carbon nanotube cold cathode for miniature X-ray source," in *Proc. 34th Int. Vac. Nanoelectronics Conf. (IVNC)*, Lyon, France, Jul. 2021, pp. 1–2.
- [11] J. H. Hong, J. S. Kang, and K. C. Park, "Fabrication of miniature carbon nanotube electron beam module for X-ray tube application," in *Proc. 29th Int. Vac. Nanoelectronics Conf. (IVNC)*, Vancouver, BC, Canada, Jul. 2016, pp. 1–2.
- [12] J.-T. Kang et al., "Analysis of CNT emitter-based miniature X-ray tubes for stable and reliable operation," in *Proc. 26th Int. Vac. Nanoelectronics Conf. (IVNC)*, Roanoke, VA, USA, Jul. 2013, pp. 1–2.
- [13] S. Choi et al., "A novel gate structure for a miniature X-ray tube based on CNT emitters," in *Proc. 25th Int. Vac. Nanoelectronics Conf.*, Jul. 2012, pp. 1–2.
- [14] T. Grzebyk and A. Górecka-Drzazga, "Vacuum microdevices," *Bull. Polish Acad. Sci., Tech. Sci.*, vol. 60, no. 1, pp. 19–23, Jan. 2012.
- [15] C. Kottler et al., "X-ray source downscaling enabled by combining microfabricated electrodes with carbon nanotube cold electron emitters," *Microelectron. Eng.*, vol. 122, pp. 13–19, Jun. 2014.
- [16] A. Basu, M. Swanwick, A. A. Fomani, and L. Velásquez-García, "A portable X-ray source with a nanostructured Pt-coated silicon field emission cathode for absorption imaging of low-Z materials," *J. Phys. D, Appl. Phys.*, vol. 48, May 2015, Art. no. 225501.
- [17] P. Urbański and T. Grzebyk, "Method of mechanicalthermal forming of three-dimensional forms from carbon nanotubes on a substrate," *Wrocław Univ. Sci. Technol., Wrocław, Poland, Rep. P.447233*, Dec. 2023, p. 8.
- [18] T. Grzebyk, A. Górecka-Drzazga, and J. A. Dziuban, "Glow-discharge ion-sorption micropump for vacuum MEMS," *Sens. Actuators A, Phys.*, vol. 208, pp. 113–119, Feb. 2014.
- [19] T. Grzebyk, K. Turczyk, A. Górecka-Drzazga, and J. A. Dziuban, "Towards a MEMS transmission point X-ray source," in *Proc. 34th Int. Vac. Nanoelectron. Conf. (IVNC)*, Jul. 2021, pp. 1–2.
- [20] P. Urbanski, M. Bialas, M. Krysztof, and T. Grzebyk, "Transmission target for a MEMS X-ray source," *J. Microelectromech. Syst.*, vol. 32, no. 4, pp. 398–404, Apr. 2023.



X-rays on a chip: characterization of a monolithically integrated MEMS X-ray source

Paweł Urbański ^{*}, Tomasz Grzebyk

Faculty of Electronics, Photonics and Microsystems, Wrocław University of Science and Technology, 11/17 Janiszewski St., 50-372 Wrocław, Poland

ARTICLE INFO

Keywords:

MEMS
X-ray source
Vacuum
Field emission

ABSTRACT

Miniaturization of X-ray sources developed using MEMS (Micro-electro-mechanical Systems) technology hold significant potential to advance many measurement methods, applied for material analysis, portable diagnostics, and space exploration, through their compactness, low power consumption, and ease of integration. However, it may come true, only if the parameters of the miniature instruments will not be worse than the ones of the classical counterparts.

In this work, we present a monolithically integrated MEMS X-ray source that combines a field emission cathode, an electron-optical column, a transmission target, and an integrated ion-sorption pump into a single, self-contained vacuum structure.

We demonstrate that the source operates stably and repetitively thanks to the proper choice of the field emission material, device construction as well as thanks to providing and maintaining high vacuum conditions by the use of an integrated micropump.

Within the article we characterize the source, and correlate how its parameters (emission stability, voltage control, spot size, vacuum conditions) translate into key properties of the generated X-rays, and how to tune them for different applications, especially for various measurement and analytical methods, especially to X-ray fluorescence (XRF) measurements.

Spectral analysis confirms the generation of X-rays with well-controlled intensities and energies from several hundred eV to several tens of keV, including a sharp Si K α line at 1.71 keV and continuous bremsstrahlung radiation. This fulfils perfectly the requirements of the XRF system.

1. Introduction

X-ray sources play a key role in many applications, including medical imaging, medical therapies, non-destructive material testing (including in space), security screening, and scientific research [1–5]. Traditional X-ray sources are mature instruments, operating stably and reliably for decades. However, they are bulky, they operate at very high voltages, they consume a lot of power, since they are based on thermionic emitters, they require extensive vacuum systems, and efficient cooling mechanisms [6–8].

The development of miniature X-ray sources compatible with microelectromechanical systems (MEMS) technology can enable the development of compact, energy-efficient and easy-to-integrate applications. However, miniaturization cannot affect much their applicability as well as their operational parameters, especially if they are intended to be used in any measurement system.

MEMS technology has been applied for manufacturing vacuum electronic devices. However, in most cases, these involved only single components, such as field emitters or simple structures such as a diodes or triodes [9–11]. No complex instruments have been realized so far. In our previous works, we have consequently developed all the building blocks of the complete MEMS X-ray source, including a CNT-PVP field emission cathode [12], a MEMS-compatible transmission target [13], and an integrated ion-sorption pump [14]. We also reported electron-beam focusing concepts [15] and preliminary feasibility of MEMS X-ray emission [16].

Field emission cathodes utilizing nanomaterials, such as carbon nanotubes, enable electron generation with low energy consumption (starting from milliwatts), eliminating the need to heat traditional filament emitters [12]. During low-power operation, cooling of the target can also be omitted. Although, field emission cathodes are, from their nature, less stable than thermal ones, one can ensure sufficient stability

^{*} Corresponding author.

E-mail address: pawel.urbanski@pwr.edu.pl (P. Urbański).

<https://doi.org/10.1016/j.measurement.2025.119722>

Received 17 June 2025; Received in revised form 30 October 2025; Accepted 12 November 2025

Available online 13 November 2025

0263-2241/© 2025 The Author(s). Published by Elsevier Ltd. This is an open access article under the CC BY license (<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>).

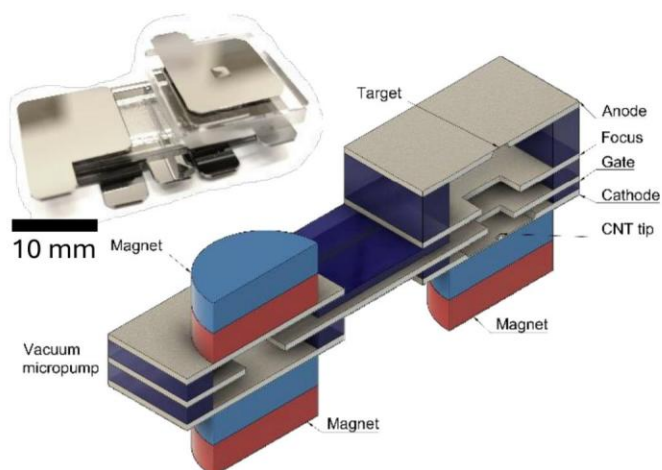


Fig. 1. Structure of a miniature MEMS X-ray source.

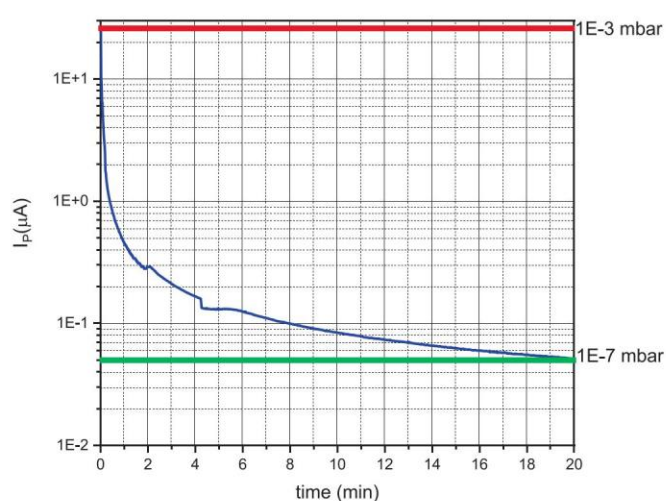


Fig. 2. Pumping characteristics of the X-ray source structure.

thanks to the use of the integration ion-sorption micropump, which can keep the vacuum level high during device operation. Moreover, the work in a transmission mode enhances X-ray generation efficiency by producing highly directional radiation from a small focal spot, which enables high spatial resolution and reduces scattering effects. Furthermore, the choice of appropriate target material allows for tuning of the resulting X-ray spectrum [13,17].

By addressing these key challenges related to X-ray source miniaturization, now we were finally able to bring all the elements together, presenting the first monolithic silicon-glass MEMS X-ray source [Fig. 1].

In this paper, we present a full characterization of the source, focusing on its emission properties, maintenance of high vacuum conditions, and spectral parameters. We analyze the relationships between the emission currents, obtained spectra and the supply parameters. The obtained results provide information necessary for the optimization of miniature X-ray source and adjusting its parameters for specific needs, e. g. for XRF analysis. They also show that despite reducing the dimensions and power consumption, we were able to maintain very good properties of the device, allowing for its stable and reliable work.

2. Results

2.1. Vacuum performance

The key condition for the proper operation of the miniature MEMS X-

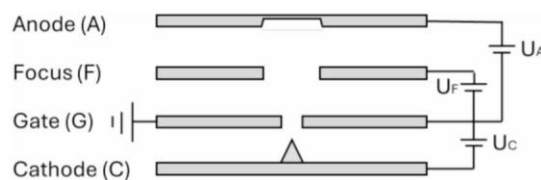


Fig. 3. Measurement diagram.

ray source is to ensure high vacuum conditions inside the structure. In addition to reducing electron-gas scattering, maintaining a pressure below $\sim 1\text{E-}2$ mbar is essential to avoid high-voltage breakdown (arcing) between the electrodes, and to prevent rapid degradation of the CNT-based emitter. Achieving high vacuum therefore not only enables efficient beam transport, but also ensures stable, repeatable X-ray emission over extended operation.

Providing high vacuum conditions inside the structure was possible by sealing it inside a vacuum chamber. The process was carried out under $1\text{E-}5$ mbar by connecting the last of the silicon chips to the remaining part of the structure using the anodic bonding method. After the sealing process, the pressure inside the structure was of the order of $1\text{E-}3$ mbar due to degassing of the internal surfaces of the structure. This level was too high for proper operation of the X-ray source. To obtain a higher vacuum, the structure was integrated with an ion-sorption pump. Switching on the pump after sealing the structure ensured vacuum conditions at the level of $1\text{E-}7$ mbar after only twenty minutes of pumping [Fig. 2].

The internal pressure of the MEMS device was determined from the discharge current of the integrated ion-sorption micropump, which serves as a direct measure of the residual gas density. The current–pressure calibration relationship was established in our previous work [14] by comparing ion currents measured in the micropump with pressures measured in a large vacuum chamber equipped with calibrated Pirani and Penning gauges. This calibration was applied in the present study, the accuracy of this method is at the 20 % level.

Maintaining a high vacuum during operation of the X-ray source proved crucial to its proper operation. The onset of electron emission caused an increase in the micropump current, which was associated with a temporary rise in internal pressure to a level on the order of $1\text{E-}5$ mbar. This behavior results from the desorption of previously sorbed residual gases (predominantly hydrogen) from the CNT-based emitter and other internal surfaces of the MEMS structure. These gases, originating from the residual atmosphere present prior to final sealing, are trapped within the material and are released only during active emission. The process is

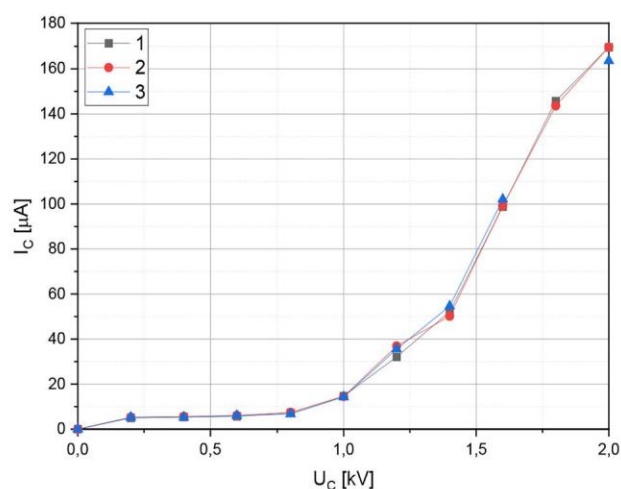


Fig. 4. The dependence of electron emission currents on the potential difference between the cathode and the gate.

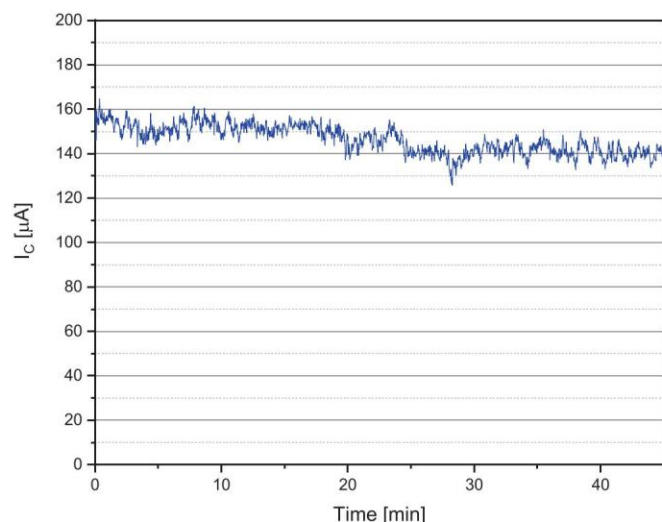


Fig. 5. Electron field source emission stability.

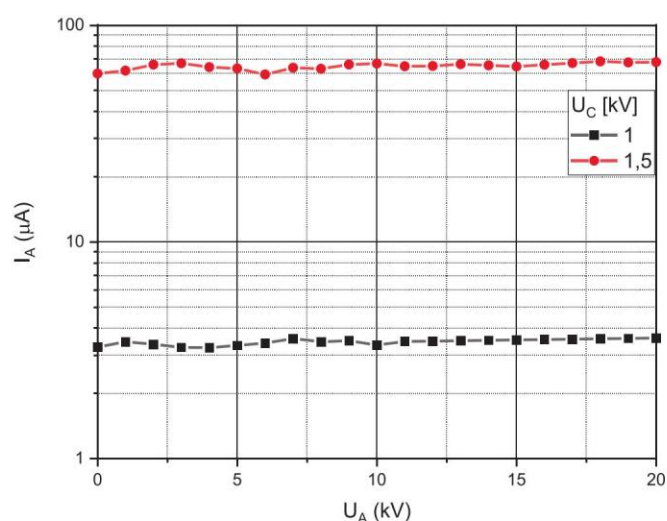


Fig. 6. Target currents from the electron beam acceleration voltage.

fully reversible — after switching the emission off, the pressure returns to the base level of $\sim 1\text{E-}7$ mbar within few seconds — and no long-term change in the base pressure was observed over repeated cycles.

2.2. Field emission source characterization

Another important requirement for the efficient operation of the MEMS X-ray source is a reliable electron source with a stable emission current. In this work, we applied a field emission source made in the form of a tip from carbon nanotubes and PVP composite [12]. To ensure high stability and minimize contamination of the vacuum environment during operation, the structure was subjected to the degassing process prior to final sealing.

All electrical measurements were made in a 4-electrode configuration with a grounded extraction gate [Fig. 3].

In order to examine the efficiency of the proposed electron source, emission current measurements were performed for different U_C voltage levels. Three runs were carried out, 2 of which with an increase in voltage and one with decrease [Fig. 4]. The results showed that the emission threshold was already at 200 V, whereas the emission current increased rapidly from about 1 kV. High emission currents reaching almost $200\mu\text{A}$ were obtained for 2 kV voltage. The results obtained for

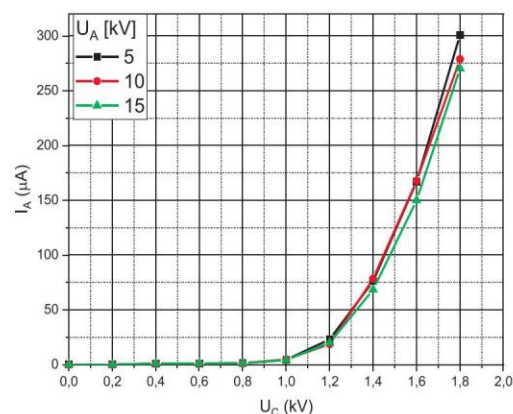


Fig. 7. Target current from the cathode-gate potential difference for different accelerating voltages.

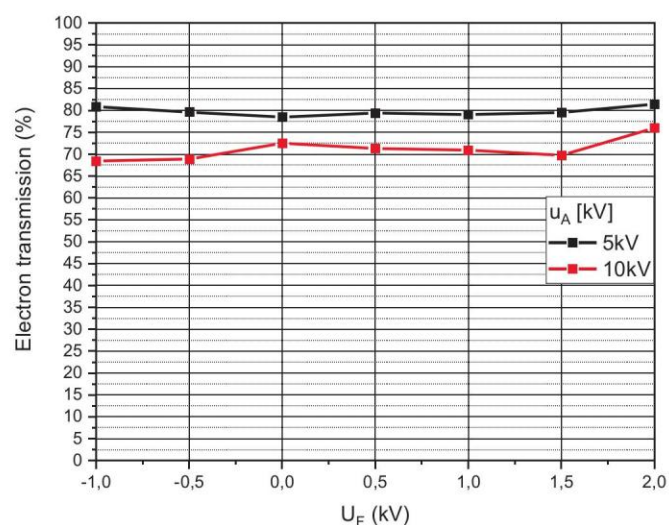


Fig. 8. Electron transmission from the focusing electrode voltage.

the three runs were almost the same, thus confirming the repeatable operation of the electron source.

The electron source showed also satisfactory long-term stability. The results of the emission current measurement during continuous operation for 45 min showed only a slight decrease from approximately $155\mu\text{A}$ to about $140\mu\text{A}$ [Fig. 5], without significant anomalies. The average value after stabilization (approximately 25 min) was $141\mu\text{A}$, with a standard deviation of only $3.3\mu\text{A}$.

The generated electron beam is propagated along the axis of the electro-optical column to the transmission target. The current measured at the target while varying the U_A voltage was constant [Fig. 6], indicating that the high anode potential does not influence the electron emission process. Similar measurements carried out as a function of the U_C voltage, for different U_A values show a clear increase in the target current with rising extraction voltage, while maintaining a consistent trend regardless of the anode potential [Fig. 7]. These two observations confirm that electron emission is governed by the cathode–gate system, whereas the anode voltage serves only to accelerate the beam and define the electron energy. This is a crucial aspect for the precise control of the electron beam in the miniature MEMS X-ray source, and, consequently, for controlling the characteristics of the generated radiation.

2.3. Electron beam transport and focusing

Two types of electron beam focusing methods were used in the

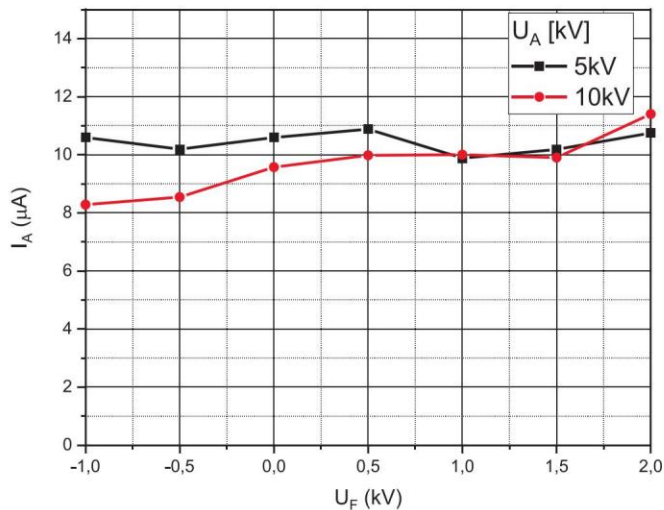


Fig. 9. Target current from the focusing electrode voltage.

MEMS X-ray source: electrostatic and magnetic. Magnetic focusing was realized by placing a small neodymium magnet directly under the cathode of the X-ray source, causing a strong perpendicular magnetic field to be created near the tip [15]. This forces the electrons that have just left the tip to spin and move along the magnetic field lines straight up. Electrostatic focusing, on the other hand, is achieved by placing a focusing electrode in the column of an X-ray source just above the extraction gate. The application of an appropriate potential to this electrode creates a strong electric field that enables the electron beam to be focused and defocused. Appropriate electron beam focusing not only allows for point emission of X-ray radiation but also reduces losses associated with passing through the electro-optical column. The combination of two electron beam manipulation mechanisms allowed for obtaining electron transmission through the column at the level of 70–80 % [Fig. 8], and thus for high currents at the target and efficient emission of X-ray radiation. Such a focusing arrangement, as demonstrated in our earlier work [12,15], enables achieving a focal spot size on the order of several tens of micrometers. This is much smaller than in classical X-ray sources working in a reflection mode, and opens new possibilities, e.g. high resolution imaging or mapping of a sample.

The use of magnetic focusing results in the fact that the changes in I_A current in the function of U_F voltage are small [Fig. 9], but the dynamics of these changes increase as the accelerating voltage increases. Figs. 8 and 9 show that electron transmission and target current are only weakly dependent on the focusing electrode voltage U_F at the lower accelerating voltages used here. This is because, at low U_A , the magnetic focusing alone is sufficient to maintain beam alignment through the column, and changes in U_F have little effect on the beam envelope. As U_A increases, the electrons travel faster and the focusing point shifts relative to the column geometry, making electrostatic focusing more important. In this regime, adjusting U_F can significantly influence the beam shape and reduce losses at the focusing electrode, thereby increasing transmission. At even higher U_A values, this dependence would be more pronounced due to the greater need for electrostatic correction in addition to magnetic focusing.

The slightly higher electron transmission observed at $U_A = 5$ kV compared to $U_A = 10$ kV can be explained by the interplay between electrostatic acceleration and the additional magnetic focusing field. In systems with strong magnetic focusing, the electron beam may form multiple focal points along the column. Varying the accelerating voltage changes the electron velocity and the position of these foci, which can shift relative to the transmission aperture or target. Under certain conditions, this shift can increase the fraction of electrons reaching the target at lower acceleration voltages. This behavior has been discussed

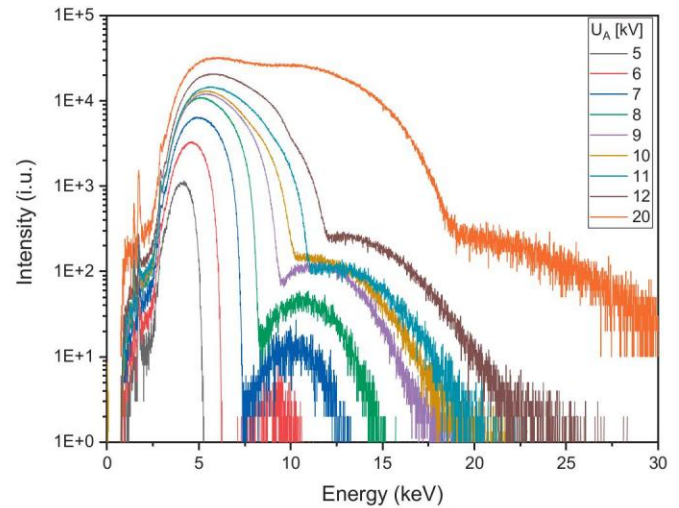


Fig. 10. X-ray spectra for different electron beam acceleration voltages.

in detail in our earlier work on magnetically focused field emission beams [15]. For high voltages on the target (>10 kV) proper tuning of U_F voltage can increase the number of electrons passing through the whole electro-optical column by 40 %.

2.4. Spectral characteristics of the X-ray radiation

Performing electrical characterization is valuable, but even more important is correlating these parameters with X-ray signals generated by the source, to provide its reliable, stable and well-controlled operation tuned for a specific application, e.g. XRF measurements.

The emission spectra were recorded using a KETEK AXAS-D X-ray spectrometer equipped with a silicon drift detector (energy resolution ~129 eV at Mn $K\alpha$). The spectrometer was placed 30 mm from the transmission target, with the detector axis aligned along the main X-ray emission direction. No additional optics or collimation were applied.

The developed X-ray source generates X-ray radiation consisting of a narrow peak characteristic of silicon, which is the target material, at an energy of 1.71 keV and a wide hump corresponding to braking radiation (Bremsstrahlung) [Fig. 10]. Measurements of emission spectra performed in air at atmospheric pressure do not allow reliable quantification of photon energies below ~1 keV due to strong attenuation of low-energy photons by air. Furthermore, the beryllium window of the SDD detector strongly attenuates low-energy photons. Combined with the

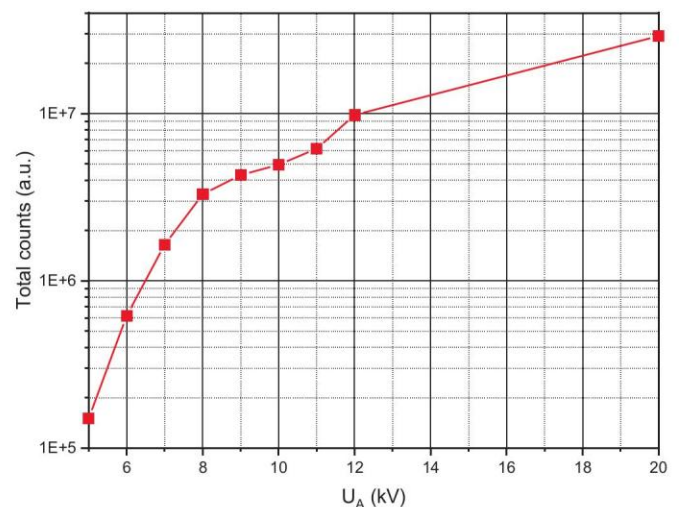


Fig. 11. Total X-ray intensity versus target voltage.

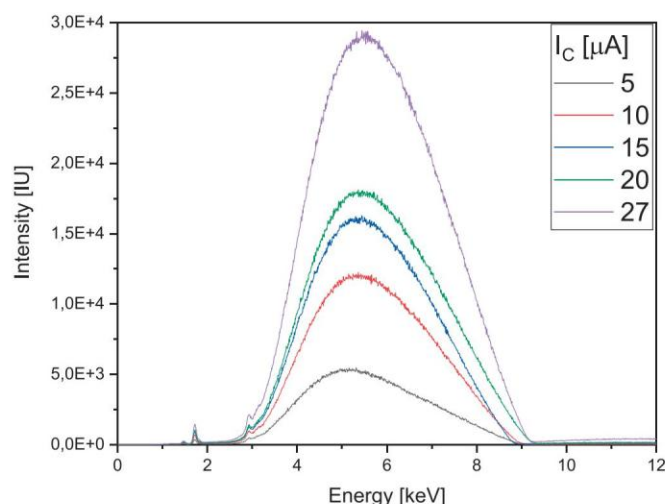


Fig. 12. X-ray spectra at different electron emission currents.

detector's reduced efficiency in this energy range, these factors explain the lack of visible features below ~ 0.7 keV in Fig. 10. Despite strong attenuation, the Si $K\alpha$ line with energy 1.71 keV has high intensity.

The energy range and the shape of the generated spectrum is ideally suited for material analyses using the XRF method. It may be particularly useful to use it for detecting elements with a low atomic number, because with the increase of the X-ray photon energy, the probability of ionization of the matter with which it interacts decreases. This means that effective detection of elements with low atomic numbers requires providing intense X-ray radiation already in the low-energy range, while currently available X-ray tubes operating in the reflection mode have usually high intensity mostly above 10 keV, due to signal filtration in the anode and the tube window.

A key feature of the X-ray source is the ability to control the energy of the emitted radiation by adjusting the target voltage, which determines the kinetic energy of the electrons [Fig. 10]. As the accelerating voltage increases, not only does the energy range of the generated X-rays

increase, but also the intensity of the resulting radiation [Fig. 11].

Importantly, in the context of XRF measurements, the ability to control the acceleration energy and the beam intensity allows for maintaining stable conditions between measurements, reducing systematic errors in comparisons and calibrations. Furthermore, the smaller spot size minimizes the impact of sample heterogeneity on the results, improving spatial resolution and local measurement reproducibility.

It should be noted that the apparent counts at photon energies exceeding the accelerating voltage U_A are artifacts due to pulse pile-up in the silicon detector: when two photons of energies X and Y arrive simultaneously, the detector records them as a single event with energy $X + Y$. This effect is generally small in our measurements, except for the $U_A = 20$ kV (and to a lesser extent 12 kV) spectra, where the higher count rate increases the probability of pile-up. The actual X-ray spectrum does not contain photons with energies greater than U_A .

The spectra of the generated X-ray radiation also vary with the emission current, which is adjusted by the U_C voltage [Fig. 12]. As the emission current increases, the radiation intensity rises [Fig. 13]. The trend is generally linear, however some deviations (as for 20 μA) are visible, probably associated with the use of magnetic focusing. What is the most important, the energy range of the emitted radiation remains unchanged. This is an important finding, as it demonstrates the ability to control the intensity of X-ray emission — and thus the radiation dose — independently of other parameters.

To further quantify the reproducibility of the generated X-ray radiation, seven independent measurement series were recorded under identical operating conditions [Fig. 14]. Each series consisted of ten consecutive spectra acquired with 10 s integration time (100 s per series), yielding 70 integrated-intensity points in total. The per-spectrum total counts, were summarized for each series [Tab. 1].

The statistical analysis demonstrates a high level of radiation stability and low spread of measured intensities. Per-series mean integrated intensities span from 30,040 to 33,271 counts·s⁻¹, while per-series standard deviations lie between ≈ 166 and ≈ 574 counts·s⁻¹. The calculated coefficients of variation (CV) for individual series are all below 2 % (0.53 %–1.80 %), indicating excellent within-run precision. Relative expanded uncertainties ($k = 2$, 95 % confidence) range approximately from 1.55 % to 3.77 % for individual series. When all 70

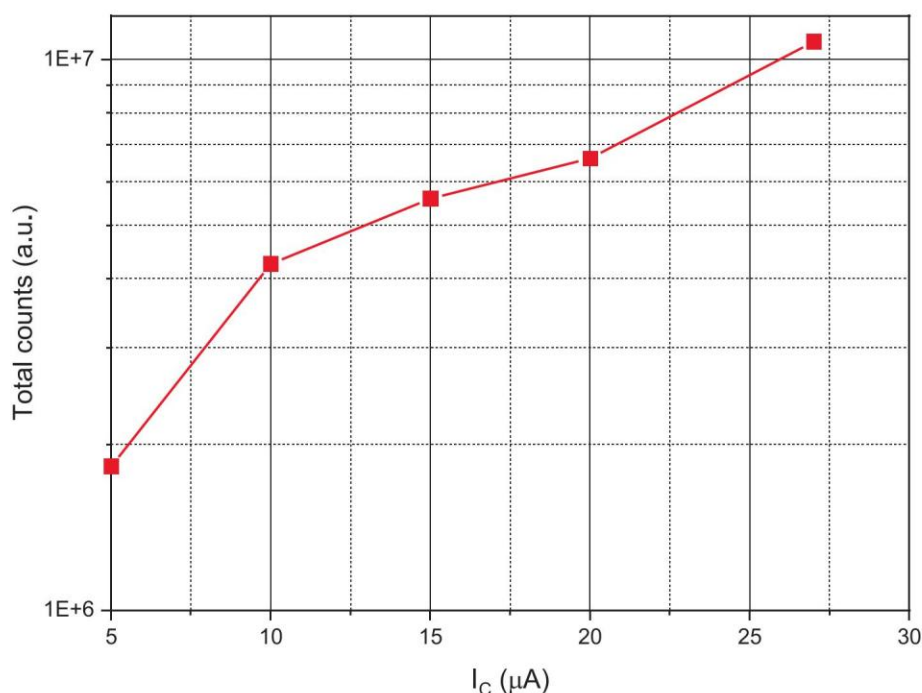


Fig. 13. Total X-ray intensity from electron emission current.

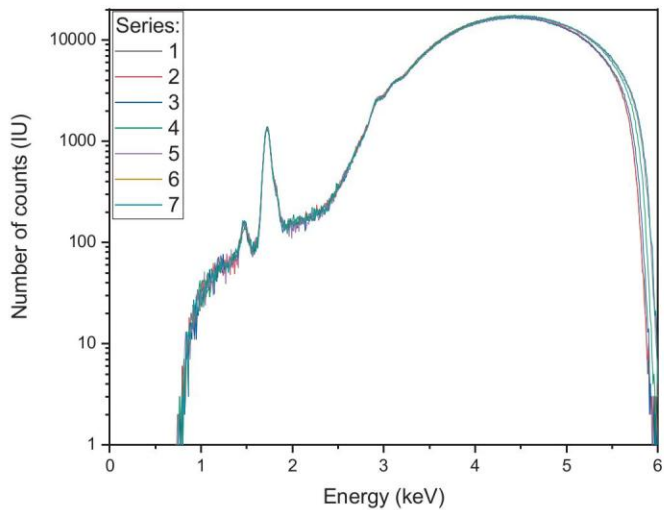


Fig. 14. X-ray spectra (7 series for 100 s).

Table 1
Per-series and pooled statistics of X-ray intensity.

Series	Medium intensity [counts/s]	Standard Deviation	Expanded Uncertainty (95 %)	CV [%]
1	31 186	445	957	1,43
2	31 915	574	1 202	1,80
3	30 040	178	497	0,59
4	31 345	166	486	0,53
5	31 840	225	575	0,71
6	32 526	291	687	0,90
7	33 271	381	843	1,14
Total	31 732	956	1 944	3,01

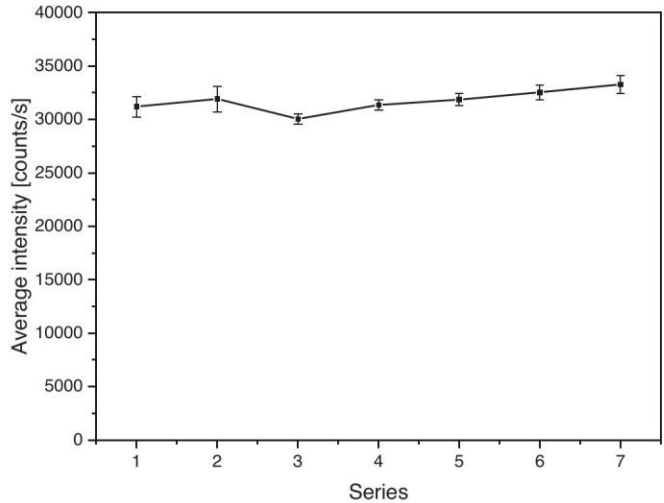


Fig. 15. Mean intensity per series with 95 % expanded uncertainty ($k = 2$).

points are considered, the overall mean is $31,732 \text{ counts}\cdot\text{s}^{-1}$ with $\text{CV} = 3.01 \%$ and expanded relative uncertainty $\approx 6.12 \%$, reflecting the expected growth of the combined uncertainty when between-run scatter is included.

Two conclusions can be withdrawn from the results::

- within a single 100 s run the source provides very high stability (sub-2 % CV and expanded uncertainties $\sim 1.6\text{--}3.8 \%$),

Table 2
Applications of the MEMS X-ray source.

Application	Enabling Features of the MEMS X-ray Source
– X-ray Fluorescence (XRF) analysis	– Low-energy photon generation (several hundred eV) – Adjustable electron energy and emission current
– Space exploration & planetary probes	– Detection of light elements – Fully integrated vacuum system – No external pumping or cooling required – Compact size and low mass
– High-resolution X-ray microscopy	– Small focal spot due to transmission target – Efficient beam focusing (electrostatic + magnetic) – High beam stability
– Industrial inspection (microelectronics)	– Ability to detect structural defects in microdevices – Miniaturized form factor – Flexible source positioning
– Microfluidic diagnostics	– Potential for lab-on-chip integration – Controlled emission dose – Low power consumption
– Medicinal therapies	– Adjustable emission parameters: energy, intensity, and spectrum – Effective beam focusing – High beam stability

- across multiple independent runs the reproducibility remains good, with only a small increase in variability (pooled $\text{CV} \approx 3\%$), which can be attributed to small fluctuations in electron emission.

The same data presented in Fig. 15 visualizing the per-run means with 95 % expanded uncertainty bars confirms the absence of systematic drift across the seven runs.

Taken together, the quantified uncertainties, low CVs and the consistent spectral features across runs confirm that the MEMS X-ray source delivers stable and reproducible excitation suitable for quantitative analytical techniques such as XRF.

3. Applications

The developed MEMS X-ray source can find applications in many fields where miniaturization, low energy consumption, and independence from external systems are important [Tab. 2]. Thanks to its compact dimensions and transmission mode of operation, the source can be integrated with microimaging systems, creating the basis for high-resolution X-ray microscopy [18,19,20]. It can also serve as an

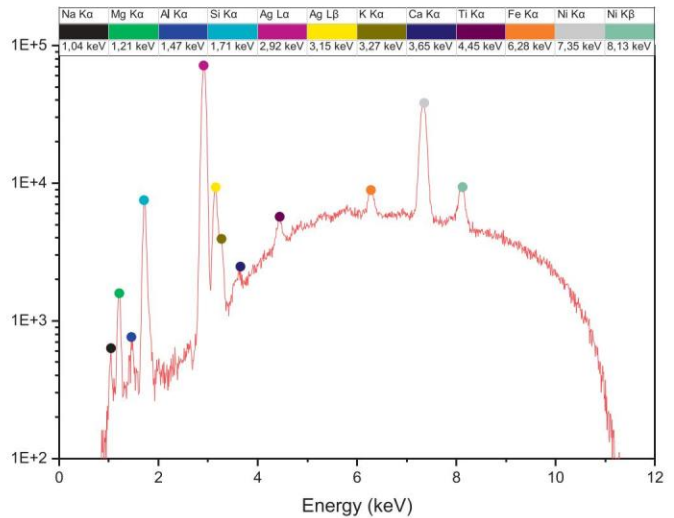


Fig. 16. X-ray spectrum after interaction with BOROFOAT 33 glass.

Table 3
Comparison of X-ray sources.

Parameter	MEMS X-ray source	Moxtek MAGNUM® [26,27,28]	Hamamatsu L9421 [28,29,30]	Conventional X-ray tube e.g. Seifert [28,30,31]
Emission mode	Transmission (integrated Si target)	Reflection	Reflection	Reflection/rotating anode
Emission technology	Field emission (CNT–PVP composite)	Thermionic emission (filament)	Thermionic emission	Thermionic emission (filament or rotating anode)
Mass	3.7 g (MEMS structure) + 3.4 g (magnets)	Nd	Nd	Nd
Cooling	No need	Passive cooling	Convection cooling	Active water cooling
Miniaturization	Yes (MEMS, possibility of integration with other MEMS systems)	Yes	Yes	Not miniature
Power consumption (typ.)	0.001–5 W	≈ 4.4 W	≈ 7 W	even hundreds of W
Main limitation	Lower max energy	Thermal drift, warm-up time	Requires active cooling	High power consumption, thermal drift
Accelerating voltage (typ.)	1–30 kV	≤ 17.5 kV	≤ 30 kV	≤ 450 kV
Electron emission current (typ.)	1 nA–2 mA	≤ 0.1 mA	≤ 0.2 mA	≤ 45 mA
Electron emission stability	$\sigma = 3.3 \mu\text{A}$ (2.3 % RSD), $U_{\text{exp}} \approx 4.7 \%$ ($k = 2$)	Nd	typically $\pm 3\text{--}8 \%$	typically $\pm 5\text{--}12 \%$
X-ray intensity repeatability (single run)	CV = 0.53–1.80 %	typically CV $\approx 5\text{--}10 \%$	typically CV $\approx 4\text{--}8 \%$	typically CV $\approx 5\text{--}12 \%$
Expanded uncertainty of total intensity ($k = 2$)	≈ 6.1 % (pooled)	typically $\approx 10\text{--}12 \%$	typically $\approx 9\text{--}11 \%$	typically $\approx 10\text{--}20 \%$

inspection element in quality control systems in microelectronics and microengineering, for detecting structural defects in thin-film integrated circuits or microsensors [21]. Furthermore, the high resistance of the source to environmental conditions and the lack of the need for active cooling open the way to its applications in space exploration – for example, as a component of mobile geological analyzers on planetary rovers, enabling the analysis of the structure and composition of rock samples directly on the surface of other celestial bodies [22,23,24]. The possibility of controlling emission parameters additionally allows its use in adaptive imaging systems and control of industrial processes, where it is necessary to adjust the radiation dose and energy to the current measurement conditions.

One of the examples of applications of the developed MEMS X-ray source presented here is its use for the ionization of analytes in the XRF method. To test the ability of the developed source to be used in XRF analysis, test measurements of the elemental composition of BORO-FLOAT® 33 glass were performed. The developed X-ray source was used for ionization of analytes, while the KETEK AXAS-D X-ray spectrometer was used for signal detection.

The XRF measurement results confirmed the presence of the following elements, which can be unambiguously assigned to the typical composition of the analyzed glass type [Fig. 16]:

- Si ($K\alpha$) – as a component of SiO_2 ,
- Al ($K\alpha$) – as a component of Al_2O_3 ,
- K ($K\alpha$) – as a component of K_2O ,
- Na ($K\alpha$) – as a component of Na_2O
- Mg ($K\alpha$) – which may occur in the form of MgO as a modifier, often present in traces in technical glasses.

The presence of these elements is consistent with the chemical composition of BORO-FLOAT® 33 declared by the manufacturer and confirms the authenticity and compliance of the material with the specification [25]. The only undetected element in the composition of the analyzed glass was boron (0.183 keV). Its detection turned out to be impossible using the used X-ray spectrometer because of the low energy of the peak, which is cut off by the spectrometer window. The measurements also revealed elements that are not typical components of BORO-FLOAT® 33 glass (Ag ($L\alpha$, $L\beta$), Ca ($K\alpha$), Ti ($K\alpha$), Fe ($K\alpha$), Ni ($K\alpha$, $K\beta$)), but may occur as admixtures, impurities from the production process, or contact of the material with the environment.

What is important, the XRF results are as stable and repeatable as the measurements of the X-ray spectrum itself. The uncertainty of the intensity of individual peaks varies for 1.8 % for the highest peaks to 5.75 % for less intensive ones, and total intensity of the signal changes

within 2.8 % range.

4. Summary

In this paper, a comprehensive characterization of a miniature X-ray source made using MEMS technology, which is a self-contained, integrated vacuum structure, is presented. It is shown that by using an ion-sorption pump, it is possible to maintain high vacuum conditions ($<1\text{E-}7$ mbar) without the need for an external pumping system, which is a key step toward full miniaturization of imaging and analytical systems.

The designed field electron source based on the CNT + PVP composite achieved intensive electron emission at low extraction voltages while showing very good repeatability and stability over time. The combination of electrostatic and magnetic electron beam focusing provided high transmission efficiency (up to 80 %), enabling precise control of the X-ray emission focus size. The spectral measurements confirmed the possibility of generating X-ray radiation with the energy from several hundred eV, with a distinct characteristic line of silicon (Si $K\alpha$ – 1.71 keV) and a spectrum of braking radiation.

The key advantage of the MEMS source is the possibility of independently controlling operating parameters such as the electron emission current and energy, which influence the intensity and energy of the emitted X-ray photons as well as the electron beam focusing, which allows adjustment of the radiation emission area.

Crucially, the performed detailed input–output characterization was important also from a metrological point of view: by mapping each control parameter (cathode voltage, focusing voltage, vacuum level) to measured X-ray outputs (intensity, spectrum, beam focus), we establish explicit calibration curves that make the source behavior predictable and quantifiable. Practically, this tunability means the device can be optimized for specific analytical methods: for example, one can select the anode material, extraction, acceleration and focus voltage to generate the characteristic X-ray lines and spot size needed for surface-sensitive X-ray Photoelectron Spectroscopy (XPS), or adjust settings for the penetration depth and resolution required in X-ray Fluorescence (XRF). Moreover, ensuring stable operation conditions for the electron emission allows for maintaining high repeatability of measurements (identical settings translate into consistent spectra and intensities).

The MEMS X-ray source despite its reduced dimensions provides properties not worse or even better than many other X-ray devices. The comparative data in Table 3 highlight the distinct niche it can occupy. While traditional low-power X-ray tubes deliver higher maximum accelerating voltages and, in some configurations, higher absolute photon flux, the MEMS device offers a unique combination of transmission geometry, extremely low power consumption, and very small

focal spot. These attributes together distinguish it from commercial miniature X-ray tubes, positioning the MEMS source as a functional alternative where compactness and stability are more important than raw flux output.

From a metrological perspective, the table 3 demonstrates that the MEMS source maintains an impressive level of quantitative stability. The reproducibility of emitted intensity and the low coefficient of variation observed in repeated measurements indicate that its emission process is highly consistent, even in miniaturized and fully integrated instrument. This level of repeatability, combined with a stable focal position and minimal drift over time, brings the MEMS source closer to laboratory-grade performance despite its micrometric scale. In comparison, conventional miniature X-ray tubes often require active control or recalibration to achieve similar temporal and spatial stability. The MEMS device therefore stands out not only as a technological innovation but also as a metrologically reliable radiation source suitable for precision analytical and imaging applications.

CRedit authorship contribution statement

Paweł Urbański: Writing – review & editing, Writing – original draft, Visualization, Validation, Supervision, Project administration, Methodology, Investigation, Formal analysis, Data curation, Conceptualization. **Tomasz Grzebyk:** Writing – review & editing, Validation, Supervision, Project administration, Methodology, Funding acquisition, Formal analysis, Conceptualization.

Declaration of competing interest

The authors declare that they have no known competing financial interests or personal relationships that could have appeared to influence the work reported in this paper.

Acknowledgment

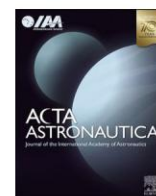
The work was financed by the project 2021/41/B/ST7/01615 of the Polish National Science Center.

Data availability

Data will be made available on request.

References

- [1] C. Gosse, et al., Development of a fluidic cell to image precipitation reactions by X-ray microscopy, in: 2017 19th International Conference on Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems (TRANSDUCERS), 2017, pp. 1734–1737, <https://doi.org/10.1109/TRANSDUCERS.2017.7994402>.
- [2] B.W. Pogue, B.C. Wilson, Optical and x-ray technology synergies enabling diagnostic and therapeutic applications in medicine, *J. Biomed. Opt.* 23 (12) (2018) 1, <https://doi.org/10.1117/1.JBO.23.12.121610>.
- [3] D. Mamchur, J. Peksa, S. Le Clainche, R. Vinuesa, Application and advances in radiographic and novel technologies used for non-intrusive object inspection, *Sensors* 22 (6) (2022) 2121, <https://doi.org/10.3390/s22062121>.
- [4] R. Hanke, T. Fuchs, N. Uhlmann, X-ray based methods for non-destructive testing and material characterization, *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. A* 591 (1) (2008) 14–18, <https://doi.org/10.1016/j.nima.2008.03.016>.
- [5] K. Lawniczak-Jablonska, J. Cutler, X-ray techniques for innovation in industry, *IUCr J* 1 (6) (2014) 604–613, <https://doi.org/10.1107/S2052252514021368>.
- [6] M. Nadrljanski, A. Campos, M. Skalski, “Cathode (x-ray tube), in: Radiopaedia.org, Radiopaedia.org, 2010, <https://doi.org/10.5334/rld-8180>.
- [7] N. Nadella and A. M. Khounsary, “X-ray tube thermal management,” A. M. Khounsary and C. A. MacDonald, Eds., 2015, p. 95900H. doi: 10.1117/12.2196264.
- [8] V.B. Neculaes, et al., Multisource inverse-geometry CT. Part II. X-ray source design and prototype, *Med. Phys.* 43 (8Part1) (2016) 4617–4627, <https://doi.org/10.1118/1.4954847>.
- [9] Q. Mei, T. Tamagawa, C. Ye, Y. Lin, S. Zurn, D.L. Polla, Planar-processed tungsten and polysilicon vacuum microelectronic devices with integral cavity sealing, *J. Vac. Sci. Technol. B: Microelectron. Nanom. Struct. Proc. Measur. Phen.* 11 (2) (1993) 493–496, <https://doi.org/10.1116/1.586848>.
- [10] C.-M. Park, M.-S. Lim, M.-K. Han, A novel in situ vacuum encapsulated lateral field emitter triode, *IEEE Electron Device Lett.* 18 (11) (1997) 538–540, <https://doi.org/10.1109/55.641438>.
- [11] C. Bower, et al., A micromachined vacuum triode using a carbon nanotube cold cathode, *IEEE Trans. Electron Devices* 49 (8) (2002) 1478–1483, <https://doi.org/10.1109/TED.2002.801247>.
- [12] P. Urbański, P. Szyszka, T. Grzebyk, CNT-PVP field electron source formed by thermo-mechanical pulling of carbon nanotubes, *Ultramicroscopy* 276 (2025) 114183, <https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2025.114183>.
- [13] P. Urbański, M. Białas, M. Krysztof, T. Grzebyk, Transmission Target for a MEMS X-Ray Source, *J. Microelectromech. Syst.* 32 (4) (2023) 398–404, <https://doi.org/10.1109/JMEMS.2023.3283536>.
- [14] T. Grzebyk, A. Górecka-Drzazga, MEMS type ionization vacuum sensor, *Sens. Actuat. A Phys.* 246 (2016) 148–155, <https://doi.org/10.1016/j.sna.2016.05.021>.
- [15] P. Urbański, P. Szyszka, M. Białas, T. Grzebyk, Point field emission electron source with a magnetically focused electron beam, *Ultramicroscopy* 258 (2024) 113911, <https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2023.113911>.
- [16] P. Urbański, T. Grzebyk, MEMS-compatible X-ray source, *J. Microelectromech. Syst.* 33 (5) (2024) 508–510, <https://doi.org/10.1109/JMEMS.2024.3426111>.
- [17] P. Urbański, T. Grzebyk, M. Krysztof, D. Nowak, Optimization of the transmission X-ray target toward obtaining monochromatic radiation, *Adv Opt. Mater.* 12 (32) (2024), <https://doi.org/10.1002/adom.202401534>.
- [18] Y. Takeichi, et al., Design and performance of a compact scanning transmission X-ray microscope at the Photon Factory, *Rev. Sci. Instrum.* 87 (2016) 1, <https://doi.org/10.1063/1.4940409>.
- [19] P.A.C. Takman, H. Stollberg, G.A. Johansson, A. Holmberg, M. Lindblom, H. Mertz, High-resolution compact X-ray microscopy, *J. Microsc.* 226 (2) (2007) 175–181, <https://doi.org/10.1111/j.1365-2818.2007.01765.x>.
- [20] K.W. Kim, et al., Compact soft x-ray transmission microscopy with sub-50 nm spatial resolution, *Phys. Med. Biol.* 51 (6) (2006) N99–N107, <https://doi.org/10.1088/0031-9155/51/6/N01>.
- [21] M. Pacheco, D. Goyal, Detection and characterization of defects in microelectronic packages and boards by means of high-resolution x-ray computed tomography (CT), in: 2011 IEEE 61st Electronic Components and Technology Conference (ECTC), IEEE, 2011, pp. 1263–1268, <https://doi.org/10.1109/ECTC.2011.5898673>.
- [22] T. Grzebyk, et al., MEMS-based vacuum analytical instruments for space exploration, in: 2024 37th International Vacuum Nanoelectronics Conference (IVNC), IEEE, 2024, pp. 1–2, <https://doi.org/10.1109/IVNC63480.2024.10652558>.
- [23] R. Jenkins, *X-Ray Fluorescence Spectrometry*, Wiley, 1999, 10.1002/9781118521014.
- [24] B. Beckhoff, Habil. B. Kanngießer, N. Langhoff, R. Wedell, H. Wolff (Eds.), *Handbook of Practical X-Ray Fluorescence Analysis*, Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 2006, <https://doi.org/10.1007/978-3-540-36722-2>.
- [25] “BOROFLOAT® 33 Datasheet.” Accessed: Oct. 24, 2025. [Online]. Available: <https://mss-p-009-delivery.stylelabs.cloud/api/public/content/c4416821835044b6be86bb6d133c1f77?v=6f247ae3&download=true>.
- [26] S. Cornaby, et al., Simultaneous XRD/XRF with low-Power X-ray Tubes, JCPDS-International Centre for Diffraction Data, 2002, pp. 34–40.
- [27] T. Trojek, D. Trojková, Uncertainty of quantitative X-ray fluorescence microanalysis of metallic artifacts caused by their curved shapes, *Materials* 16 (3) (2023) 1133, <https://doi.org/10.3390/ma16031133>.
- [28] Tomoya Arai, *Handbook of Practical X-Ray Fluorescence Analysis*, Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 2006, 10.1007/978-3-540-36722-2.
- [29] Hamamatsu, “Microfocus X-ray source L9421-02.” Accessed: Nov. 06, 2025. [Online]. Available: https://www.hamamatsu.com/content/dam/hamamatsu-photonics/sites/documents/99_SALES_LIBRARY/etd/L9421-02_TXPR1011E.pdf.
- [30] Quantifying uncertainty in nuclear analytical measurements. International Atomic Energy Agency, 2004.
- [31] Waygate Technologies, “Seifert ISOVOLT X-Ray Tube Housings.” Accessed: Nov. 06, 2025. [Online]. Available: https://dam.bakerhughes.com/m/5fba57ddfc70d6c4/original/BHFF-30241EN_ISO-VOLT-Tube-Overview.pdf.



MEMS X-ray source enables ultra-compact XRF spectrometry for in situ extraterrestrial surface analysis

Paweł Urbanski ^{*}, Piotr Szyszka

Faculty of Electronics, Photonics and Microsystems, Wrocław University of Science and Technology, 11/17 Janiszewski St., 50-372, Wrocław, Poland

ARTICLE INFO

Keywords:

MEMS
Lunar regolith
Space
XRF
X-ray source

ABSTRACT

Compact, low-power X-ray sources are critical for enabling XRF capabilities within the strict mass, volume and power budgets of small planetary landers and rovers. This work evaluates the performance of a MEMS-based X-ray source that integrates a field emission electron emitter, a transmission target, and an on-chip vacuum micro-pump, providing intense soft X-ray radiation suitable for the excitation of low-Z elements. The source was tested in laboratory conditions through the XRF analysis of four lunar regolith simulants (LHS-1D, LHS-1, LMS-1D and LSP-2). The elemental compositions retrieved from the spectra closely match the reference values supplied by the manufacturer, confirming the suitability of the MEMS device for the characterization of lunar surface materials. Owing to its reduced mass, volume and power consumption, the MEMS source offers substantial advantages over conventional X-ray tubes, particularly for resource-limited missions and applications related to in-situ resource utilization (ISRU). The increased efficiency in exciting low-energy fluorescence lines further enhances its applicability to regolith studies. The results demonstrate that MEMS X-ray sources constitute a promising technological alternative for future planetary science missions, supporting both scientific investigations and on-site resource monitoring.

1. Introduction

Analysis of the chemical composition of lunar regolith and other planetary surfaces plays a key role in scientific research and future space exploration [1,2]. Precise determination of elemental abundance allows the reconstruction of geological processes on celestial bodies, assessment of their potential resources, and understanding of surface formation mechanisms [3–5]. Moreover, understanding the chemical and mineralogical composition of lunar and Martian regolith is pivotal for future exploration and settlement. Regolith is not just loose particulate material, but a reservoir of raw materials that can be considered as useful products through In-Situ Resource Utilization (ISRU) [6]. Such a topic is pursued by major space agencies, including NASA [7] and ESA [8]. Moreover, the thick layers of regolith dust placed on the habitats can protect astronauts from radiation. Its composition and density decide how effective that shield is. XRF (X-ray fluorescence) analysis of the regolith lets us assess its properties for potential uses as construction material [9]. One of the most effective methods used in such analyses is X-ray fluorescence (XRF), which allows the detection and quantification of elements [10].

The core component of any XRF system is the X-ray source, which must provide sufficient photon flux in the desired energy range while meeting strict constraints on mass, volume, safety, and energy consumption [11,12].

Laboratory-grade XRF systems often employ X-ray sources with heated cathodes, which can achieve high flux and stable performance [16,17]. However, such thermionic sources are unsuitable for planetary missions due to their significant power consumption, bulky design, and thermal management requirements.

Historically, spaceborne XRF instruments have utilized two primary types of excitation sources: radioactive isotopes and miniature X-ray tubes [13,14]. Each of them has specific advantages and drawbacks that influence their applicability in space environments, which are summarized in Table 1 [13,14,18–25].

Radioisotope sources, such as curium-244 (*Cm-244*) used in the APXS (Alpha Particle X-ray Spectrometer) system, are compact and do not require power during operation, making them robust and reliable for long-duration missions [14]. However, they continuously emit radiation without the possibility of switching off. Consequently, this significantly rises safety and regulatory concerns [14]. Moreover, their excitation

^{*} Corresponding author.

E-mail address: pawel.urbanski@pwr.edu.pl (P. Urbanski).

<https://doi.org/10.1016/j.actaastro.2025.12.052>

Received 4 November 2025; Received in revised form 11 December 2025; Accepted 25 December 2025

Available online 2 January 2026

0094-5765/© 2026 IAA. Published by Elsevier Ltd. All rights are reserved, including those for text and data mining, AI training, and similar technologies.

Table 1
Comparison of X-ray sources for XRF.

Parameter	Miniature X-ray tube [13]	Radioactive isotopes [14]	Miniature MEMS X-ray source [15]
Power	0.01–10 W	Passive	0.001–5 W (optimally for XRF: 0.1W)
Energy	Continuous spectrum to 10–50 keV	Single emission peaks e.g., ~14 keV, ~18 keV (<i>Cm-244</i>)	Continuous spectrum to 10 keV nominally, up to 30 keV
Mass	N/A	N/A	3.7 g (MEMS structure) + 3.4 g (magnets)
Cooling	Requires	No need	No need
Security	Safe with precautions	Regulatory problems; inability to stop radiation emissions (safety limited)	Low dose (safe)
Miniaturization	Limited	Limited	Yes (MEMS, possibility to integrate with other MEMS systems)

efficiency is relatively low for light elements such as oxygen, sodium, and magnesium, since the emitted photons have high energies (~14–18 keV) [17]. Nevertheless, such radioactive elements perform well in ionizing low-atomic-number elements due to their alpha particle emission (typical energies $\alpha \approx 5.8$ MeV) [26]. These α particles induce the particle-induced X-ray emission (PIXE) phenomenon. In the case of ion interactions, unlike photon interactions, the ionization efficiency increases with increasing energy [27]. Therefore, at high energies, the PIXE phenomenon, as an ionic phenomenon, dominates the obtained signal.

Miniature X-ray tubes, like those used in the PIXL (Planetary Instrument for X-ray Lithochemistry) instrument aboard NASA's Perseverance rover [28], can deliver higher intensity and broader energy spectra, enabling more efficient excitation of mid- and high-Z elements [22]. However, their performance for low atomic number element detection is reduced due to internal filtration in the anode and window materials, and they typically require high-voltage power supplies and cooling systems, making miniaturization and integration more challenging.

To address these challenges, the development of MEMS-based (Micro-Electro-Mechanical Systems) X-ray sources offers a promising alternative. These devices enable substantial reductions in mass and power consumption while allowing for precise control of beam parameters and compatibility with monolithic integration [4,5].

The MEMS source presented here uses a field-emission CNT cathode together with a thin silicon transmission target. Field emission operates at low cathode temperatures (no thermionic heating), and the transmission target minimizes absorbed power in the bulk target material;

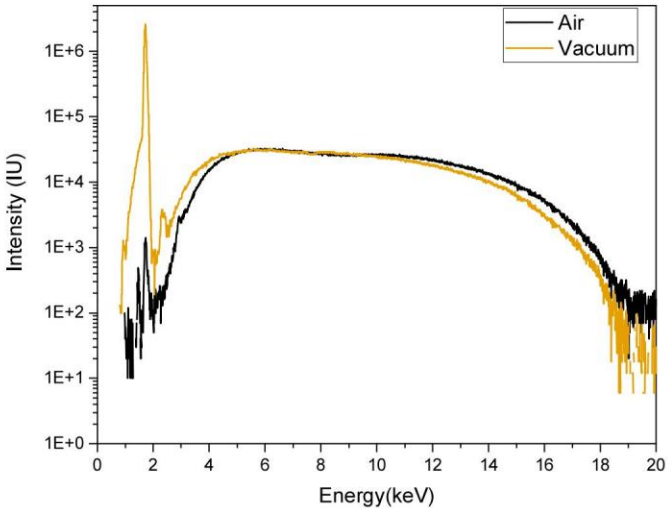


Fig. 2. Spectra of X-rays emitted by the MEMS source. Acquisition time: 30 s. Operating voltage/current: 20 kV/10 μ A.

together these effects substantially reduce the amount of waste heat that must be removed. The prototype has been tested in vacuum and demonstrated stable operation without cooling system.

This paper presents the possibilities of using a miniature MEMS X-ray source for studying the chemical composition of lunar regolith and other planetary surfaces using the XRF method [29]. Here, we analyze the potential of this technology in the context of future exploration missions,

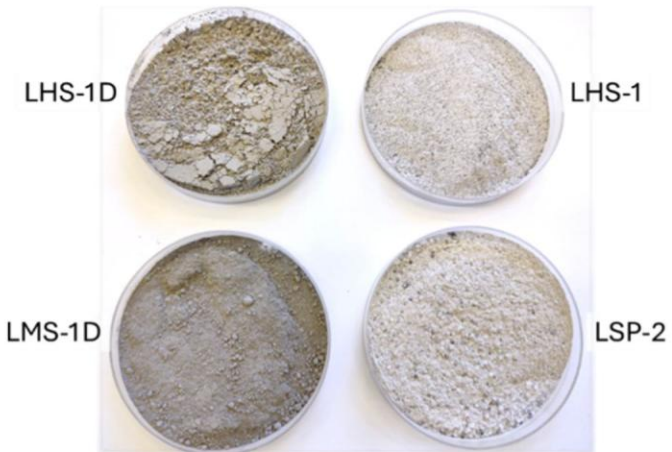


Fig. 3. Photograph of the Lunar Regolith Simulants utilized during the experiment.

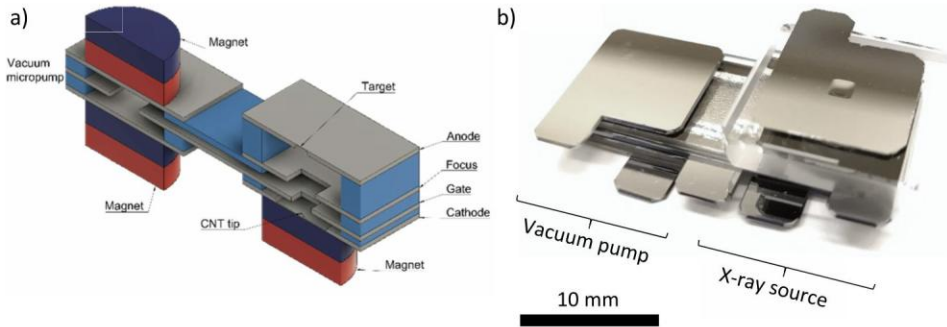


Fig. 1. MEMS X-ray source: a) scheme of the device b) photograph of silicon-glass chip. (For interpretation of the references to colour in this figure legend, the reader is referred to the Web version of this article.)

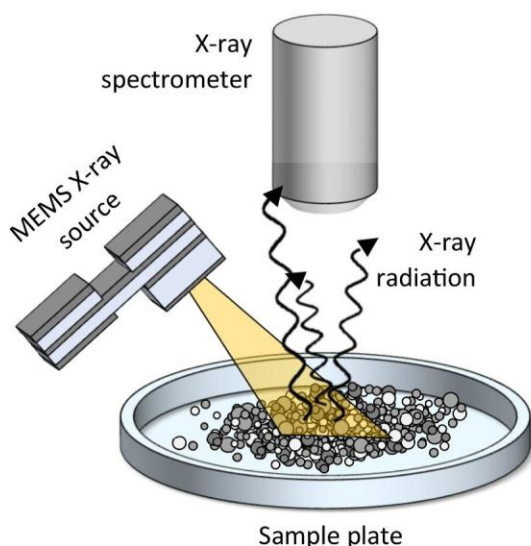


Fig. 4. Experiment scheme.

its advantages over classical X-ray generation systems in XRF analysis methods, as well as the challenges associated with its implementation in space conditions. The research results may contribute to the development of more effective methods for analyzing the surface composition of the Solar System bodies.

2. MEMS X-ray source for XRF analysis

2.1. MEMS X-ray source

The MEMS X-ray used in this work has been developed as a monolithic silicon-glass vacuum microsystem [15,30]. Its unique design, based on a miniature field emitter and a transmission X-ray target, eliminates many limitations of classic X-ray tubes and isotope sources [15,30]. It combines high radiation intensity with a compact design, low mass, and relatively low energy consumption [30]. Another important advantage is the possibility of precise control of electron beam parameters, which allows for adjusting the radiation characteristics to the requirements of the analysis of a specific sample [30].

The miniature X-ray source was made entirely of monocrystalline silicon and borosilicate glass. Its structure includes silicon electrodes, including a cathode with an electron field emitter, an extraction gate, a focusing electrode, and a target (Fig. 1a). [15,31–33]. Borosilicate glass acts as spacers that separate individual electrodes.

The electron source consists of a composite of carbon nanotubes and polyvinylidene (PVP), which was deposited on a silicon substrate using a thermomechanical method. The extraction electrode, made of silicon, with aperture, which allows for regulation of the emission current, and thus control of the intensity of the generated X-ray radiation. The focus electrode allows for electrostatic focusing of the electron beam. The target is a silicon chip with a thin membrane about 15 μm thick, on which a nanometric metallization layer can be deposited. In previous studies, various metals such as nickel, tantalum, copper, tungsten, titanium, and molybdenum were tested as transmission target materials [34,35]. Among this, a nickel and tantalum were most extensively characterized and demonstrated favorable emission efficiency and fabrication compatibility [34,35]. Here we have utilized monocrystalline target without any metallization.

To maintain a high vacuum, the X-ray source was integrated with an chip-scale ion sorption micropump which ensures the vacuum at a level of 10^{-5} Pa inside the chip. All components were anodically bonded, with the last bonding performed in a vacuum chamber under high vacuum conditions to ensure an initial pressure inside the MEMS structure

necessary to operate the on-chip ion pump. The entire structure has dimensions of $30 \times 12 \text{ mm}^2$, and the column height is 6.2 mm. The individual layers forming the MEMS structure include 400 μm -thick silicon wafers and borosilicate glass spacers ranging from 500 μm to 3.3 mm in thickness, depending on their function. These dimensions contribute to the compact form factor and low total mass of the system. The resulting closed MEMS X-ray source (Fig. 1b) was covered with a polymer layer, which protects against electrical breakdowns between electrodes.

2.2. Evaluation of the MEMS source for XRF analysis

The developed source emits intense X-ray radiation consisting of characteristic silicon peaks and bremsstrahlung radiation (Fig. 2). Due to the use of a silicon target, the MEMS source offers a high radiation intensity at low energies. In contrast to X-ray tubes, the MEMS source generates intense radiation already in the range of several hundred eV, which significantly improves the efficiency of fluorescence excitation for low atomic number element (C, N, O, Na, Mg, Al, Si). In comparison, X-ray tubes sources typically emit intense radiation primarily above 10 keV, which is inefficient for exciting low-energy fluorescence lines of elements with low atomic number, due to the reduced photoelectric interaction cross-section at higher photon energies. For instance, the photoelectric cross-section for magnesium at 1.7 keV is approximately 50 times higher than at 10 keV, and for carbon, the difference exceeds two orders of magnitude. This demonstrates the advantage of using soft X-rays for efficient excitation of fluorescence lines from elements with low atomic number.

The spectrum shown in Fig. 2 was obtained with a 30-s acquisition time under vacuum conditions. The MEMS source operated at 20 kV and 10 μA , with the excitation angle set at 45° relative to the sample surface, while detector was located directly above the sample geometry. The estimated X-ray spot size on the target was approximately 10 μm in diameter, resulting in a photon flux of $\sim 1.25 \times 10^9$ photons/s at the sample surface and a brilliance on the order of $\sim 1.6 \times 10^{11}$ photons/($\text{s} \cdot \text{mm}^2 \cdot \text{sr} \cdot 0.1\% \text{ BW}$), assuming ideal emission conditions.

Compared with conventional X-ray tubes, the our solution which utilize field-emission electron source achieves the required soft-X flux at lower total electrical power, even though the accelerating voltages are similar. It is due to lack of requirement of cathode heating and efficiently operation at lower beam currents. Only 0.1 W is sufficient for efficient work during XRF studies, producing a photon flux of approximately 1.2×10^9 photons/s above 500 eV. The source can also operate at even lower powers, such as 0.001 W, which corresponds to a flux of $\sim 1.2 \times 10^7$ photons/s. Although lower, this emission is still sufficient to detect major elements with low atomic number (e.g., Mg, Al, Si) within several minutes of integration time, particularly under vacuum conditions. Higher power levels are preferable for shorter acquisition times or for measurements in atmospheric environments, where low-energy X-rays are more strongly attenuated. This is a significant advantage in planetary missions, where energy savings are crucial. Thanks to the use of MEMS technology, the entire X-ray source can be integrated into a structure measuring a dozen of millimeters, significantly reduces the instrument's mass. Compared to classic X-ray tubes that require a large housing and cooling, the MEMS system can weigh several dozen times less and be easier to implement in space missions. Its current mass is only 3.7 g (MEMS structure) + 3.4 g (magnets).

It is possible to optimize the emission spectrum by appropriately selecting the transmission target and by controlling the electron beam, allowing the emission spectrum to the required energy ranges, which reduces the background and improves the signal-to-noise ratio.

The miniature MEMS X-ray source combines the advantages of conventional X-ray tubes and radioisotope sources while eliminating their key limitations.

(Table 1). With its compact size, low mass, and the possibility of precise adjustment of emission parameters, it is an ideal candidate for

Table 2
The summary of the parameters during experiment.

Parameter	Value/Description
Acquisition time	30 s
Incident angle (excitation)	45° relative to the sample surface
Detection angle	0°
Source-to-sample distance	5 cm
Detector-to-sample distance	5 cm
Accelerating voltage	20 kV
Emission current	10 μA
X-ray spot size at target	~10 μm diameter
Detector type	KETEK AXAS-D with Be entrance window
Estimated photon flux	~1.25 × 10 ⁹ photons/s at the sample surface
Assumed solid angle	~1 steradian (estimated from ~60° cone emission)
Bandwidth assumption	0.1 % BW (standard for brilliance estimation)
Estimated brilliance	~1.6 × 10 ¹⁹ photons/(s·mm ² ·sr·0.1 %BW), assuming ideal emission efficiency

future exploration missions, particularly in scenarios requiring compact, low-power instrumentation for in-situ geochemical analysis. While the absolute power of the MEMS source is lower than that of traditional X-ray tubes, its optimized emission in the low-energy range enhances the excitation of elements with low atomic numbers (e.g., C, Mg, Al), which are difficult to probe using conventional sources. This enables effective detection of key components of planetary regolith within a short acquisition time, especially under vacuum conditions, as demonstrated in our experiments.

3. Experiment

Analysis of the chemical composition of lunar regolith is crucial for understanding the Moon's geology and its potential resources. In this study, XRF measurements of four different lunar regolith simulants (LHS-1D, LHS-1, LMS-1D and LSP-2 (Fig. 3) developed by Space Resource Technologies, USA [36–39]), were performed under atmospheric and vacuum conditions (5e-5 hPa) achieved inside a vacuum chamber to test the capabilities of a MEMS X-ray source in such analyses. These four simulants were selected because they span the major geochemical classes of lunar materials and provide a broad range of elemental compositions relevant for XRF analysis. LHS-1 and LHS-1D represent anorthositic highlands material rich in Al, Ca and Si, enabling evaluation of low- and mid-Z fluorescence. LMS-1D simulates mare basalts enriched in Fe, Mg and Ti, allowing assessment of XRF performance for heavier elements. LSP-2 reflects a south-polar mixture with intermediate mineralogy.

This diversity makes the kit suitable for evaluating the suitability of a MEMS X-ray source over a wide dynamic range of elemental abundances. The same experimental setup was used in both atmospheric and vacuum conditions (Fig. 4), ensuring identical analysis conditions (Table 2). The X-ray fluorescence spectra were acquired using a KETEK AXAS-D spectrometer equipped with a silicon drift detector (SDD), offering an energy resolution of ≤133 eV FWHM at 5.9 keV.

4. Results

The X-ray fluorescence spectra obtained for the lunar regolith were analyzed, comparing the results obtained under atmospheric conditions (Fig. 5) and under vacuum (Fig. 6). In both cases, characteristic emission

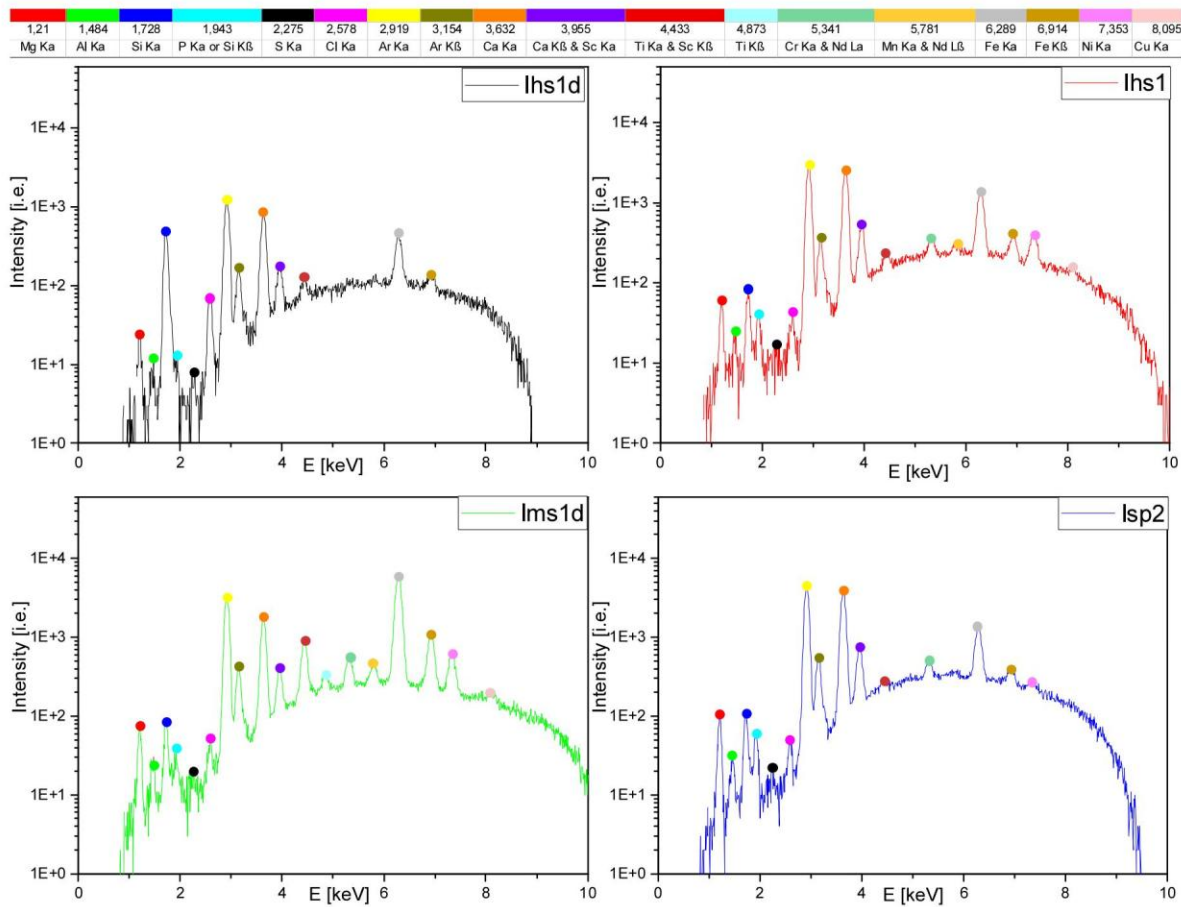


Fig. 5. XRF analysis of lunar regolith simulants in Earth's atmosphere condition.

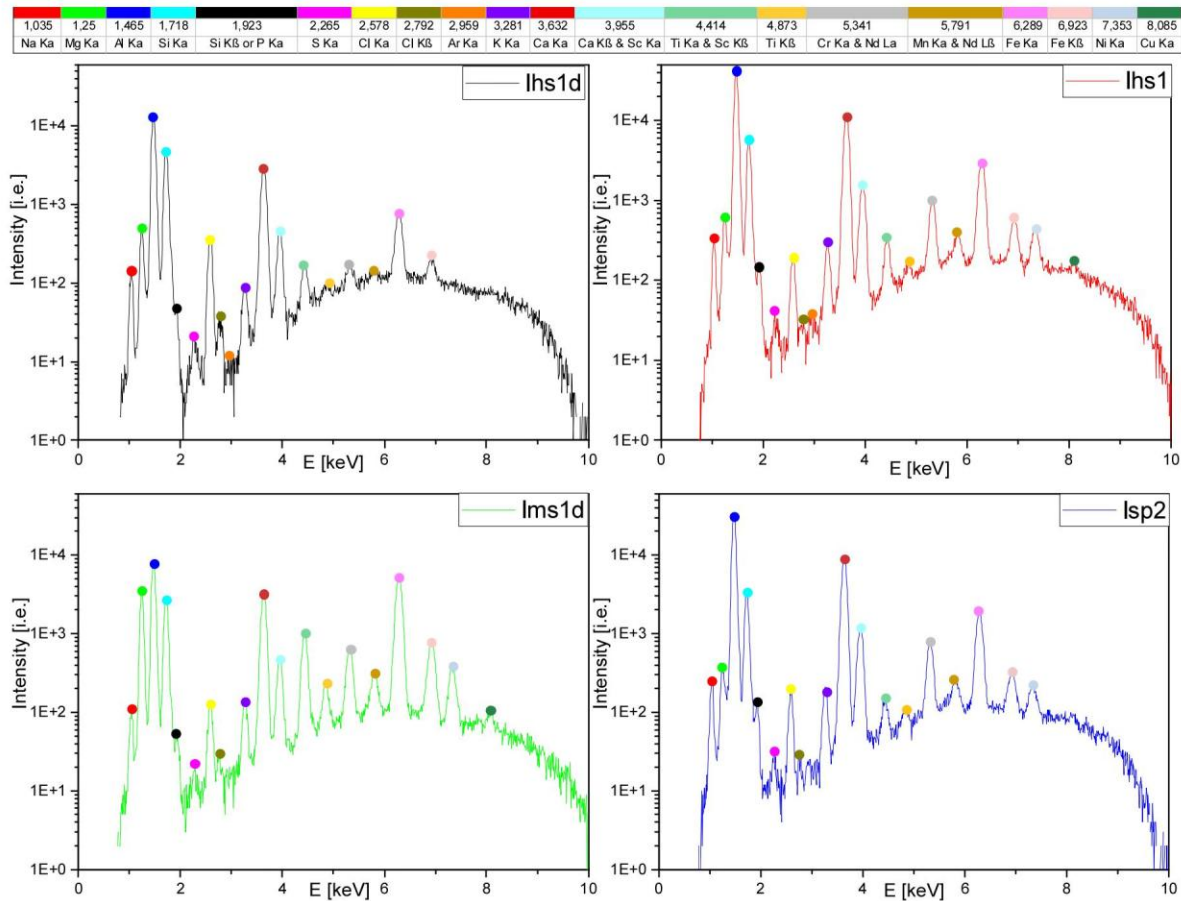


Fig. 6. XRF analysis of lunar regolith simulants under vacuum conditions.

Table 3
Summary of detected emission peaks.

Marked emission peaks/regolith	Number of counts [1]							
	Atmospheric pressure				Vacuum			
	LHS-1D	LHS-1	LMS-1D	LSP-2	LHS-1D	LHS-1	LMS-1D	LSP-2
Na K α (1035 keV)					1036	2482	853	1925
Mg K α (1,25 keV)	215	543	629	801	4147	5971	26827	4073
Al K α (1465 keV)	135	337	414	410	109146	335510	69931	272015
Si K α (1718 keV)	4500	880	945	1250	40744	51408	25407	31155
Si K β or P K α (1923 keV)	111	425	358	545	383	1349	524	1027
S K α (2265 keV)	95	248	292	283	369	686	412	564
Cl K α (2578 keV)	883	705	911	896	3605	2248	1457	1924
Cl K β (2792 keV)					432	456	379	332
Ar K α (2959 keV)	12608	31230	34467	45642	212	700		
Ar K β (3154 keV)	1908	4398	5002	6622				
K K α (3281 keV)					1147	3517	1737	2423
Ca K α (3632 keV)	9936	30926	21606	46044	33466	124734	36749	101740
Ca K β (3955 keV) and the overlapping peak Sc K α (4093 keV)	2037	6052	4675	8994	5723	19738	6228	16044
Ti K α (4453 keV) and the overlapping peak Sc K β (4414 keV)	2300	4882	13089	6352	2798	5038	12715	2477
Ti K β (4873 keV)					521	793	1326	640
Cr K α (5341 keV) and perhaps an overlapping peak Nd L α		2855	6221	3302	1534	11241	8097	9103
Mn K α (5791 keV) and perhaps an overlapping peak Nd L β		2016	4852		947	2682	1649	1634
Fe K α (6289 keV)	4810	17648	77005	14629	10174	40558	66329	23831
Fe K β (6923 keV)	438	2629	1–63	5492	1519	4994	7274	3363
Ni K α (7353 keV)		5856	9957	5243		4602	3485	1660
Cu K α (8085 keV)		884	1827			930	743	

lines of elements present in the samples were visible, but measurements in vacuum allowed obtaining a clearer and more intense signal, especially for elements with low atomic numbers such as sodium (Na), magnesium (Mg), or aluminum (Al). In the case of measurements in vacuum, 20 characteristic peaks were identified, while in air 18. Under

atmospheric conditions, part of the signal was weakened by scattering and absorption of X-rays by air molecules. Although nitrogen is more abundant in air by volume, oxygen exhibits a larger mass attenuation coefficient (μ/ρ) per unit mass in the <3 keV energy range. Nevertheless, because air contains substantially more nitrogen by mass, the linear

Table 4

Composition of lunar regolith simulants [36], [37], [38], [39] analyzed in high vacuum.

Component	Element concentration given by producer [%]			
	LHS-1D	LHS-1	LMS-1D	LSP-2
SiO ₂	51.2	51.2	47.42	47.13
TiO ₂	0.6	0.6	2.68	0.16
Al ₂ O ₃	26.6	26.6	14.02	27.96
FeO	2.7	2.7	8.74	1.24
MnO	0.1	0.1	0.18	0.02
MgO	1.6	1.6	14.91	0.71
CaO	12.8	12.8	8.26	17.50
Na ₂ O	2.9	2.9	1.72	4.02
K ₂ O	0.5	0.5	0.39	0.42
P ₂ O ₅	0.1	0.1	0.20	0.83
Cl	≥0.006	≥0.006	-	-
SO ₃	≥0.01	≥0.01	-	-
Sc	6.2 ppm	6.2 ppm	-	-
Cr	54 ppm	54 ppm	-	-
Nd	7 ppm	7 ppm	-	-
Ni	26 ppm	26 ppm	-	-
Cu	14 ppm	14 ppm	-	-

Legend:

Visible

Not visible

Uncertain

attenuation of soft X-rays in atmospheric air at STP is dominated by nitrogen; both gases, however, contribute significantly to the overall absorption. Low-energy photons are therefore strongly attenuated through interactions with gas molecules. As the photon energy increases, the photoabsorption cross-section of gas molecules decreases, allowing higher-energy photons to pass through more easily. Consequently, the attenuation is most pronounced for the fluorescence lines of elements with low atomic numbers. This explains the stronger signal observed under vacuum, which minimizes these losses and improves signal-to-noise ratio. Nevertheless, even in the atmosphere, it was possible to clearly identify the dominant elements in the simulants.

Additionally, both in vacuum and atmospheric conditions, the low-energy region of the spectrum is affected by the beryllium entrance window of the SDD detector, which significantly attenuates photons below ~1 keV. This contributes to the overall reduction in peak intensity in this region and must be accounted for when interpreting absolute fluorescence intensities.

XRF spectra were obtained for each of the four simulant samples tested, which revealed the presence of the following elements: sodium (Na), magnesium (Mg), aluminum (Al), silicon (Si), phosphorus (P), sulfur (S), chlorine (Cl), potassium (K), calcium (Ca), scandium (Sc), titanium (Ti), neodymium (Nd), iron (Fe), nickel (Ni), copper (Cu) - elements commonly found in lunar basalts and anorthosites (Table 3). Additionally, an intense argon (Ar) peak was visible in the air atmosphere and a small one under vacuum conditions, indicating the presence of its residual amounts.

The elements detected are in line with the data provided by the regolith simulants manufacturer's data sheets [36–39] (Table 4). In addition to the main components of the regolith simulants, other elements were also detected, which were declared by the manufacturer as traces (from 1 to several hundred ppm).

5. Conclusions

This work presents the application of a miniature X-ray source in MEMS technology for the analysis of the composition of lunar regolith and other planetary surfaces. Compared to traditional radiation sources, this solution offers key advantages, such as compactness, low power consumption, and the possibility of precise adjustment of emission parameters. Of particular importance is the high intensity of radiation at low energies, which increases the sensitivity of X-ray fluorescence spectroscopy (XRF) measurements and enables the effective analysis of elements with low atomic number, such as magnesium, aluminum, and silicon. The designed device is a low-power device and does not require

cooling even during prolonged operation in a vacuum.

Due to miniaturization aspect and energy efficiency, MEMS technology enables precise geochemical studies in space missions without the need for heavy and high-power systems. This solution opens new possibilities for autonomous research instruments, allowing for more comprehensive mapping of the mineral composition of planets and moons.

The study indicated that the use of a miniature MEMS X-ray source in XRF systems can enable efficient measurements, especially in low-power conditions. While direct benchmarking against traditional space-qualified sources is not possible due to the limited availability of detailed performance data from flight hardware, our results demonstrate strong low-energy fluorescence signals (e.g. for Na, Mg, Al) using a 0.1 W MEMS source — suggesting enhanced excitation efficiency in this critical spectral range.

The use of a MEMS-based X-ray source can significantly reduce the size and mass of future spaceborne XRF instruments. Conventional miniature X-ray tubes used in planetary missions typically have volumes of tens of cubic centimeters and a mass of several hundred grams, while the MEMS device demonstrated here has a volume below 1.5 cm³ and a total mass of only 7.1 g. This corresponds to a reduction in size by one order of magnitude and a reduction in mass by one to two orders of magnitude. Such miniaturization offers several advantages for rover-based instruments, including easier integration into compact payloads, reduced power consumption, simplified thermal management, and the possibility of using multiple excitation heads or scanning geometries. These improvements may substantially enhance the scientific capabilities of future lander and rover missions relying on in-situ XRF analysis. Its very low weight and compact dimensions, as well as low power requirements, make this device also ideal for small lunar and asteroid landers, CubeSat-class surface demonstrators, and lightweight analytical heads mounted on rover arms.

CRedit authorship contribution statement

Paweł Urbanski: Writing – review & editing, Writing – original draft, Visualization, Validation, Supervision, Methodology, Investigation, Formal analysis, Data curation, Conceptualization. **Piotr Szyszka:** Writing – review & editing, Visualization, Software, Resources, Methodology, Funding acquisition, Formal analysis, Conceptualization.

Declaration of competing interest

The authors declare that they have no known competing financial interests or personal relationships that could have appeared to influence the work reported in this paper.

Acknowledgements

The works were financed by National Science Centre (NCN) from projects 2021/41/B/ST7/01615 and 2023/07/X/ST7/00767.

References

- [1] S.R.M. Pirrone, J. Witchalls, J. Dillenburger, T. Patil, A. Chong Castro, K. Hadler, Lunar regolith sampling technologies: a critical review, *Space Sci. Rev.* 221 (8) (Dec. 2025) 111, <https://doi.org/10.1007/s11214-025-01239-6>.
- [2] T.A. Przylibski, M. Szczęśniewicz, K. Blustein, Potential mineral resources of the moon, *Geol. Q.* 69 (3) (Oct. 2025), <https://doi.org/10.7306/gq.1804>.
- [3] P. Zhang, et al., Overview of the lunar in situ resource utilization techniques for future lunar missions, *Space: Sci. Technol.* 3 (Jan. 2023), <https://doi.org/10.34133/space.0037>.
- [4] J.A. Berger, et al., Elemental composition and chemical evolution of geologic materials in gale crater, Mars: APXS results from bradbury landing to the vera rubin ridge, *J. Geophys. Res. Planets* 125 (12) (Dec. 2020), <https://doi.org/10.1029/2020JE006536>.
- [5] C. Yang, et al., Comprehensive mapping of lunar surface chemistry by adding Chang'e-5 samples with deep learning, *Nat. Commun.* 14 (1) (Nov. 2023) 7554, <https://doi.org/10.1038/s41467-023-43358-0>.

- [6] NASA, Using space-based resources for deep space exploration [Online]. Available: <https://www.nasa.gov/overview-in-situ-resource-utilization/>. (Accessed 3 December 2025).
- [7] NASA, In-Situ resource utilization (ISRU) overview. <https://www.nasa.gov/wp-content/uploads/2023/10/werkheiser-and-sanders-isru-tagged.pdf>.
- [8] ESA, ESA space resources strategy. https://sci.esa.int/documents/34161/35992/1567260390250-ESA_Space_Resources_Strategy.pdf.
- [9] S. Zhou, X. Zhu, C. Lu, F. Li, Synthesis and characterization of geopolymer from lunar regolith simulant based on natural volcanic scoria, *Chin. J. Aeronaut.* 35 (1) (Jan. 2022) 144–159, <https://doi.org/10.1016/j.cja.2020.06.014>.
- [10] L.A. Kunja, E. Kim, Y. Yi, J. Sohn, J. Jung, Capability of lunar regolith with hydrogenous materials as shielding material against GCR and SPE on the surface of moon studied using OLTARIS, *Adv. Space Res.* 76 (5) (Sep. 2025) 2951–2959, <https://doi.org/10.1016/j.asr.2025.06.059>.
- [11] Tomoya Arai, *Handbook of Practical X-Ray Fluorescence Analysis*, Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 2006, <https://doi.org/10.1007/978-3-540-36722-2>.
- [12] R. Jenkins, *X-Ray Fluorescence Spectrometry*, Wiley, 1999, <https://doi.org/10.1002/9781118521014>.
- [13] A. Allwood, et al., Texture-specific elemental analysis of rocks and soils with PIXL: the planetary instrument for X-ray lithochemistry on Mars 2020, in: 2015 IEEE Aerospace Conference, IEEE, Mar. 2015, pp. 1–13, <https://doi.org/10.1109/AERO.2015.7119099>.
- [14] J.L. Campbell, et al., A fundamental parameters approach to calibration of the Mars exploration rover alpha particle x-ray spectrometer, *J. Geophys. Res. Planets* 114 (E4) (Apr. 2009), <https://doi.org/10.1029/2008JE003272>.
- [15] P. Urbanski, T. Grzebyk, MEMS-compatible X-Ray source, *J. Microelectromech. Syst.* 33 (5) (Oct. 2024) 508–510, <https://doi.org/10.1109/JMEMS.2024.3426111>.
- [16] R. Jenkins, *Quantitative X-Ray Spectrometry*, CRC Press, 1995, <https://doi.org/10.1201/9781482273380>.
- [17] R. van Grieken, Andrzej Markowicz, *Handbook of X-ray Spectrometry*, Marcel Dekker, 2002.
- [18] M. Naito, et al., Future lunar mission active X-ray spectrometer development: surface roughness and geometry studies, *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res.* 788 (Jul. 2015) 182–187, <https://doi.org/10.1016/j.nima.2015.03.083>.
- [19] P. Toulmin, B.C. Clark, A.K. Baird, K. Keil, H.J. Rose, Preliminary results from the viking X-ray fluorescence experiment: the first sample from chryse planitia, *Mars, Science* (1979) 194 (4260) (Oct. 1976) 81–84, <https://doi.org/10.1126/science.194.4260.81>.
- [20] T.E. Economou, Application of radioactive sources in analytical instruments for planetary exploration, *Appl. Radiat. Isot.* 68 (4–5) (Apr. 2010) 542–545, <https://doi.org/10.1016/j.apradiso.2009.09.011>.
- [21] P. Toulmin, A.K. Baird, B.C. Clark, K. Keil, H.J. Rose, Inorganic chemical investigation by x-ray fluorescence analysis: the viking Mars lander, *Icarus* 20 (2) (Oct. 1973) 153–178, [https://doi.org/10.1016/0019-1035\(73\)90048-1](https://doi.org/10.1016/0019-1035(73)90048-1).
- [22] A.C. Allwood, et al., PIXL: planetary instrument for X-Ray lithochemistry, *Space Sci. Rev.* 216 (8) (Dec. 2020) 134, <https://doi.org/10.1007/s11214-020-00767-7>.
- [23] I. Adler, et al., Apollo 16 geochemical X-ray fluorescence experiment: preliminary report, *Science* (1979) 177 (4045) (Jul. 1972) 256–259, <https://doi.org/10.1126/science.177.4045.256>.
- [24] I. Adler, R. Schmadebeck, J.I. Trombka, P. Gorenstein, P. Bjorkholm, The apollo 15 and 16 X-ray fluorescent experiment, *Space Sci. Instrum.* 1 (1975) 305–316.
- [25] I. Adler, et al., Apollo 15 geochemical X-Ray fluorescence experiment: preliminary report, *Science* (1979) 175 (4020) (Jan. 1972) 436–440, <https://doi.org/10.1126/science.175.4020.436>.
- [26] U.S. DEPARTMENT OF HEALTH AND HUMAN SERVICES Public Health Service Agency for Toxic Substances and Disease Registry, *TOXICOLOGICAL PROFILE FOR IONIZING RADIATION*, 1999.
- [27] K. Ishii, PIXE and its applications to elemental analysis, *Quantum Beam Science* 3 (2) (Jun. 2019) 12, <https://doi.org/10.3390/qbs3020012>.
- [28] A.C. Allwood, et al., *The PIXL Instrument on the Mars 2020 Perseverance Rover*, Mar. 2021.
- [29] Y. Maruyama, K. Ogawa, T. Okada, M. Kato, Laboratory experiments of particle size effect in X-ray fluorescence and implications to remote X-ray spectrometry of lunar regolith surface, *Earth Planets Space* 60 (4) (Apr. 2008) 293–297, <https://doi.org/10.1186/BF03352794>.
- [30] P. Urbanski, T. Grzebyk, X-rays on a chip: characterization of a monolithically integrated MEMS X-ray source, *Measurement* 259 (Feb. 2026) 119722, <https://doi.org/10.1016/j.measurement.2025.119722>.
- [31] M. Krysztof, P. Urbanski, T. Grzebyk, M. Hausladen, R. Schreiner, MEMS X-Ray source: Electron emitter development, in: 2022 21st International Conference on Micro and Nanotechnology for Power Generation and Energy Conversion Applications (PowerMEMS), IEEE, Dec. 2022, pp. 248–251, <https://doi.org/10.1109/PowerMEMS56853.2022.10007563>.
- [32] P. Urbanski, T. Grzebyk, A fully chip-scale integrated X-Ray source, in: 2024 37th International Vacuum Nanoelectronics Conference (IVNC), IEEE, Jul. 2024, pp. 1–2, <https://doi.org/10.1109/IVNC63480.2024.10652569>.
- [33] P. Urbanski, P. Szyszka, M. Bialas, T. Grzebyk, Point field emission electron source with a magnetically focused electron beam, *Ultramicroscopy* 258 (Apr. 2024) 113911, <https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2023.113911>.
- [34] P. Urbanski, M. Bialas, M. Krysztof, T. Grzebyk, Transmission target for a MEMS X-Ray source, *J. Microelectromech. Syst.* 32 (4) (Aug. 2023) 398–404, <https://doi.org/10.1109/JMEMS.2023.3283536>.
- [35] P. Urbanski, T. Grzebyk, M. Krysztof, D. Nowak, Optimization of the transmission x-ray target toward obtaining monochromatic radiation, *Adv. Opt. Mater.* 12 (32) (Nov. 2024), <https://doi.org/10.1002/adom.202401534>.
- [36] LHS-1D dust simulant | fact sheet. <https://cdn.shopify.com/s/files/1/0398/9268/0862/files/lhs-1d-spec-sheet-December2022.pdf>.
- [37] LHS-1 lunar highlands simulant | fact sheet. <https://cdn.shopify.com/s/files/1/0398/9268/0862/files/lhs-1-spec-sheet-Dec2022.pptx.pdf?v=1688051876>.
- [38] LMS-1D dust simulant | fact sheet. <https://cdn.shopify.com/s/files/1/0398/9268/0862/files/lms-1D-spec-sheet-Dec2023.pptx.pdf?v=1703001782>.
- [39] LSP-2 lunar south pole simulant | fact sheet. <https://cdn.shopify.com/s/files/1/0398/9268/0862/files/lsp-2-spec-sheet-Dec2023.pptx.pdf?v=1703001782>.

Sposób mechaniczno-termicznego formowania na podłożu form przestrzennych z nanorurek węglowych

Przedmiotem wynalazku jest sposób mechaniczno-termicznego formowania na podłożach form przestrzennych z nanorurek węglowych znajdujący zastosowanie w mikrosystemach MEMS, w szczególności do produkcji polowych emiterów elektronów.

Z literatury przedmiotu znane są sposoby manipulowania pojedynczymi nanorurkami węglowymi jak i formowania ich skupisk, z których najpopularniejsze to metoda elektrostatyczna, metoda mechaniczna i metoda elektromagnetyczna. W metodzie elektrostatycznej i elektromagnetycznej następuje sfunkcjonalizowanie nanorurek, aby umożliwić kontrolę nad procesem ich formowania.

Metoda elektrostatyczna manipulowania nanorurkami węglowymi operuje nanorurkami w postaci roztworu lub zawiesiny w odpowiednich rozpuszczalnikach. Ideą tej metody jest generowanie pola elektrostatycznego poprzez odpowiednio spolaryzowane elektrody umieszczone w roztworze z nanorurkami lub w pewnej odległości od roztworu. Naładowane lub sfunkcjonalizowane nanorurki reagują na to pole elektrostatyczne, co powoduje ich orientację wzdłuż linii sił pola elektrycznego i ruch do elektrody. Wykorzystanie tej metody zostało ujawnione w publikacji A. Nizametdinov, S. Vasin, V. Sergeev and M. Efimov, "Installation and modes of production of polymer fibers with carbon nanotubes by electrospinning," 2021 International Conference on Information Technology and Nanotechnology (ITNT), Samara, Russian Federation, 2021, str. 1-4 i ma zastosowanie do przędzenia włókien z mieszaniny polimeru i nanorurek węglowych.

W metodzie mechanicznej nanorurki węglowe są zazwyczaj w postaci suchego proszku osadzonego na powierzchni substratu lub znajdują się w roztworze. Metoda ta polega na mechanicznym manipulowaniu nanorurkami za pomocą specjalistycznych narzędzi, takich jak mikroskop AFM lub SEM, czy też mikroigły. Te narzędzia pozwalają na przenoszenie, wydłużanie lub układanie nanorurek w pożądany sposób. Taki rodzaj manipulacji nanorurkami węglowymi przedstawiono w artykule Lixin Dong, F. Arai and T. Fukuda, "3D nanorobotic manipulations of multi-walled carbon

nanotubes," Proceedings 2001 ICRA. IEEE International Conference on Robotics and Automation (Cat. No.01CH37164), 2001, str. 632-637.

Przy metodzie elektromagnetycznej manipulacji nanorurkami, nanorurki muszą być odpowiednio sfunkcjonalizowane lub zawierać odpowiednie nanocząstki magnetyczne, aby reagować na pole elektromagnetyczne. W metodzie tej nanorurki są ekspozowane na pole elektromagnetyczne, co powoduje ich przemieszczanie się lub orientację w kierunku pola magnetycznego. W artykule C. Coleman et al., "Bottom-Up Nanointegration Technique for Novel Functionalized Carbon Nanotube and Multi-layer Graphene Device Fabrication," 2018 IEEE International Conference on Manipulation, Manufacturing and Measurement on the Nanoscale (3M-NANO), Hangzhou, China, 2018, pp. 177-180, doi: 10.1109/3M-NANO.2018.8552242 przedstawiono sposób manipulacji sfunkcjonalizowanymi nanorurkami węglowymi za pomocą nanosond elektromagnetycznych.

Celem według wynalazku jest nowy sposób formowania form przestrzennych z nanorurek węglowych.

Sposób mechaniczno-termicznego formowania na podłożu form przestrzennych z nanorurek węglowych, w którym używa się roztworu zawierającego nanorurki węglowe i w którym pojedynczą formę z nanorurek węglowych kształtuje się przy użyciu mikroigły, **według wynalazku charakteryzuje się tym**, iż na mikroigłę nabiera się roztwór z nanorurkami węglowymi, który ma postać hydrożelu, w którym jako substancję żelującą stosuje się polimer, który pod wpływem temperatury tworzy gęsto usieciowiony duromer, kolejno nabrany na mikroigłę roztwór z nanorurkami węglowymi przytyka się do gorącego podłoża tak, aby wytwarzany kompozyt nanorurek węglowych i polimeru do niego przywarł, po czym zaraz po dotknięciu do gorącego podłoża mikroigłę od podłoża odsuwa się z prędkością, przy której następuje usieciowienie w formie szpicowatych struktur, ciągnionego od podłoża mikroigłą, kompozytu z nanorurek węglowych z polimerem, przy czym po osiągnięciu pożądanej smukłości oraz długości utworzonej na podłożu szpicy z kompozytu duromeru oraz nanorurek, dynamicznym wycofaniem mikroigły zrywa się połączenie przywartej do podłoża szpicy z resztą pozostałego na mikroigle roztworu.

Rozwiązanie według wynalazku pozwala na wytwarzanie na podłożach pionowych, smukłych, twardych i nierozpuszczalnych w wodzie wyciągniętych od podłoża szpic (ostrzy). Sposobem według wynalazku można wykonywać szpice na

różnych podłożach, na przykład na podłożach krzemowych, co pozwala na ich zastosowanie w mikrosystemach MEMS. Rozwiązanie według wynalazku umożliwia szybkie i ekonomiczne w porównaniu ze znanymi metodami wytwarzanie szpic (ostrzy) z nanorurek węglowych, w szczególności do produkcji polowych emiterów elektronów. Temperatura potrzebna do procesu formowania metodą termiczno-mechaniczną jest zależna od temperatury usieciowienia materiału żelującego. W wypadku PVP musi być ona wyższa niż 100°C. Dotknięcie rozgrzanej powierzchni podłoża poprzez mikroigłę z nabrany roztworem z nanorurkami węglowymi powinno nastąpić tak szybko, aby usieciowienie polimeru nie zaszło jeszcze przed dotknięciem podłoża, tak aby kompozyt nanorurek z polimerem mógł przykleić się do podłoża. Prędkość odsuwania mikroigły od rozgrzanego podłoża po przywarciu do niego kompozytu z nanorurkami zależna jest od gradientu temperatur w osi pionowej do podłoża. Prędkość ta powinna zmniejszać się wraz z odsuwaniem się ostrego elementu z hydrożelem nanorurek od podłoża. Prędkość ta powinna być tak dostosowana, aby usieciowienie zachodziło stopniowo wraz z odsuwaniem się ostrego elementu od podłoża, tworząc smukłe i twarde ostrze z kompozytu nanorurek węglowych i duromeru.

Przedmiot wynalazku został bliżej objaśniony w oparciu o rysunek, na którym fig. 1 przedstawia etapy formowania nanorurek w szpicowate formy przestrzenne.

Sposób mechaniczno-termicznego formowania na podłożu form przestrzennych z nanorurek węglowych w przykładzie realizacji według wynalazku polega na tym, że na mikroigłę nabiera się roztwór z nanorurkami węglowymi, który ma postać hydrożelu, w którym jako substancję żelującą stosuje się polimer, który pod wpływem temperatury tworzy gęsto usieciowiony duromer. W przedmiotowym przykładzie wykorzystano gotowy hydrożel o nazwie handlowej TUBALL BATT o składzie wyrażonym w procentach wagowych 0,4% wag. SWCNT, 0,8% wag. PVP i 98,8% H₂O wag., niemniej w rozwiązaniu według wynalazku można zastosować dowolny hydrożel z substancją żelującą, która ulega usieciowieniu pod wpływem podwyższonej temperatury tworząc duromer. Hydrożel z substancją żelującą, może być wytworzony w ten sposób, iż poliwinylpirolidon w formie proszku rozpuszcza się w rozpuszczalniku, na przykład w wodzie. Następnie do powyższego roztworu dodawane są nanorurki węglowe i całość jest mieszana do momentu uzyskania jednolitej mieszaniny. PVP stanowi substancję żelującą tworzącą trójwymiarową sieć utrzymującą wodę. Stosunek procentowy masy substancji żelującej w wypadku PVP, do reszty masy składników

może wahać się w zakresie około 0,5-10%. Nanorurki węglowe dodaje się zazwyczaj w ilościach od 0,1% do 5% masy, w zależności od pożądanej właściwości hydrożelu i zamierzonego zastosowania. Precyzyjne proporcje będą zależały od konkretnego procesu produkcyjnego oraz oczekiwanych parametrów końcowego produktu.

Wielkość mikroigły może być różna, zależnie od tego jaka struktura ma być formatowana. W niniejszym przykładzie użyto mikroigły 0,1 mm, niemniej przy formowaniu ostrzy do emiterów polowych mikroigłą można zastosować mikroigłę cieńszą aniżeli 0,1 mm. Ilość nabieranego hydrożelu zależna jest od struktury, którą zamierzamy formować, w wypadku szpicy (ostrzy) do emiterów polowych jest to około 1µl. Kolejno, nabrany na mikroigłę roztwór z nanorurkami węglowymi przytyka się do gorącego podłoża tak, aby wytwarzany kompozyt nanorurek węglowych i polimeru do niego przywarł, po czym zaraz po dotknięciu do gorącego podłoża mikroigłę od podłoża odsuwa się z prędkością, przy której następuje usieciowienie w formie szpicowatych struktur, ciągniętego od podłoża mikroigłą, kompozytu z nanorurek węglowych z polimerem. W wypadku zastosowanego hydrożelu z PVP temperatura podłoża krzemowego, na którym formowane było ostrze do emitery polowego, wynosiła 200°C. W wypadku zastosowania hydrożelu z inną substancją żelującą temperatura ta musiałaby być inna, tak aby zapewnić sieciowanie tego innego polimeru. Po osiągnięciu pożądanej smukłości oraz długości utworzonej na podłożu szpicy z kompozytu duromeru oraz nanorurek, dynamicznym wycofaniem mikroigły zrywa się połączenie przywartej do podłoża szpicy z resztą pozostałego na mikroigle roztworu. Igłę w czasie kształtowania szpicy odsuwano z prędkością 10mm/s. Samo, skutkujące przywarcie, dotknięcie rozgrzanego podłoża przez igłę z hydrożelem powinno być stosunkowo krótkie, tak aby całość materiału nie uległa od razu usieciowieniu, czas ten jest zależny od polimeru (substancji żelującej), dla PVP w niniejszym przykładzie wynosił on 0,5 sekundy. W przedmiotowym przykładzie realizacji na podłożu krzemowym uzyskano ostrza o długości 5mm plus/minus 15% i grubości na końcu 1µm. **Formowanie szpicowanych struktur może odbywać się ręcznie lub w sposób zautomatyzowany.**

Objaśnienie rysunku:

- a) zbliżenie mikroigły 2 z hydrożelem nanorurek 3a do rozgrzanego podłoża 1, aż do jego dotknięcia dostatecznie szybko, aby polimer nie uległ usieciowieniu jeszcze przed dotknięciem podłoża;
- b) odsuwanie mikroigły 2 z hydrożelem, który jeszcze nie został usieciowiony, po

czasie umożliwiającym usieciowane części z przyłożonego roztworu nanorurek 3b i w efekcie przyklejenie się ich do podłoża;

c) dalsze odsuwanie mikroigły 2 z częścią roztworu, która jeszcze nie została usieciowiona z prędkością zapewniającą niezerwanie kontaktu między nieusieciowionym roztworem i usieciowionym kompozytem nanorurek węglowych i duromeru tworzącym smukłe ostrze 3c;

d) po osiągnięciu pożądanej smukłości oraz długości twardego ostrza 3d z kompozytu duromeru oraz nanorurek, nagłe odsunięcie od niego mikroigły 2 z resztą pozostałego na nim hydrożelu, aby przerwać połączenie między nimi.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób mechaniczno-termicznego formowania na podłożu form przestrzennych z nanorurek węglowych, w którym używa się roztworu zawierającego nanorurki węglowe i w którym pojedynczą formę z nanorurek węglowych kształtuje się przy użyciu mikroigły, **znamienny tym**, że na mikroigłę nabiera się roztwór z nanorurkami węglowymi, który ma postać hydrożelu, w którym jako substancję żelującą stosuje się polimer, który pod wpływem temperatury tworzy gęsto usieciowiony duromer, kolejno nabrany na mikroigłę roztwór z nanorurkami węglowymi przytyka się do gorącego podłoża tak, aby wytwarzany kompozyt nanorurek węglowych i polimeru do niego przywarł, po czym zaraz po dotknięciu do gorącego podłoża mikroigłę od podłoża odsuwa się z prędkością, przy której następuje usieciowienie w formie szpicowatych struktur, ciągniętego od podłoża mikroigłą, kompozytu z nanorurek węglowych z polimerem, przy czym po osiągnięciu pożądanej smukłości oraz długości utworzonej na podłożu szpicy z kompozytu duromeru oraz nanorurek, dynamicznym wycofaniem mikroigły zrywa się połączenie przywartej do podłoża szpicy z resztą pozostałego na mikroigle roztworu.

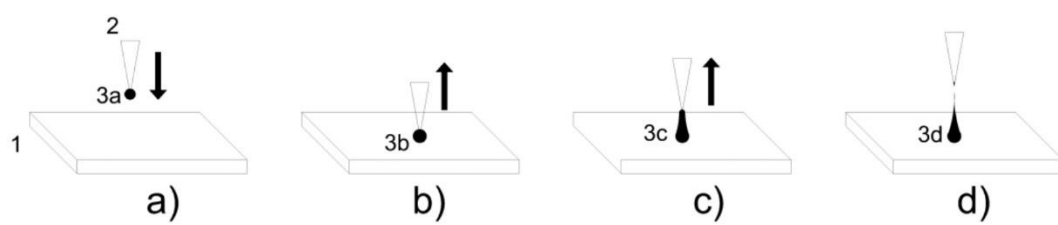


Fig. 1

Skrót opisu

Sposób mechaniczno-termicznego formowania na podłożu form przestrzennych z nanorurek węglowych, znajdujący zastosowanie w mikrosystemach MEMS, w szczególności do produkcji polowych emiterów elektronów, w którym używa się roztworu zawierającego nanorurki węglowe i w którym pojedynczą formę z nanorurek węglowych kształtuje się przy użyciu mikroigły, **charakteryzuje się tym**, że na mikroigłę nabiera się roztwór z nanorurkami węglowymi, który ma postać hydrożelu, w którym jako substancję żelującą stosuje się polimer, który pod wpływem temperatury tworzy gęsto usieciowiony duomer, kolejno nabrany na mikroigłę roztwór z nanorurkami węglowymi przytyka się do gorącego podłoża tak, aby wytwarzany kompozyt nanorurek węglowych i polimeru do niego przywarł, po czym zaraz po dotknięciu do gorącego podłoża mikroigłę od podłoża odsuwa się z prędkością, przy której następuje usieciowienie w formie szpicowatych struktur, ciągnionego od podłoża mikroigłą, kompozytu z nanorurek węglowych z polimerem, przy czym po osiągnięciu pożądanego smukłości oraz długości utworzonej na podłożu szpicy z kompozytu duomeru oraz nanorurek, dynamicznym wycofaniem mikroigły zrywa się połączenie przywartej do podłoża szpicy z resztą pozostałego na mikroigle roztworu.

(Fig. 1)

(jedno zastrzeżenie)

Skaningowe miniaturowe źródło promieniowania rentgenowskiego wykonane w technologii MEMS

Przedmiotem wynalazku jest skaningowe miniaturowe źródło promieniowania rentgenowskiego zrealizowane w technologii MEMS, wyposażone w układ elektrod odchylających wiązkę elektronów, umożliwiające kierowanie jej na wybrane obszary powierzchni targetu transmisyjnego. Rozwiązanie to pozwala na generację promieniowania rentgenowskiego z różnych punktów targetu, co w rezultacie umożliwia prześwietlanie małych, nieruchomych obiektów, umieszczonych na lub ponad targetem, z wielu stron i dzięki temu uzyskiwanie ich trójwymiarowych reprezentacji.

Miniaturowe źródło rentgenowskie MEMS jest zaawansowanym urządzeniem, które integruje wszystkie elementy na jednym chipie krzemowo-szklanym, generując promieniowanie rentgenowskie dzięki swojej budowie. Miniaturowe źródło rentgenowskie ma potencjalne zastosowanie w diagnostyce medycznej, analizie materiałów oraz w technologii inspekcji przemysłowej.

Z literatury przedmiotu znane są rozwiązania miniaturowych źródeł rentgenowskich w tym źródła wykonanego w technologii MEMS. W artykule P. Urbański i T. Grzebyk, *'MEMS-Compatible X-Ray Source'*, Journal of Microelectromechanical Systems, vol. 33, no. 5, pp. 508-510, 2024, przedstawiono rozwiązanie, w którym technologia MEMS została wykorzystana do integracji miniaturowego źródła rentgenowskiego w jednym układzie z mikropompą próżniową, co pozwala na zapewnienie stabilnej wysokiej próżni wewnątrz urządzenia.

Znane są ze stanu techniki rozwiązania dotyczące metod i systemów oświetlania obiektów za pomocą promieniowania rentgenowskiego.

W dokumencie patentowym PL 227227B1 opisano miniaturowe źródło promieniowania rentgenowskiego typu MEMS, wykonane technikami

mikroinżynieryjnymi z wykorzystaniem bondingu anodowego, wykorzystującą mikropompę charakteryzuje się tym, że ma próżnioszczelne komory: mikrokomorę źródła oraz połączoną z nią mikropompę, przy czym mikrokomora źródła zbudowana jest z ułożonych naprzemiennie elektrod i dystansowników, stanowiących jednocześnie jej obudowę: kolejno z katody (A), stanowiącej podstawę dolną, pierwszego dystansownika (B), elektrody ekstrakcyjnej (C), drugiego dystansownika (D), elektrody sterującej (E), trzeciego dystansownika (F) i anody (G), stanowiącej podstawę górną, z czego, poza skrajnymi elektrodami, elementy te posiadają współśrodkowe, przelotowe otwory, natomiast elektroda ekstrakcyjna (C) i drugi dystansownik (D) są wspólne dla mikrokomory źródła i mikropompy, w drugim dystansowniku (D) wykonany jest zaś kanał łączący mikropompę z mikrokomorą źródła.

Z dokumentu patentowego PL 238735B1 znany jest aparat do spektroskopii fotoelektronów twardego promieniowania rentgenowskiego zawiera źródło promieniowania rentgenowskiego, analizator, manipulator próbki, komorę do analizy i próżniowe systemy usuwające, przy czym w trójwymiarowej przestrzeni wyznaczonej przez prostokątny układ osi współrzędnych (XYZ) próbka w kształcie płytki jest rozmieszczona tak, aby mogła być obracana wokół osi (Z) za pomocą wymienionego manipulatora (2) próbki, przy czym źródło promieniowania rentgenowskiego zawiera działło elektronowe (3b), która przyspiesza i ogniskuje elektrony, tarcza, która jest napromieniowywana elektronami przyspieszonymi i ogniskowanymi przez działło elektronowe, aby generować promieniowanie rentgenowskie, zespół kryształu monochromatorowego, przy czym zespół kryształu monochromatorowego spełnia warunek Bragga dyfrakcji rentgenowskiej w płaszczyźnie (X-Y), aby załamywać/odbijać i monochmatyzować promieniowanie rentgenowskie wygenerowane w wymienionym obiekcie i ekstrahować jedynie charakterystyczne promienie rentgenowskie, a z drugiej strony pozycja napromieniowywania wiązką elektronów na środku tarczy środka zespołu kryształu monochromatorowego próbki jest rozmieszczona na okręgu Rowlanda, aby minimalizować aberrację ogniskowania na próbce, zespół kryształu monochromatorowego znajduje się na okręgu o promieniu dwa razy większym od

promienia okręgu Rowlanda w płaszczyźnie (X-Y) korzystnie pozycja napromieniowywania wiązką elektronów na wymienionej tarczy i środek próbki znajdują się na każdym z dwóch ognisk elipsy stykającej się z wymienionym okręgiem Rowlanda w środku zespołu kryształu monochromatorowego, wymieniony zespół kryształu monochromatorowego ma toroidalną powierzchnię w kierunku osi Z uzyskaną przez obrót wymienionej elipsy stykającej się z wymienionym okręgiem Rowlanda wokół linii prostej łączącej pozycję napromieniowywania wiązką elektronów na wymienionej tarczy i środek próbki, i zbiornik próżniowy do instalacji tych komponentów, przy czym zespół kryształu monochromatorowego stosowany do monochromatyzacji z dyfrakcją i odbiciem wymienionego źródła promieniowania rentgenowskiego znajduje się w okręgu Rowlanda wraz z wymienioną tarczą i wymienioną próbką, spełniając taki warunek, że rozproszona wiązka promieniowania rentgenowskiego koncentruje się na powierzchni próbki przy minimalnej aberracji, przy czym okrąg Rowlanda jest umieszczony ortogonalnie do powierzchni próbki, przy czym oś optyczna wymienionego analizatora jest umieszczona prostopadle (w kierunku osi X) do kierunku padania (w kierunku osi Y) promieniowania rentgenowskiego lub w zakresie kąta ± 36 stopni w płaszczyźnie (X-Y) i w zakresie kąta ± 49 stopni w płaszczyźnie (X-Z), przy czym próbka jest umieszczona tak, że wymienione promieniowanie rentgenowskie załamane i odbite przez powierzchnię odbicia znajduje się w pozycjach ogniskowania na powierzchni wymienionej próbki i ukośnie pada na powierzchnię wymienionej próbki tak, że plamka wymienionego promieniowania rentgenowskiego podłużnie rozciąga się wzdłuż linii zasadniczo równoległe do osi (Y) (zasadniczo prostopadle do osi X), i przy czym otwór szczeliny zapewnionej przy wejściu wymienionego analizatora jest rozmieszczony równoległe do kierunku, w którym wymieniona plamka promieniowania rentgenowskiego podłużnie rozciąga się na powierzchni próbki.

W dokumencie patentowym PL 231530B1 znany jest generator rentgenowski o regulowanej kolimacji. Generator ten zawiera: zespół źródła rentgenowskiego (200), zawierający lampę rentgenowską mającą katodę i anodę oraz przedni kolimator; generator wysokiego napięcia, umieszczony w wydłużonej

komorze obudowy lampy rentgenowskiej i używany do dostarczania prądu stałego wysokiego napięcia między katodę i anodę lampy rentgenowskiej, w celu wzbudzenia promieniowania rentgenowskiego; jednostkę regulacji kolimacyjnej, umieszczoną obrotowo na zewnątrz przedniego kolimatora, używaną do przekształcania wachlarzowatych wiązek rentgenowskich w ciągłe rentgenowskie wiązki ołówkowe; oraz jednostkę chłodzącą, zamontowaną niezależnie przy lampie rentgenowskiej i używaną do chłodzenia anody lampy rentgenowskiej; przy czym zespół źródła rentgenowskiego, generator wysokiego napięcia, jednostka regulacji kolimacyjnej i jednostka chłodząca są zintegrowane jako całość. Generator rentgenowski o regulowanej kolimacji ma zwartą budowę, co jest pomocne w miniaturyzacji, modularyzacji i zapewnia wysoką wydajność urządzeń detekcyjnych związanych z bezpieczeństwem.

Z kolei z amerykańskiego dokumentu patentowego US6959868B2 znane są metody i systemy oświetlania obiektów za pomocą płaskich wiązek oświetlenia laserowego o zasadniczo płaskich charakterystykach rozkładu przestrzennego, rozciągających się na całe pole widzenia (FOV) modułów tworzenia i wykrywania obrazu stosowanych w takich systemach. Każda wiązka planarnego oświetlenia laserowego wytwarzana jest z matrycy planarnych wiązek oświetlenia laserowego (PLIA) składającej się z kilku modułów planarnego oświetlenia laserowego (PLIM). Każdy PLIM składa się z widocznej diody laserowej (VLD), soczewki skupiającej i umieszczonego między nimi cylindrycznego elementu optycznego. Poszczególne płaskie elementy wiązki oświetlenia laserowego wytworzone z każdego PLIM są łączone optycznie w celu wytworzenia złożonej, zasadniczo płaskiej wiązki oświetlenia laserowego o zasadniczo jednolitych charakterystykach gęstości mocy w całym swoim zakresie przestrzennym, a tym samym w zakresie roboczym systemu. Najlepiej, aby każda składowa wiązki oświetlenia laserowego była skupiana tak, aby minimalna szerokość wiązki występowała w punkcie lub płaszczyźnie, która jest najdalszą lub maksymalną odległością od obiektu, w jakiej system jest zaprojektowany do pozyskiwania obrazów, kompensując w ten sposób zmniejszenie gęstości mocy padającej wiązki oświetlenia laserowego, wynikające z faktu, że szerokość wiązki oświetlenia

laserowego zwiększa się wraz ze wzrostem odległości obiektu od optyki obrazującej.

Dzięki niniejszemu wynalazkowi możliwe jest stosowanie zarówno detektorów VLD, jak i szybkich detektorów obrazu typu CCD w zastosowaniach związanych ze skanowaniem przenośnikowym, ręcznym i podręcznym, korzystając z zalet i korzyści każdej z tych technologii, a jednocześnie unikając niedociągnięć i wad dotychczas z nimi związanych.

Przedmiotem dokumentu patentowego US6333968B1 jest katoda transmisyjna do generowania promieni rentgenowskich to urządzenie, w którym prąd elektryczny generowany przez zasilacz niskiego napięcia powoduje przepływ elektronów z katody transmisyjnej, który jest przyspieszany przez zasilacz wysokiego napięcia w kierunku anody, gdzie przy uderzeniu emitowane są promienie rentgenowskie. W trakcie emisji promieni rentgenowskich wiązka pierwotna przechodzi przez katodę i uderza w próbkę umieszczoną na zewnątrz lampy. Katoda transmisyjna to X składająca się ze struktury emitera elektronów, najlepiej diody emitującej pole elektronowe lub emitera termionowego lub fotoemitery lub nanorurki lub piroemitery lub piezoemitery, wykonanej najlepiej z elementów o liczbie atomowej 14 (krzem) lub niższej, z elementami przewodzącymi prąd elektryczny lub przewodzącymi elementami konstrukcyjnymi mechanicznymi, najlepiej z przewodzącego krzemu lub diamentu lub aluminium lub berylu, oraz z nieprzewodzących izolatorów elektrycznych lub nieprzewodzących elementów konstrukcyjnych mechanicznych, najlepiej z diamentu lub dwutlenku krzemu lub węgla boru. Katoda transmisyjna przepuszcza promienie rentgenowskie, które swobodnie przepływają przez katodę transmisyjną.

W amerykańskim zgłoszenia patentowym US2009235396A1 ujawniono urządzenie i metodę pozyskiwania obrazu i/lub wyświetlania obrazu w ograniczonym obszarze zainteresowania (ROI). Urządzenie składa się z systemu mikro-elektro-mechanicznego (MEMS), najlepiej integrującego źródło światła, wspornik, soczewkę, siłownik, detektor światła i czujnik położenia. Źródło światła

zapewnia światło do oświetlania ROI, wyświetlania obrazu, prowadzenia terapii i/lub wykonywania innych funkcji. Wspornik składa się z żywicznego falowodu ze stałym końcem przymocowanym do podłoża, które obsługuje wiele lub wszystkie inne komponenty. Wolny koniec wspornika jest uwalniany z podłoża podczas produkcji i zawiera soczewkę. Siłownik skanuje wolny koniec w ortogonalnych kierunkach, aby oświetlić ROI lub wyświetlić obraz. Czujniki położenia wykrywają położenie wolnego końca w celu sterowania. Detektor światła odbiera światło rozproszone wstecznie z ROI oddzielnie lub na stałym końcu wspornika.

Dotychczas stosowane miniaturowe źródła rentgenowskie nie zapewniają możliwości dynamicznego odchyłania wiązki elektronów. W przypadku tradycyjnych rozwiązań, promieniowanie rentgenowskie wytwarzane jest zawsze przez nieruchomą wiązkę elektronów uderzającą w target, co ogranicza zdolność do tworzenia szczegółowych, trójwymiarowych obrazów struktur przestrzennych.

Wynalazek ma na celu wyeliminowanie kłopotliwych i drogich rozwiązań technicznych poprzez zastosowanie pojedynczego, nieruchomego źródła, w którym ruchoma jest jedynie wiązka elektronów uderzająca w target transmisyjny.

Istotą wynalazku jest skaningowe miniaturowe źródło promieniowania rentgenowskiego wykonane w technologii MEMS charakteryzujące się tym, że składa się z połączonych ze sobą metodą bondingu anodowego elementów szklanych i krzemowych, tworząc próżnioszczelną strukturę, w skład której wchodzi: kolumna pompy jonowo-sorpcyjnej oraz kolumna źródła rentgenowskiego, przy czym kolumna źródła rentgenowskiego zbudowana jest z ułożonych kolejno elementów: katody, stanowiącej podstawę dolną, z połowym emitery elektronów, elektrody ekstrakcyjnej, układu wielopolowego i anody, stanowiącej podstawę górną, z targetem transmisyjnym w postaci cienkiej membrany, a w elektrodzie ekstrakcyjnej i w układzie wielopolowym znajdują się współśrodkowe otwory przelotowe, a elektroda ekstrakcyjna jest wspólna dla kolumny źródła rentgenowskiego i kolumny pompy jonowo-sorpcyjnej.

Korzystnie polowy emiter elektronów wykonany jest w postaci ostrza krzemowego.

Korzystnie polowy emiter elektronów posiada dodatkową warstwę emisyjną w postaci materiałów mikro i nanostrukturalnych mających dobrą przewodność elektryczną, takich jak nanorurki węglowe, grafen, nanowłókna węglowe.

Korzystnie otwór przelotowy w układzie wielopolowym ma kształt kwadratu o wymiarach od 1 do 3 mm.

Korzystnie otwór przelotowy w układzie wielopolowym ma powierzchnię większą niż otwór przelotowy w elektrodzie ekstrakcyjnej i wyraża się w stosunku od 1:1,5 do 1:3.

Korzystnie układ wielopolowy może mieć formę duopola, kwadrupola, oktapola.

Korzystnie, wymiary skaningowego miniaturowego źródła promieniowania rentgenowskiego wynoszą pojedyncze milimetry wzdłuż osi kolumny pompy jonowo-sorpcyjnej i źródła rentgenowskiego oraz pojedyncze centymetry w kierunkach poprzecznych.

Skaningowe miniaturowe źródło promieniowania rentgenowskiego wykonane w technologii MEMS według wynalazku zakłada wykorzystanie konstrukcji miniaturowego źródła rentgenowskiego MEMS, integrując w nim system krzemowych elektrod odchylających w formie wielopolowej (np. duopola, kwadrupola lub oktopola), które umożliwiają precyzyjne sterowanie wiązką elektronów, kierując ją na określone miejsca targetu transmisyjnego, co umożliwia uzyskiwanie promieniowania rentgenowskiego z różnych pozycji, pozwalając na dokładne przestrzenne obrazowanie obiektów.

Wynalazek znajduje zastosowanie w mikroskalowych systemach obrazowania oraz badaniach, które wymagają wysokiej precyzji w odwzorowywaniu struktury obiektów. Zastosowanie skaningowego

miniaturowego źródła rentgenowskiego eliminuje potrzebę ruchomych elementów w urządzeniu, co wpływa na wzrost niezawodności oraz zwiększa możliwości miniaturyzacji całego systemu. Wynalazek może znaleźć zastosowanie w mikrofluidyce, nanotechnologii, elektronice, a także w obrazowaniu i analizie wewnętrznych struktur niewielkich obiektów, pozwalając na generowanie ich trójwymiarowych modeli.

Wynalazek został bliżej przedstawiony w przykładach realizacji oraz na rysunku, gdzie:

Fig. 1 przedstawia schemat skaningowego miniaturowego źródła promieniowania rentgenowskiego wykonanego w technologii MEMS z układem wielopolowym w formie duopola.

Fig. 2 przedstawia schemat skaningowego miniaturowego źródła promieniowania rentgenowskiego wykonanego w technologii MEMS z układem wielopolowym w formie kwadrupola.

Przykład 1

Skaningowe miniaturowe źródło promieniowania rentgenowskiego wykonane technikami mikroinżynieryjnymi w technologii MEMS według wynalazku, jest wykonane w konfiguracji 5-elektrodowej ze zintegrowaną pompą jonowo-sorpcyjną, jak przedstawiono na figurze 1. Miniaturowe źródło promieniowania rentgenowskiego składa się z połączonych ze sobą metodą bondingu anodowego elementów szklanych i krzemowych tworząc próżnioszczelną strukturę, w skład której wchodzi: kolumna pompy jonowo-sorpcyjnej A oraz kolumna źródła rentgenowskiego B. Kolumna źródła rentgenowskiego A zbudowana jest z ułożonych kolejno elektrod: katody 1, stanowiącej podstawę dolną, z polowym emiterym elektronów 2 w postaci ostrza krzemowego, elektrody ekstrakcyjnej 3 z otworem przelotowym 7, układu wielopolowego 4 w formie duopola z otworem przelotowym 7a, i anody 5, stanowiącej podstawę górną, z targetem transmisyjnym 6 w postaci cienkiej membrany. W elektrodzie ekstrakcyjnej 3 i w układzie wielopolowym 4 znajdują

się współśrodkowe otwory przelotowe 7, 7a. Otwór przelotowy 7 w elektrodzie ekstrakcyjnej 3 ma kształt kwadratu o wymiarach boku 1mm, a otwór przelotowy 7a w układzie wielopolowym ma powierzchnię większą niż w elektrodzie ekstrakcyjnej 3, co wyraża się w stosunku 1:1,5. Elektroda ekstrakcyjna 3 jest wspólna dla kolumny źródła rentgenowskiego B i kolumny pompy jonowo-sorpcyjnej A.

Na elektrodę ekstrakcyjną 3 oraz na target transmisyjny 6 podaje się stałe napięcie. Wybór obszaru emisji promieniowania rentgenowskiego odbywa się poprzez polaryzację elektrod duopolu, tak, aby odchyłać wiązkę elektronów.

Układ wielopolowy 4 w formie duopolu służy do sterowania wiązką elektronów zintegrowanych ze strukturą źródła rentgenowskiego MEMS, w której za ich pomocą wiązka elektronów jest kierowana na wybrane miejsca powierzchni targetu transmisyjnego 6, umożliwiając tym samym generowanie promieniowania rentgenowskiego z różnych punktów targetu transmisyjnego 6, przy czym budowa kolumny źródła rentgenowskiego B pozwala na dynamiczne odchyłanie wiązki elektronów w czasie rzeczywistym, co umożliwia precyzyjne obrazowanie małych obiektów oraz tworzenie ich trójwymiarowych modeli.

Działanie źródła rentgenowskiego według wynalazku jest następujące: elektrony emitowane są z polowego źródła elektronów w wyniku działania pola elektrycznego wytwarzanego przez elektrodę ekstrakcyjną 3. Powstała wiązka elektronów odchylana jest poprzez polaryzację duopolowego układu elektrod odchylających. Odchylona wiązka elektronów uderza w określony obszar targetu transmisyjnego wywołując emisję promieniowania rentgenowskiego.

Przykład 2

Skaningowe miniaturowe źródło promieniowania rentgenowskiego wykonane technikami mikroinżynieryjnymi w technologii MEMS według wynalazku, jak w przykładzie 1 i jak przedstawiono na figurze 2, z tą różnicą że jest wykonane w konfiguracji 7-elektrodowej ze zintegrowaną pompą jonowo-sorpcyjną, otwór przelotowy 7 w elektrodzie ekstrakcyjnej 3 ma kształt kwadratu

o wymiarach boku 3 mm, powierzchnia otworu przelotowego 7a w stosunku do otworu przelotowego 7 wyraża się w stosunku 1:3, a emiter w postaci ostrza krzemowego jest pokryty dodatkową warstwą emisyjną 8 w postaci nanorurek węglowych.

Przykład 3

Skaningowe miniaturowe źródło promieniowania rentgenowskiego wykonane technikami mikroinżynieryjnymi w technologii MEMS według wynalazku, jak w przykładzie 1 i jak przedstawiono na figurze 2, z tą różnicą że emiter w postaci ostrza krzemowego jest pokryty dodatkową warstwą emisyjną 8 w postaci grafenu lub nanowłókien węglowych.

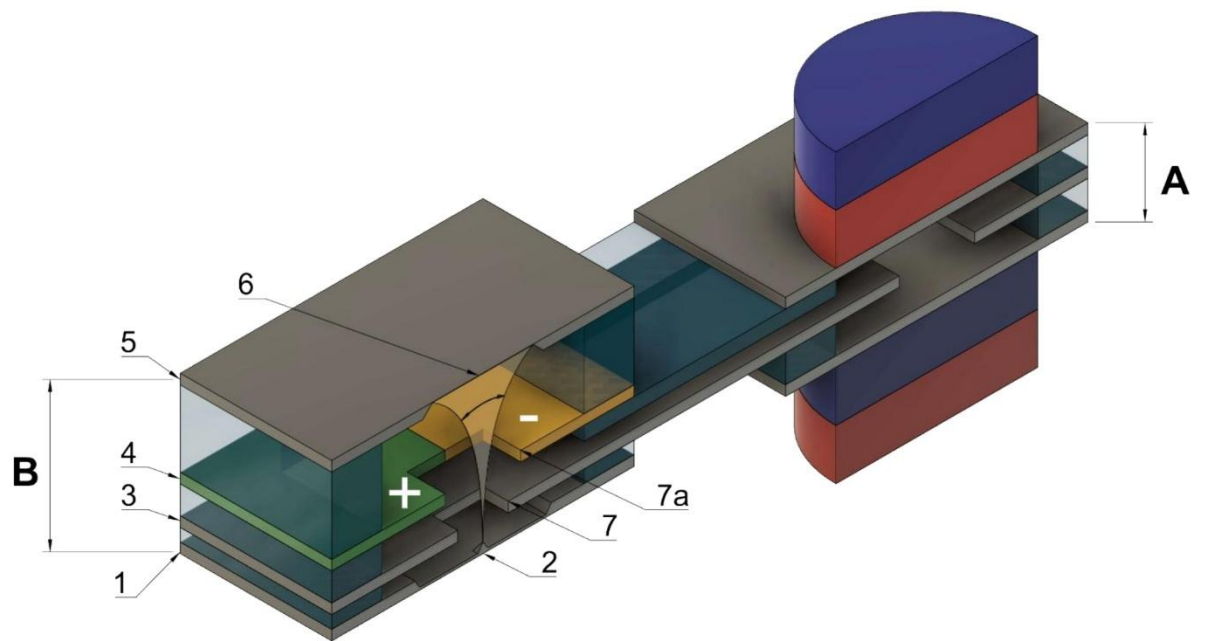


Fig. 1

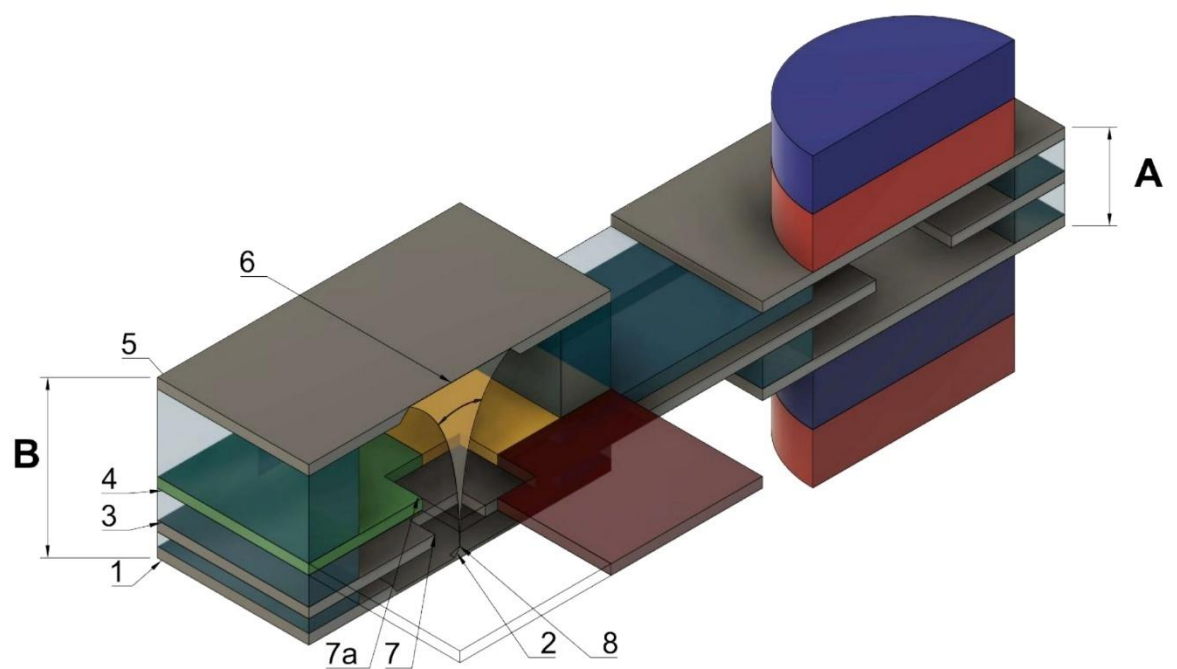


Fig. 2

Zastrzeżenia patentowe

1. Skaningowe miniaturowe źródło promieniowania rentgenowskiego wykonanego w technologii MEMS **znamiennie tym, że** składa się z połączonych ze sobą metodą bondingu anodowego elementów szklanych i krzemowych, tworząc próżnioszczelną strukturę, w skład której wchodzi: kolumna pompy jonowo-sorpcyjnej (A) oraz kolumna źródła rentgenowskiego (B), przy czym kolumna źródła rentgenowskiego (A) zbudowana jest z ułożonych kolejno elementów: katody (1), stanowiącej podstawę dolną, z polowym emitery elektronów (2), elektrody ekstrakcyjnej (3), układu wielopolowego (4) i anody (5), stanowiącej podstawę górną, z targetem transmisyjnym (6) w postaci cienkiej membrany, a w elektrodzie ekstrakcyjnej (3) i w układzie wielopolowym (4) znajdują się współśrodkowe otwory przelotowe (7, 7a), i elektroda ekstrakcyjna (3) jest wspólna dla kolumny źródła rentgenowskiego (B) i kolumny pompy jonowo-sorpcyjnej (A).
2. Źródło promieniowania rentgenowskiego według zastrz. 1 **znamiennie tym, że** polowy emiter elektronów (2) wykonany jest w postaci ostrza krzemowego.
3. Źródło promieniowania rentgenowskiego według zastrz. 2 **znamiennie tym, że** polowy emiter elektronów (2) posiada dodatkową warstwę emisyjną (8) w postaci materiałów mikro i nanostrukturalnych mających dobrą przewodność elektryczną, takich jak nanorurki węglowe, grafen, nanowłókna węglowe.
4. Źródło promieniowania rentgenowskiego według zastrz. 1 **znamiennie tym, że** otwór przelotowy (7) w układzie wielopolowym ma kształt kwadratu o wymiarach od 1 do 3 mm.
5. Źródło promieniowania rentgenowskiego według zastrz. 1 i 4 **znamiennie tym, że** otwór przelotowy (7) w układzie wielopolowym ma

powierzchnię większą niż otwór przelotowy (7a) w elektrodzie ekstrakcyjnej (3) i wyraża się w stosunku od 1:1,5 do 1:3.

6. Źródło promieniowania rentgenowskiego według zastrz. 1 **znamiennie tym, że** układ wielopolowy (4) może mieć formę duopolu, kwadrupola, oktapola.
7. Źródło promieniowania rentgenowskiego według zastrz. 1 **znamiennie tym, że** jego wymiary wynoszą pojedyncze milimetry wzdłuż osi kolumny pompy jonowo-sorpcyjnej i źródła rentgenowskiego oraz pojedyncze centymetry w kierunkach poprzecznych.

Skrót opisu

Przedmiotem wynalazku jest skaningowe miniaturowe źródło promieniowania rentgenowskiego wykonanego w technologii MEMS charakteryzujące się tym, że składa się z połączonych ze sobą metodą bondingu anodowego elementów szklanych i krzemowych, tworząc próżnioszczelną strukturę, w skład której wchodzi: kolumna pompy jonowo-sorpcyjnej (A) oraz kolumna źródła rentgenowskiego (B), przy czym kolumna źródła rentgenowskiego (A) zbudowana jest z ułożonych kolejno elektrod: katody (1), stanowiącej podstawę dolną, z polowym emiterym elektronów (2), elektrody ekstrakcyjnej (3), układu wielopolowego (4) i anody (5), stanowiącej podstawę górną, z targetem transmisyjnym (6) w postaci cienkiej membrany, a w elektrodzie ekstrakcyjnej (3) i w układzie wielopolowym (4) znajdują się współśrodkowe otwory przelotowe (7, 7a), i elektroda ekstrakcyjna (3) jest wspólna dla kolumny źródła rentgenowskiego (B) i kolumny pompy jonowo-sorpcyjnej (A).

Fig. 1

(7 zastrzeżeń)

Wielo-emiterowe, miniaturowe źródło promieniowania rentgenowskiego wykonane w technologii MEMS

Przedmiotem wynalazku jest wielo-emiterowe źródło promieniowania rentgenowskiego wykonane w technologii MEMS, wyposażone w układ wybierający emiter, z którego następuje emisja elektronów, umożliwiające „oświetlenie” wiązką elektronów wybranego obszaru powierzchni targetu transmisyjnego. Rozwiązanie to pozwala na generację promieniowania rentgenowskiego z różnych punktów targetu, co w rezultacie umożliwia prześwietlanie małych, nieruchomych obiektów, umieszczonych na lub ponad targetem, z wielu stron i dzięki temu uzyskiwanie ich trójwymiarowych reprezentacji.

Miniaturowe źródło rentgenowskie MEMS jest zaawansowanym urządzeniem, które integruje wszystkie elementy na jednym chipie krzemowo-szklanym, generując promieniowanie rentgenowskie dzięki swojej budowie. Miniaturowe źródło rentgenowskie ma potencjalne zastosowanie w diagnostyce medycznej, analizie materiałów oraz w technologii inspekcji przemysłowej.

Z literatury przedmiotu znane są rozwiązania miniaturowych źródeł rentgenowskich w tym źródła wykonanego w technologii MEMS. W artykule P. Urbański i T. Grzebyk, *'MEMS-Compatible X-Ray Source'*, Journal of Microelectromechanical Systems, vol. 33, no. 5, pp. 508-510, 2024, przedstawiono rozwiązanie, w którym technologia MEMS została wykorzystana do integracji miniaturowego źródła rentgenowskiego w jednym układzie z mikropompą próżniową, co pozwala na zapewnienie stabilnej wysokiej próżni wewnątrz urządzenia.

Znane są ze stanu techniki rozwiązania dotyczące metod i systemów oświetlania obiektów za pomocą promieniowania rentgenowskiego.

W dokumencie patentowym PL 227227B1 opisano miniaturowe źródło promieniowania rentgenowskiego typu MEMS, wykonane technikami mikroinżynieryjnymi z wykorzystaniem bondingu anodowego, wykorzystujące mikropompę charakteryzuje się tym, że ma próżnioszczelne komory: mikrokomorę źródła oraz połączoną z nią mikropompę, przy czym mikrokomora źródła zbudowana jest z ułożonych naprzemiennie elektrod i dystansowników, stanowiących jednocześnie jej obudowę: kolejno z katody (A), stanowiącej podstawę dolną, pierwszego dystansownika (B), elektrody ekstrakcyjnej (C), drugiego dystansownika (D), elektrody sterującej (E), trzeciego dystansownika (F) i anody (G), stanowiącej podstawę górną, z czego, poza skrajnymi elektrodami, elementy te posiadają współśrodkowe, przelotowe otwory, natomiast elektroda ekstrakcyjna (C) i drugi dystansownik (D) są wspólne dla mikrokomory źródła i mikropompy, w drugim dystansowniku (D) wykonany jest zaś kanał łączący mikropompę z mikrokomorą źródła.

Z dokumentu patentowego PL 238735B1 znany jest aparat do spektroskopii fotoelektronów twardego promieniowania rentgenowskiego zawiera źródło promieniowania rentgenowskiego, analizator, manipulator próbki, komorę do analizy i próżniowe systemy usuwające, przy czym w trójwymiarowej przestrzeni wyznaczonej przez prostokątny układ osi współrzędnych (XYZ) próbka w kształcie płytki jest rozmieszczona tak, aby mogła być obracana wokół osi (Z) za pomocą wymienionego manipulatora (2) próbki, przy czym źródło promieniowania rentgenowskiego zawiera działo elektronowe (3b), która przyspiesza i ogniskuje elektrony, tarcza, która jest napromieniowywana elektronami przyspieszonymi i ogniskowanymi przez działo elektronowe, aby generować promieniowanie rentgenowskie, zespół kryształu monochromatorowego, przy czym zespół kryształu monochromatorowego spełnia warunek Bragga dyfrakcji rentgenowskiej w płaszczyźnie (X-Y), aby załamywać/odbijać i monochromatyzować promieniowanie rentgenowskie wygenerowane w wymienionym obiekcie

i ekstrahować jedynie charakterystyczne promienie rentgenowskie, a z drugiej strony pozycja napromieniowywania wiązką elektronów na środku tarczy środka zespołu kryształu monochromatorowego próbki jest rozmieszczona na okręgu Rowlanda, aby minimalizować aberrację ogniskowania na próbce, zespół kryształu monochromatorowego znajduje się na okręgu o promieniu dwa razy większym od promienia okręgu Rowlanda w płaszczyźnie (X-Y) korzystnie pozycja napromieniowywania wiązką elektronów na wymienionej tarczy i środek próbki znajdują się na każdym z dwóch ognisk elipsy stykającej się z wymienionym okręgiem Rowlanda w środku zespołu kryształu monochromatorowego, wymieniony zespół kryształu monochromatorowego ma toroidalną powierzchnię w kierunku osi Z uzyskaną przez obrót wymienionej elipsy stykającej się z wymienionym okręgiem Rowlanda wokół linii prostej łączącej pozycję napromieniowywania wiązką elektronów na wymienionej tarczy i środek próbki, i zbiornik próżniowy do instalacji tych komponentów, przy czym zespół kryształu monochromatorowego stosowany do monochromatyzacji z dyfrakcją i odbiciem wymienionego źródła promieniowania rentgenowskiego znajduje się w okręgu Rowlanda wraz z wymienioną tarczą i wymienioną próbką, spełniając taki warunek, że rozproszona wiązka promieniowania rentgenowskiego koncentruje się na powierzchni próbki przy minimalnej aberracji, przy czym okrąg Rowlanda jest umieszczony ortogonalnie do powierzchni próbki, przy czym oś optyczna wymienionego analizatora jest umieszczona prostopadle (w kierunku osi X) do kierunku padania (w kierunku osi Y) promieniowania rentgenowskiego lub w zakresie kąta ± 36 stopni w płaszczyźnie (X-Y) i w zakresie kąta ± 49 stopni w płaszczyźnie (X-Z), przy czym próbka jest umieszczona tak, że wymienione promieniowanie rentgenowskie załamane i odbite przez powierzchnię odbicia znajduje się w pozycjach ogniskowania na powierzchni wymienionej próbki i ukośnie pada na powierzchnię wymienionej próbki tak, że plamka wymienionego promieniowania rentgenowskiego podłużnie rozciąga się wzdłuż linii zasadniczo równoległej do osi (Y) (zasadniczo prostopadle do osi X), i przy czym otwór szczeliny zapewnionej przy wejściu wymienionego analizatora jest rozmieszczony

równolegle do kierunku, w którym wymieniona plamka promieniowania rentgenowskiego podłużnie rozciąga się na powierzchni próbki.

W dokumencie patentowym PL 231530B1 opisano generator rentgenowski o regulowanej kolimacji. Generator ten zawiera: zespół źródła rentgenowskiego (200), zawierający lampę rentgenowską mającą katodę i anodę oraz przedni kolimator; generator wysokiego napięcia, umieszczony w wydłużonej komorze obudowy lampy rentgenowskiej i używany do dostarczania prądu stałego wysokiego napięcia między katodę i anodę lampy rentgenowskiej, w celu wzbudzenia promieniowania rentgenowskiego; jednostkę regulacji kolimacyjnej, umieszczoną obrotowo na zewnątrz przedniego kolimatora, używaną do przekształcania wachlarzowatych wiązek rentgenowskich w ciągłe rentgenowskie wiązki ołówkowe; oraz jednostkę chłodzącą, zamontowaną niezależnie przy lampie rentgenowskiej i używaną do chłodzenia anody lampy rentgenowskiej; przy czym zespół źródła rentgenowskiego, generator wysokiego napięcia, jednostka regulacji kolimacyjnej i jednostka chłodząca są zintegrowane jako całość. Generator rentgenowski o regulowanej kolimacji ma zwartą budowę, co jest pomocne w miniaturyzacji, modularyzacji i zapewnia wysoką wydajność urządzeń detekcyjnych związanych z bezpieczeństwem.

Z kolei z amerykańskiego dokumentu patentowego US6959868B2 znane są metody i systemy oświetlania obiektów za pomocą płaskich wiązek oświetlenia laserowego o zasadniczo płaskich charakterystykach rozkładu przestrzennego, rozciągających się na całe pole widzenia (FOV) modułów tworzenia i wykrywania obrazu stosowanych w takich systemach. Każda wiązka planarnego oświetlenia laserowego wytwarzana jest z matrycy planarnych wiązek oświetlenia laserowego (PLIA) składającej się z kilku modułów planarnego oświetlenia laserowego (PLIM). Każdy PLIM składa się z widocznej diody laserowej (VLD), soczewki skupiającej i umieszczonego między nimi cylindrycznego elementu optycznego. Poszczególne płaskie elementy wiązki oświetlenia laserowego wytworzone z każdego PLIM są łączone optycznie w celu wytworzenia złożonej, zasadniczo płaskiej wiązki oświetlenia laserowego o zasadniczo jednolitych

charakterystykach gęstości mocy w całym swoim zakresie przestrzennym, a tym samym w zakresie roboczym systemu. Najlepiej, aby każda składowa wiązki oświetlenia laserowego była skupiana tak, aby minimalna szerokość wiązki występowała w punkcie lub płaszczyźnie, która jest najdalszą lub maksymalną odległością od obiektu, w jakiej system jest zaprojektowany do pozyskiwania obrazów, kompensując w ten sposób zmniejszenie gęstości mocy padającej wiązki oświetlenia laserowego, wynikające z faktu, że szerokość wiązki oświetlenia laserowego zwiększa się wraz ze wzrostem odległości obiektu od optyki obrazującej.

Przedmiotem dokumentu patentowego US6333968B1 jest katoda transmisyjna do generowania promieni rentgenowskich to urządzenie, w którym prąd elektryczny generowany przez zasilacz niskiego napięcia powoduje przepływ elektronów z katody transmisyjnej, który jest przyspieszany przez zasilacz wysokiego napięcia w kierunku anody, gdzie przy uderzeniu emitowane są promienie rentgenowskie. W trakcie emisji promieni rentgenowskich wiązka pierwotna przechodzi przez katodę i uderza w próbkę umieszczoną na zewnątrz lampy. Katoda transmisyjna to X składająca się ze struktury emitera elektronów, najlepiej diody emitującej pole elektronowe lub emitera termionowego lub fotoemitery lub nanorurki lub piroemitery lub piezoemitery, wykonanej najlepiej z elementów o liczbie atomowej 14 (krzem) lub niższej, z elementami przewodzącymi prąd elektryczny lub przewodzącymi elementami konstrukcyjnymi mechanicznymi, najlepiej z przewodzącego krzemu lub diamentu lub aluminium lub berylu, oraz z nieprzewodzących izolatorów elektrycznych lub nieprzewodzących elementów konstrukcyjnych mechanicznych, najlepiej z diamentu lub dwutlenku krzemu lub węgla boru. Katoda transmisyjna przepuszcza promienie rentgenowskie, które swobodnie przepływają przez katodę transmisyjną.

Dotychczas stosowane miniaturowe źródła promieniowania rentgenowskiego nie zapewniają możliwości dynamicznej zmiany obszaru emisyjnego z jednoczesną zmianą obszaru targetu, w który uderza wiązka

elektronów. W przypadku tradycyjnych rozwiązań promieniowanie rentgenowskie wytwarzane jest zawsze przez wiązkę elektronów generowaną z jednego punktu emisyjnego, uderzającą w jeden obszar na targecie. Ogranicza to zdolność do tworzenia szczegółowych, trójwymiarowych obrazów struktur przestrzennych. Obecnie, aby uzyskać obraz trójwymiarowy badanego obiektu niezbędne jest albo zastosowanie ruchomego źródła rentgenowskiego (jak ma to miejsce w tomografach komputerowych), albo oświetlanie obiektu z wielu źródeł naraz.

Wynalazek ma na celu wyeliminowanie kłopotliwych i drogich rozwiązań technicznych poprzez zastosowanie pojedynczego, nieruchomego źródła promieniowania rentgenowskiego, w którym zmieniany jest jedynie punkt emisji elektronów.

Istotą wynalazku jest wielo-emiterowe miniaturowe źródło promieniowania rentgenowskiego wykonane w technologii MEMS charakteryzujące się tym, że składa się z połączonych ze sobą metodą bondingu anodowego elementów szklanych i krzemowych, tworząc próżnioszczelną strukturę, w skład której wchodzi: kolumna pompy jonowo-sorpcyjnej A oraz kolumna źródła rentgenowskiego B, przy czym kolumna źródła rentgenowskiego A zbudowana jest z ułożonych kolejno elektrod katody 1, stanowiącej podstawę dolną, elektrody ekstrakcyjnej 2, elektrody skupiającej 3, anody 4, stanowiącej podstawę górną, z targetem transmisyjnym 5 w postaci cienkiej membrany, przy czym w katodzie 1 umieszczone są emitery 6 stanowiące matrycę emiterów 10, wraz z wyprowadzeniami elektrycznymi 9, w elektrodzie ekstrakcyjnej 2, odpowiednio do ułożenia matrycy emiterów 10, znajduje się siatka elektrody ekstrakcyjnej 7 z otworami przelotowymi znajdującymi się ponad każdym z emiterów 6, a elektroda skupiająca 3 skonstruowana jest w postaci siatki elektrody skupiającej 8 z otworami umieszczonymi koncentrycznie nad otworami siatki elektrody ekstrakcyjnej, a elektroda ekstrakcyjna 2 jest wspólna dla kolumny źródła rentgenowskiego B i kolumny pompy jonowo-sorpcyjnej A.

Korzystnie emitery 6 stanowiące matrycę emiterów 10 są ułożone w postaci wysp krzemowych połączonych z pojedynczym podłożem szklanym metodą bondingu anodowego.

Korzystnie emitery 6 mają formę szpiczastych struktur: piramid, ostrzy, nici.

Korzystnie emitery 6 pokryte są dodatkową warstwą emisyjną 12 w postaci materiałów mikro i nanostrukturalnych mających dobrą przewodność elektryczną takich jak nanorurki węglowe, grafen, nanowłókna węglowe.

Korzystnie minimalna ilość emiterów 6 wynosi 2.

Korzystnie wymiary wielo-emiterowego miniaturowego źródła promieniowania rentgenowskiego wynoszą pojedyncze milimetry wzdłuż osi kolumny pompy jonowo-sorpcyjnej i źródła rentgenowskiego oraz pojedyncze centymetry w kierunkach poprzecznych.

Korzystnie matryca emiterów zajmuje maksymalnie całą powierzchnię katody 1 niepodlegającą połączeniu z przekładką szklaną 11.

Korzystnie siatka elektrody skupiającej 8 i siatka elektrody ekstrakcyjnej 7 zajmują maksymalnie całą powierzchnię tych elektrod niepodlegającą połączeniu z przekładką szklaną 11.

Wewnątrz struktury wielo-emiterowego miniaturowego źródła promieniowania rentgenowskiego według wynalazku, zapewnione są warunki próżni.

Wyspy krzemowe z emiterami mogą mieć formę piramid dla zagęszczenia pola elektrycznego wokół ich wierzchołka i ułatwienia polowej emisji elektronów. Mogą także zostać pokryte dodatkową warstwą emisyjną, np. nanorurek węglowych. Podłączenia elektryczne do wysp krzemowych z emiterami są wykonane poprzez otwory wywiercone w podłożu szklanym i wypełnione warstwą metaliczną.

Wynalazek znajduje zastosowanie w mikroskalowych systemach obrazowania oraz badaniach, które wymagają wysokiej precyzji w odwzorowywaniu struktury obiektów. Zastosowanie wielo-emiterowego miniaturowego źródła promieniowania rentgenowskiego eliminuje potrzebę stosowania ruchomych elementów w urządzeniu, co wpływa na wzrost niezawodności oraz zwiększa możliwości miniaturyzacji całego systemu. Wynalazek może znaleźć zastosowanie w mikrofluidyce, nanotechnologii, elektronice, a także w obrazowaniu i analizie wewnętrznych struktur niewielkich obiektów, pozwalając na generowanie ich trójwymiarowych modeli.

Wynalazek został bliżej przedstawiony w przykładach realizacji oraz na rysunku, gdzie:

Fig. 1 przedstawia schemat wielo-emiterowego miniaturowego źródła promieniowania rentgenowskiego wykonanego w technologii MEMS

Fig. 2 przedstawia schemat wielo-emiterowego miniaturowego źródła promieniowania rentgenowskiego wykonanego w technologii MEMS z dodatkową warstwą emisyjną w postaci nanorurek węglowych

Fig. 3 przedstawia schemat wielo-emiterowego miniaturowego źródła promieniowania rentgenowskiego wykonanego w technologii MEMS, gdzie matryca emiterów zajmuje całą powierzchnię katody niepodlegającą połączeniu z przekładką szklaną, a siatka elektrody skupiającej i siatka elektrody ekstrakcyjnej zajmują maksymalnie całą powierzchnię tych elektrod niepodlegającą połączeniu z przekładkami szklanymi

Przykład 1

Wielo-emiterowe miniaturowe źródło promieniowania rentgenowskiego wykonane w technologii MEMS według wynalazku, jest wykonane w konfiguracji 4-elektrodowej ze zintegrowaną pompą jonowo sorpcyjną. Wielo-emiterowe miniaturowe źródło promieniowania rentgenowskiego składa się z połączonych ze sobą metodą bondingu anodowego elementów szklanych i krzemowych, tworząc próżnioszczelną strukturę, w skład której wchodzi: kolumna pompy jonowo-

sorpcyjnej A oraz kolumna źródła rentgenowskiego B. Kolumna źródła rentgenowskiego A zbudowana jest z ułożonych kolejno elektrod: katody 1, stanowiącej podstawę dolną, elektrody ekstrakcyjnej 2, elektrody skupiającej 3, anody 4, stanowiącej podstawę górną, z targetem transmisyjnym 5 w postaci cienkiej membrany. Elektrody oddzielone są od siebie za pomocą przekładek szklanych 11. W katodzie 1 umieszczone są emitery 6 stanowiące matrycę emiterów 10, wraz z wyprowadzeniami elektrycznymi 9. Emitery 6, w formie piramid, są ułożone w postaci wysp krzemowych na matrycy emiterów 10 połączonych z pojedynczym podłożem szklanym metodą bondingu anodowego. W matrycy emiterów 10 ilość emiterów 6 wynosi dwa. Elektroda ekstrakcyjna 2, odpowiednio do kształtu matrycy emiterów 10 skonstruowana jest w postaci siatki elektrody ekstrakcyjnej 7 z otworami przelotowymi znajdującymi się ponad każdym z emiterów 6. Elektroda skupiająca wykonana jest w postaci siatki elektrody skupiającej 8 z otworami umieszczonymi koncentrycznie nad otworami siatki elektrody ekstrakcyjnej 7. Elektroda ekstrakcyjna 2 jest wspólna dla kolumny źródła rentgenowskiego B i kolumny pompy jonowo-sorpcyjnej A.

Podłączenia elektryczne do wysp krzemowych z emiterami 6 są wykonane poprzez otwory wykonane w podłożu szklanym i wypełnione warstwą metaliczną.

Na elektrodę ekstrakcyjną 2, elektrodę skupiającą 3 oraz na target transmisyjny 5, podaje się stałe napięcie w zależności od warunków oczekiwanych parametrów generowanej wiązki rentgenowskiej, od setek V do dziesiątek kV. Wybór konkretnego emitera 6, z którego ma następować emisja, polegać będzie na podaniu na niego ujemnego względem elektrody ekstrakcyjnej 2 napięcia.

Przykład 2

Wielo-emiterowe miniaturowe źródło promieniowania rentgenowskiego wykonane w technologii MEMS według wynalazku, jest wykonane w konfiguracji 4-elektrodowej, jak w przykładzie 1, z tą różnicą, że emitery 6 w formie ostrzy pokryte są dodatkową warstwą emisyjną 12 w postaci nanorurek węglowych, a matryca emiterów 6 zajmuje całą powierzchnię katody 1 niepodlegającą połączeniu

z przekładką szklaną 11, a siatka elektrody skupiającej 8 i siatka elektrody ekstrakcyjnej 7 zajmują całą powierzchnię tych elektrod niepodlegającą połączeniu z przekładkami szklanymi 11.

Przykład 3

Wielo-emiterowe miniaturowe źródło promieniowania rentgenowskiego wykonane w technologii MEMS według wynalazku, jest wykonane w konfiguracji 4-elektrodowej, jak w przykładzie 2, z tą różnicą, że emitery 6 w formie nici, pokryte są dodatkową warstwą emisyjną 12 w postaci grafenu lub nanowłókien węglowych.

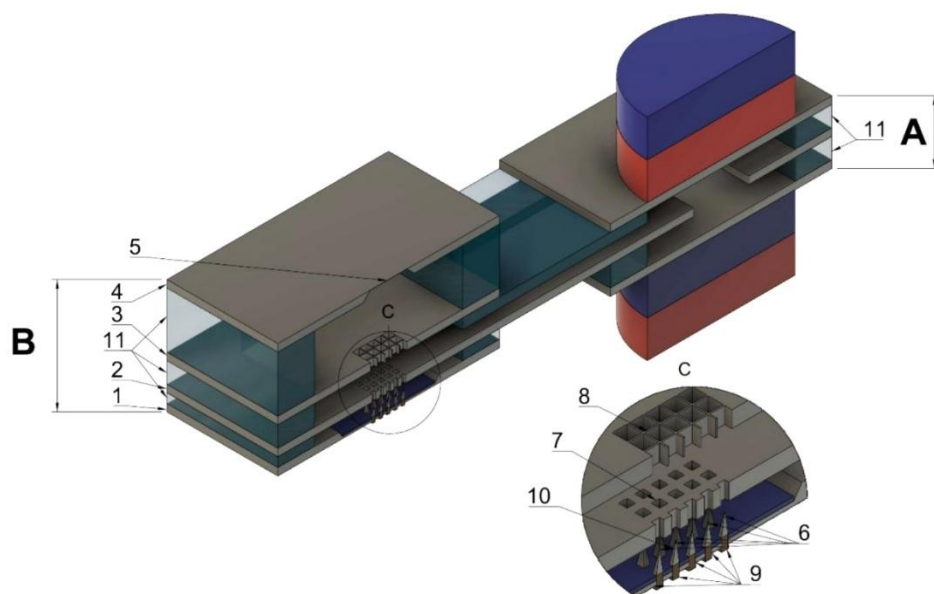


Fig. 1

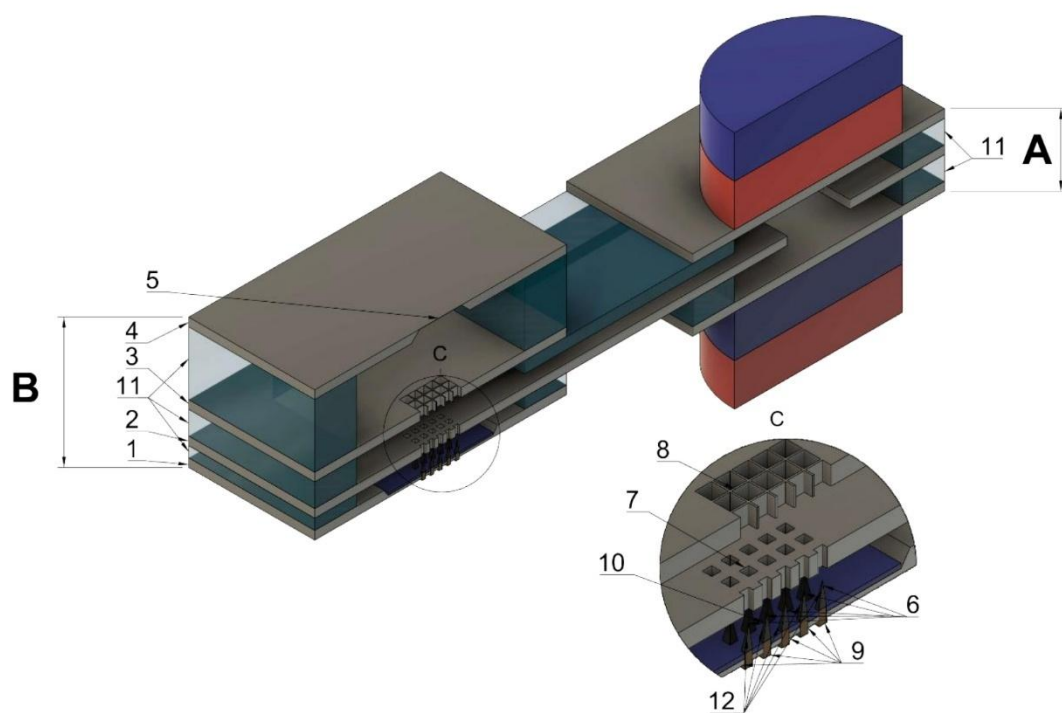


Fig. 2

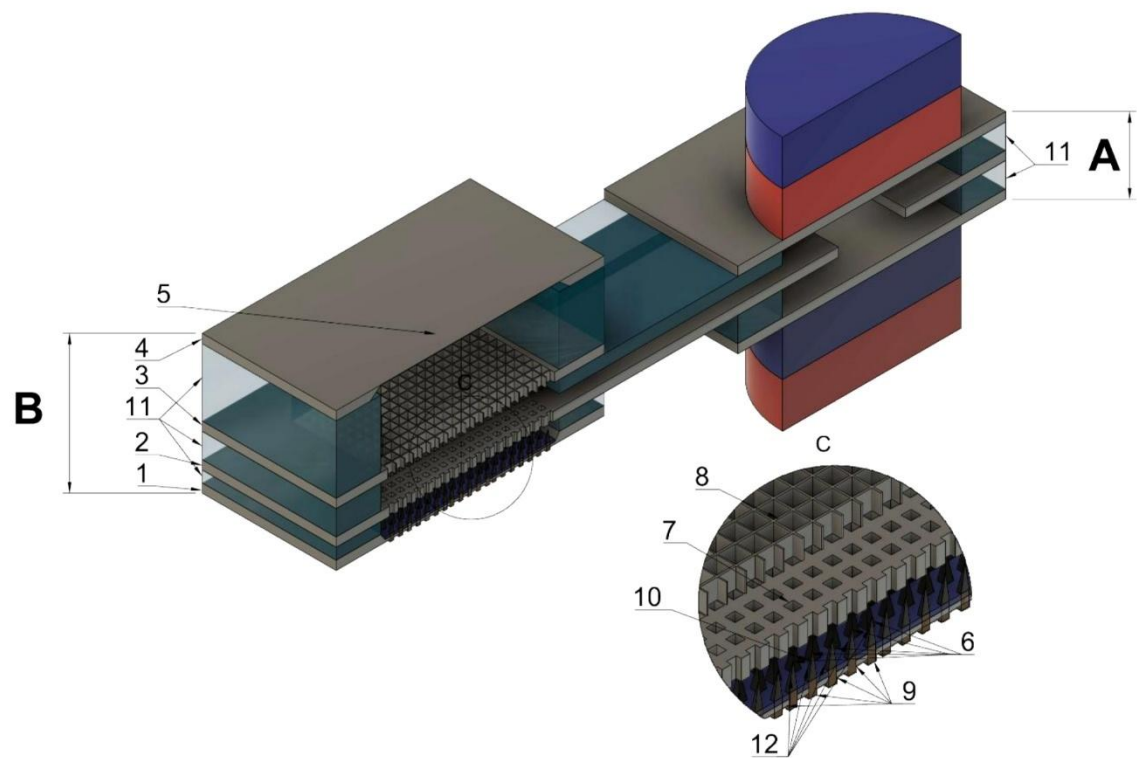


Fig. 3

Zastrzeżenia patentowe

1. Wielo-emiterowe miniaturowe źródło promieniowania rentgenowskiego wykonane w technologii MEMS **znamienne tym, że** składa się z połączonych ze sobą metodą bondingu anodowego elementów szklanych i krzemowych, tworząc próżnioszczelną strukturę, w skład której wchodzi: kolumna pompy jonowo-sorpcyjnej (A) oraz kolumna źródła rentgenowskiego (B), przy czym kolumna źródła rentgenowskiego (A) zbudowana jest z ułożonych kolejno elementów: katody (1), stanowiącej podstawę dolną, elektrody ekstrakcyjnej (2), elektrody skupiającej (3), anody (4), stanowiącej podstawę górną, z targetem transmisyjnym (5) w postaci cienkiej membrany, przy czym w katodzie (1) umieszczone są emitery (6) stanowiące matrycę emiterów (10), wraz z wyprowadzeniami elektrycznymi (9), w elektrodzie ekstrakcyjnej (2), odpowiednio do ułożenia matrycy emiterów (10), znajduje się siatka elektrody ekstrakcyjnej (7) z otworami przelotowymi znajdującymi się ponad każdym z emiterów (6), a elektroda skupiająca (3) skonstruowana jest w postaci siatki elektrody skupiającej (8) z otworami umieszczonymi koncentrycznie nad otworami siatki elektrody ekstrakcyjnej (7), a elektroda ekstrakcyjna (2) jest wspólna dla kolumny źródła rentgenowskiego (B) i kolumny pompy jonowo-sorpcyjnej (A).
2. Wielo-emiterowe miniaturowe źródło promieniowania rentgenowskiego według zastrz. 1 **znamienne tym, że** emitery (6) stanowiące matrycę emiterów (10) są ułożone w postaci wysp krzemowych połączonych z pojedynczym podłożem szklanym metodą bondingu anodowego.
3. Wielo-emiterowe miniaturowe źródło promieniowania rentgenowskiego według zastrz. 1 **znamienne tym, że** emitery (6) mają formę szpiczastych struktur: piramid, ostrzy, nici.
4. Wielo-emiterowe miniaturowe źródło promieniowania rentgenowskiego według zastrz. 1 i 3 **znamienne tym, że** emitery (6)

pokryte są dodatkową warstwą emisyjną (12) w postaci materiałów mikro i nanostrukturalnych mających dobrą przewodność elektryczną, takich jak nanorurki węglowe, grafen, nanowłókna węglowe.

5. Wielo-emiterowe miniaturowe źródło promieniowania rentgenowskiego według zastrz. 1 **znamiennie tym, że** minimalna ilość emiterów (6) wynosi dwa.
6. Wielo-emiterowe miniaturowe źródło promieniowania rentgenowskiego według zastrz. 1 **znamiennie tym, że** wymiary wielo-emiterowego miniaturowego źródła promieniowania rentgenowskiego wynoszą pojedyncze milimetry wzdłuż osi kolumny pompy jonowo-sorpcyjnej i źródła rentgenowskiego oraz pojedyncze centymetry w kierunkach poprzecznych.
7. Wielo-emiterowe miniaturowe źródło promieniowania rentgenowskiego według zastrz. 1 **znamiennie tym, że** matryca emiterów zajmuje maksymalnie całą powierzchnię katody (1) niepodlegającą połączeniu z przekładką szklaną (11).
8. Wielo-emiterowe miniaturowe źródło promieniowania rentgenowskiego według zastrz. 1 **znamiennie tym, że** siatka elektrody skupiającej (8) i siatka elektrody ekstrakcyjnej (7) zajmują maksymalnie całą powierzchnię tych elektrod niepodlegającą połączeniu z przekładką szklaną (11).

Skrót opisu

Przedmiotem wynalazku jest wielo-emiterowe miniaturowe źródło promieniowania rentgenowskiego wykonane w technologii MEMS, znamienne tym, że składa się z połączonych ze sobą metodą bondingu anodowego elementów szklanych i krzemowych, tworząc próżnioszczelną strukturę, w skład której wchodzi: kolumna pompy jonowo-sorpcyjnej (A) oraz kolumna źródła rentgenowskiego (B), przy czym kolumna źródła rentgenowskiego (A) zbudowana jest z ułożonych kolejno elektrod katody (1), stanowiącej podstawę dolną, elektrody ekstrakcyjnej (2), elektrody skupiającej (3), anody (4), stanowiącej podstawę górną, z targetem transmisyjnym (5) w postaci cienkiej membrany, przy czym w katodzie (1) umieszczone są emitery (6) stanowiące matrycę emiterów (10), wraz z wyprowadzeniami elektrycznymi (9), w elektrodzie ekstrakcyjnej (2), odpowiednio do ułożenia matrycy emiterów (10), znajduje się siatka elektrody ekstrakcyjnej (7) z otworami przelotowymi znajdującymi się ponad każdym z emiterów (6), a elektroda skupiająca (3) skonstruowana jest w postaci siatki elektrody skupiającej (8) z otworami umieszczonymi koncentrycznie nad otworami siatki elektrody ekstrakcyjnej (7), a elektroda ekstrakcyjna (2) jest wspólna dla kolumny źródła rentgenowskiego (B) i kolumny pompy jonowo-sorpcyjnej (A).

Fig. 1

(8 zastrzeżeń)

Target transmisyjny o wybieralnej charakterystyce spektralnej do miniaturowego źródła rentgenowskiego wykonanego w technologii MEMS

Przedmiotem wynalazku jest target transmisyjny do miniaturowego źródła promieniowania rentgenowskiego wykonanego w technologii MEMS w postaci membrany krzemowej, na której wydzielone są obszary pokryte różnymi warstwami metalicznymi.

W zależności, na którą część targetu pada wiązka elektronów, możliwa jest generacja promieniowania rentgenowskiego o różnej charakterystyce widmowej.

Z literatury przedmiotu znane są rozwiązania targetów transmisyjnych stosowanych do miniaturowych źródeł rentgenowskich wykonanych w technologii MEMS. W artykule P. Urbańskiego, T. Grzebyka, M. Krysztof i D. Nowak *Advanced Optical Materials*, 2024, przedstawiono badania nad zoptymalizowaną geometrią targetu krzemowo-niklowego, zaprojektowanego w celu uzyskania promieniowania monochromatycznego. Kluczowym elementem jest cienka warstwa niklu o precyzyjnie dobranej grubości naniesiona na krzemową membranę, która umożliwia efektywne pochłanianie elektronów i emisję promieniowania rentgenowskiego. Zoptymalizowana konstrukcja targetu znacząco poprawia intensywność promieniowania oraz stosunek pików charakterystycznych do całego sygnału. Tego typu rozwiązanie znajduje zastosowanie w spektroskopii fluorescencji rentgenowskiej oraz precyzyjnej analizie materiałowej, gdzie wymagane jest promieniowanie o wysokiej stabilności i kontrolowanej charakterystyce energetycznej.

Z publikacji J. Kawai, *High-sensitivity small-size X-ray fluorescence spectrometers*, Guest Forum 12 (2008) 52-56, znane jest źródło promieniowania X z wykorzystaniem pirokryształów. Źródło to charakteryzuje się małymi rozmiarami

15x10 mm² i może być zasilane baterią 9 V. Maksymalna energia elektronów uderzająca w target Cu wynosi 35 keV. Generują one słabe, pulsacyjne promieniowanie, którego intensywność zmienia się w takt grzania i schładzania kryształu.

Znane są też ze stanu techniki rozwiązania dotyczące formowania równoległej wiązki lub ograniczenia rozpraszania promieniowania, aby uzyskać precyzyjne i skupione działanie, stosowanych w urządzeniach optycznych lub mechanicznych.

W dokumencie patentowym PL 240067B1 opisano sposób i układ obrazowania obiektów za pomocą rozproszonych wstecznie fotonów promieniowania rentgenowskiego przeznaczone do kontroli bagażu i osób fizycznych oraz do diagnostyki medycznej. Odznacza się tym, że obszar naświetlania obiektu stanowi rzut wiązki promieniowania rentgenowskiego ukształtowanej trapezoidalnie w kolimatorze na płaszczyznę obrazu obiektu przy czym detektory promieniowania i umieszczone po stronie obiektu rejestrują sygnały proporcjonalne do energii i liczby rozproszonych wstecznie fotonów na punktach obiektu. Kolimator jest ukształtowany w postaci kołowej tarczy z n radialnymi szczelinami przy czym tarcza kolimatora jest wyposażona w sprzężone mechanicznie układ napędowy ruchu obrotowego wokół własnej osi oraz układ napędowy ruchu obrotowego po trajektorii pola promieniowania rentgenowskiego sterowane przez układ sterowania i synchronizacji z komputera. Wejścia pomiarowe i są połączone z czujnikiem kąтового położenia szczelin oraz z czujnikiem obrotu układu napędowego a wejścia pomiarowe są połączone z detektorami rozproszonego wstecznie promieniowania rentgenowskiego.

Z kolei z dokumentu patentowego PL 230856B1 znany jest obrazujący detektor promieniowania rentgenowskiego przeznaczony do wykonywania zdjęć rentgenowskich wysokiej rozdzielczości w radiografii medycznej i przemysłowej odznacza się tym, że posiada scyntylacyjny pikselizowany przetwornik promieniowania rentgenowskiego na światło widzialne zwłaszcza zielone osadzony w płaszczyźnie górnej poziomej światłoszczelnej obudowy przy czym

krawędzie poziome i pionowe przetwornika są osadzone przesuwnie odpowiednio w prowadnicach poziomych i pionowych napędzanych silnikiem krokowym sterowanym przez komputer. Pod płaszczyzną scyntylacyjnego pikselizowanego przetwornika umieszczone jest lustro pod kątem α 40° - 60° usytuowane przeciwległe do obiektywu cyfrowej kamery połączonej przez układ przetwarzania i transmisji danych z komputerem.

W dokumencie patentowym PL 227227B1 opisano miniaturowe źródło promieniowania rentgenowskiego typu MEMS, wykonane technikami mikroinżynieryjnymi z wykorzystaniem bondingu anodowego, wykorzystujące mikropompę charakteryzuje się tym, że ma próżnioszczelne komory: mikrokomorę źródła oraz połączoną z nią mikropompę, przy czym mikrokomora źródła zbudowana jest z ułożonych naprzemiennie elektrod i dystansowników, stanowiących jednocześnie jej obudowę: kolejno z katody, stanowiącej podstawę dolną, pierwszego dystansownika, elektrody ekstrakcyjnej, drugiego dystansownika, elektrody sterującej, trzeciego dystansownika i anody, stanowiącej podstawę górną, z czego, poza skrajnymi elektrodami, elementy te posiadają współśrodkowe, przelotowe otwory, natomiast elektroda ekstrakcyjna i drugi dystansownik są wspólne dla mikrokomory źródła i mikropompy, w drugim dystansowniku wykonany jest zaś kanał łączący mikropompę z mikrokomorą źródła.

W jeszcze innym dokumencie patentowym PL 238735PL ujawniono aparat do spektroskopii fotoelektronów twardego promieniowania rentgenowskiego, który zawiera źródło promieniowania rentgenowskiego, analizator, manipulator próbki, komorę do analizy i próżniowe systemy usuwające, przy czym w trójwymiarowej przestrzeni wyznaczonej przez prostokątny układ osi współrzędnych (XYZ) próbka w kształcie płytki jest rozmieszczona tak, aby mogła być obracana wokół osi (Z) za pomocą wymienionego manipulatora próbki, przy czym źródło promieniowania rentgenowskiego zawiera działło elektronowe, która przyspiesza i ogniskuje elektrony, tarcza, która jest napromieniowywana elektronami przyspieszonymi i ogniskowanymi przez działło elektronowe, aby generować promieniowanie

rentgenowskie, zespół kryształu monochromatorowego, przy czym zespół kryształu monochromatorowego spełnia warunek Bragga dyfrakcji rentgenowskiej w płaszczyźnie (X-Y), aby załamywać/odbijać i monochromatyzować promieniowanie rentgenowskie wygenerowane w wymienionym obiekcie i ekstrahować jedynie charakterystyczne promienie rentgenowskie, a z drugiej strony pozycja napromieniowywania wiązką elektronów na środku tarczy środka zespołu kryształu monochromatorowego próbki jest rozmieszczona na okręgu Rowlanda, aby minimalizować aberrację ogniskowania na próbce, zespół kryształu monochromatorowego znajduje się na okręgu o promieniu dwa razy większym od promienia okręgu Rowlanda w płaszczyźnie (X-Y) korzystnie pozycja napromieniowywania wiązką elektronów na wymienionej tarczy i środek próbki znajdują się na każdym z dwóch ognisk elipsy stykającej się z wymienionym okręgiem Rowlanda w środku zespołu kryształu monochromatorowego, wymieniony zespół kryształu monochromatorowego ma toroidalną powierzchnię w kierunku osi Z uzyskaną przez obrót wymienionej elipsy stykającej się z wymienionym okręgiem Rowlanda wokół linii prostej łączącej pozycję napromieniowywania wiązką elektronów na wymienionej tarczy i środek próbki, i zbiornik próżniowy do instalacji tych komponentów, przy czym zespół kryształu monochromatorowego stosowany do monochromatyzacji z dyfrakcją i odbiciem wymienionego źródła promieniowania rentgenowskiego znajduje się w okręgu Rowlanda wraz z wymienioną tarczą i wymienioną próbką, spełniając taki warunek, że rozproszona wiązka promieniowania rentgenowskiego koncentruje się na powierzchni próbki przy minimalnej aberracji, przy czym okrąg Rowlanda jest umieszczony ortogonalnie do powierzchni próbki, przy czym oś optyczna wymienionego analizatora jest umieszczona prostopadle (w kierunku osi X) do kierunku padania (w kierunku osi Y) promieniowania rentgenowskiego lub w zakresie kąta ± 36 stopni w płaszczyźnie (X-Y) i w zakresie kąta ± 49 stopni w płaszczyźnie (X-Z), przy czym próbka jest umieszczona tak, że wymienione promieniowanie rentgenowskie załamane i odbite przez powierzchnię odbicia znajduje się w pozycjach ogniskowania na powierzchni wymienionej próbki i ukośnie pada na powierzchnię wymienionej próbki tak, że plamka wymienionego

promieniowania rentgenowskiego podłużnie rozciąga się wzdłuż linii zasadniczo równoległe do osi (Y) (zasadniczo prostopadle do osi X), i przy czym otwór szczeliny zapewnionej przy wejściu wymienionego analizatora jest rozmieszczony równoległe do kierunku, w którym wymieniona plamka promieniowania rentgenowskiego podłużnie rozciąga się na powierzchni próbki.

W jeszcze innym dokumencie patentowym PL 216728B1 opisano źródło modulowanego promieniowania termicznego, przeznaczone do pracy w szerokim zakresie spektralnym podczerwieni, długości fal promieniowania 3-14 μm . Źródło modulowanego promieniowania termicznego według wynalazku posiada planarną strukturę p^+-n-n^+ lub n^+-p-p^+ wykonaną na krzemowym podłożu. Na górnej powierzchni podłoża krzemowego znajdują się obszary dyfuzyjne n^+ i obszary dyfuzyjne p^+ , kontakty metaliczne oraz dyfuzyjny obszar ekranujący. Obszary te pokryte są warstwą pasywującą (poza obszarami kontaktów metalicznych) oraz warstwą odbijającą, która dotyka do kontaktów metalicznych, zachodzi nieco poza obrys tych obszarów, i rozciąga się na zewnątrz poza obszar ekranujący. Natomiast na dolnej, wypolerowanej powierzchni podłoża znajduje się warstwa pasywująca i/lub warstwa odbijająca. Warstwy pasywujące mogą być warstwami złożonymi z warstw przeźroczystych dla podczerwieni o na przemian zmieniających się współczynnikach załamania wysokim i niskim, warstwami tlenku krzemu lub też warstwami azotku krzemu.

Dotychczas stosowane targety transmisyjne umożliwiają uzyskanie tylko stałego spektrum emisyjnego w ramach danego urządzenia, co stanowi problem techniczny. Dlatego też celem wynalazku było stworzenie rozwiązania pozwalającego na zmianę spektrum emisyjnego w obrębie jednego urządzenia.

Istotą wynalazku jest target transmisyjny o wybieralnej charakterystyce spektralnej do miniaturowego źródła rentgenowskiego wykonanego w technologii MEMS, charakteryzujący się tym, że jest wykonany z cienkiej krzemowej membrany, na którą zostały naniesione równoległe do siebie warstwy metaliczne, a wybór konkretnego obszaru, z którego ma następować emisja źródła rentgenowskiego, jest realizowany za pomocą układu odchyłania wiązki

elektronów zastosowanego w źródle, lub przy zastosowaniu kilku niezależnych katod emisyjnych tworzących matrycę, z których każda emituje elektrony na wydzielony obszar targetu transmisyjnego.

Korzystnie warstwy metaliczne są ułożone na powierzchni cienkiej krzemowej membrany w postaci równoległych pasków, kwadratów lub innych geometrii pokrywających obszary większe niż wielkość plamki elektronów.

Korzystnie warstwy metaliczne wykonane są z materiałów możliwych do osadzenia na krzemie, takich jak: złoto (Au), miedź (Cu), nikiel (Ni), tytan (Ti) lub molibden (Mo), wolfram (W), wanad (V), chrom (Cr), żelazo (Fe), platyna (Pt), pallad (Pd), srebro (Ag).

Warstwy metaliczne wykorzystane w targecie transmisyjnym według wynalazku mogą obejmować różne materiały, takie jak np. złoto (Au), miedź (Cu), nikiel (Ni), tytan (Ti) lub molibden (Mo), wolfram (W). Ich dobór jest zależny od wymagań aplikacji. Każdy z metali emituje piki charakterystyczne dla specyficznej długości fali. Zmienia się też intensywność promieniowania hamowania.

Układ sterowania wiązką elektronów przy wyborze konkretnego obszaru, z którego ma następować emisja źródła rentgenowskiego, umożliwia odchylenie wiązki tak, aby trafiała w wybraną warstwę metaliczną, wywołując emisję o określonym spektrum.

Matryca, niezależnie sterowanych katod emisyjnych, umożliwia emisję elektronów w kierunku pojedynczego obszaru targetu transmisyjnego.

Wynalazek może znaleźć zastosowanie w szerokim zakresie aplikacji, takich jak diagnostyka materiałowa, obrazowanie medyczne czy inspekcja elektroniki, gdzie ważne może być uzyskanie promieniowania rentgenowskiego o zmiennej charakterystyce spektralnej. W diagnostyce materiałowej może zostać wykorzystany do uzyskania obrazów rentgenowskich o różnej głębokości penetracji, co pozwala na lepszą ocenę struktury materiałów. W obrazowaniu medycznym selektywne generowanie promieniowania o różnych spektrach może pozwolić na uzyskanie lepszych kontrastów prześwietleń.

Wynalazek został bliżej przedstawiony w przykładach realizacji oraz na rysunku, na którym:

Fig. 1 przedstawia schemat koncepcyjny paskowego targetu transmisyjnego z odchylaną wiązką elektronów.

Fig. 2 przedstawia schemat koncepcyjny paskowego targetu transmisyjnego oświetlanego wiązką elektronów z wybranego emitera z matrycy emiterów.

Przykład 1

Target transmisyjny o wybieralnej charakterystyce spektralnej do miniaturowego źródła rentgenowskiego wykonanego w technologii MEMS, jak przedstawiono na fig. 1, składa się z cienkiej krzemowej membrany z naniesionymi na jej powierzchnię warstwami metalicznymi takimi jak np. złoto (Au), miedź (Cu), nikiel (Ni), tytan (Ti) lub molibden (Mo), wolfram (W), ułożonymi względem siebie w formie równoległych pasków o wymiarach większych niż wielkość padającej na nie plamki elektronów (wiązka może być skupiana/ rozskupiana na targecie transmisyjnym do plamki o przekroju od dziesiątek mikrometrów do kilku milimetrów). Wybór obszaru, z którego następuje emisja promieniowania rentgenowskiego, realizowany jest poprzez elektrostatyczne odchylenie wiązki elektronów kierując ją na dany obszar.

Przykład 2

Target transmisyjny o wybieralnej charakterystyce spektralnej do miniaturowego źródła rentgenowskiego wykonanego w technologii MEMS, jak przedstawiono na fig. 2, składa się z cienkiej krzemowej membrany z naniesionymi na jej powierzchnię warstwami metalicznymi takimi jak np. wanad (V), chrom (Cr), żelazo (Fe), platyna (Pt) lub pallad (Pd), srebro (Ag), ułożonymi względem siebie w formie kwadratów o wymiarach większych niż wielkość padającej na nie plamki elektronów (wiązka może być skupiana/ rozskupiana na targecie do plamki o przekroju od dziesiątek mikrometrów do kilku milimetrów). Wybór obszaru, z którego następuje emisja promieniowania rentgenowskiego, realizowany jest poprzez wywołanie emisji z wybranego emitera elektronów spośród ich matrycy.

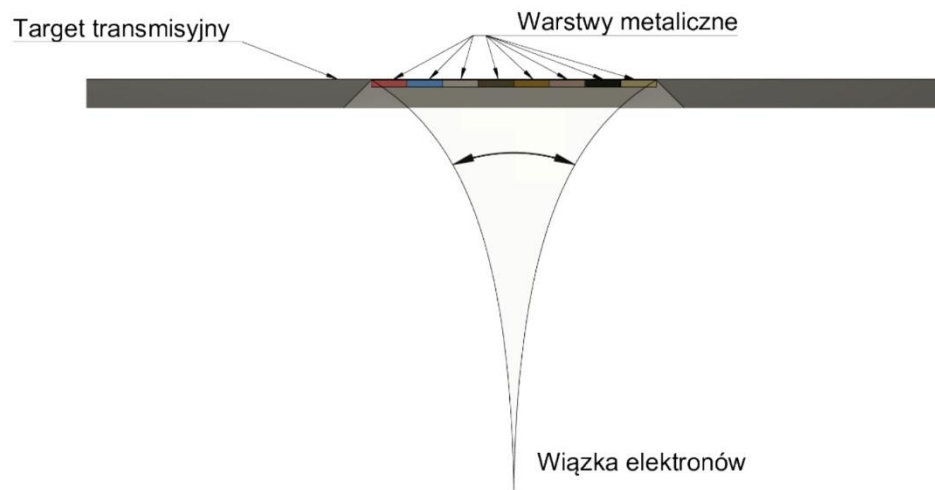


Fig. 1

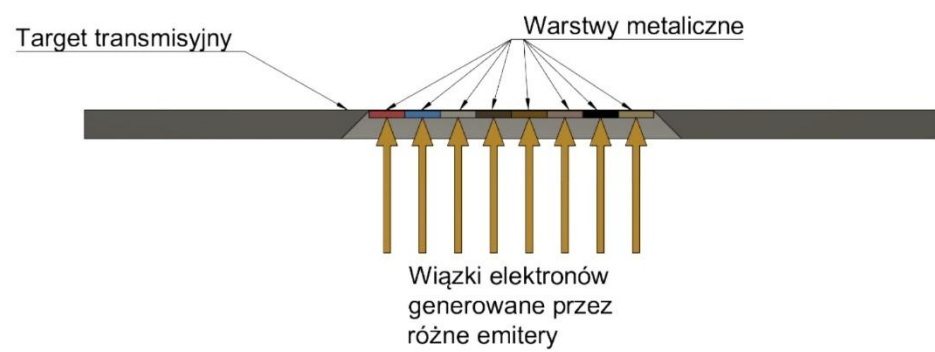


Fig 2

Zastrzeżenia patentowe

1. Target transmisyjny o wybieralnej charakterystyce spektralnej do miniaturowego źródła rentgenowskiego wykonanego w technologii MEMS, **znamienny tym, że** jest wykonany z cienkiej krzemowej membrany, na którą zostały naniesione równoległe do siebie warstwy metaliczne, a wybór konkretnego obszaru, z którego ma następować emisja źródła rentgenowskiego jest realizowany za pomocą układu odchyłania wiązki elektronów zastosowanemu w źródle, lub przy zastosowaniu kilku niezależnych katod emisyjnych tworzących matrycę, z których każda emituje elektrony na wydzielony obszar targetu transmisyjnego.
2. Target transmisyjny według zastrz. 1 **znamienny tym, że** warstwy metaliczne są ułożone na powierzchni cienkiej krzemowej membrany w postaci równoległych pasków, kwadratów lub innych geometrii pokrywających obszary większe niż wielkość plamki elektronów.
3. Target transmisyjny według zastrz. 1 **znamienny tym, że** warstwy metaliczne wykonane są z możliwych do osadzenia na krzemie, takich jak: złoto (Au), miedź (Cu), nikiel (Ni), tytan (Ti), molibden (Mo), wolfram (W),), wanad (V), chrom (Cr), żelazo (Fe), platyna (Pt), pallad (Pd), srebro (Ag).

Skrót opisu

Przedmiotem wynalazku jest target transmisyjny o wybieralnej charakterystyce spektralnej do miniaturowego źródła rentgenowskiego wykonanego w technologii MEMS, charakteryzujący się tym, że jest wykonany z cienkiej krzemowej membrany, na którą zostały naniesione równoległe do siebie warstwy metaliczne, a wybór konkretnego obszaru, z którego ma następować emisja źródła rentgenowskiego jest realizowany za pomocą układu odchylania wiązki elektronów zastosowanemu w źródle, lub przy zastosowaniu kilku niezależnych katod emisyjnych tworzących matrycę, z których każda emituje elektrony na wydzielony obszar targetu transmisyjnego.

Fig. 1

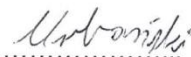
(3 zastrzeżenia)

Oświadczenia współautorów

Oświadczenie

Oświadczam, że w pracy Paweł Urbański, Tomasz P. Grzebyk., Review of X-ray detection systems. Opto-Electronics Review., 31, 3, e146554, 1-8, 2023, moje zaangażowanie polegało na:

- wykonaniu przeglądu literatury,
- analizie stanu wiedzy,
- przygotowaniu grafik,
- pisaniu i korektach manuskryptu
- prowadzeniu korespondencji z redakcją czasopisma w trakcie procesu publikacyjnego.



.....
Podpis osoby składającej oświadczenie

Prof. dr hab. inż. Tomasz Grzebyk
Politechnika Wrocławska

Wrocław 13.04.2026

Oświadczenie

Oświadczam, że w pracy Paweł Urbański, Tomasz P. Grzebyk., Review of X-ray detection systems. Opto-Electronics Review., 31, 3, e146554, 1-8, 2023, moje zaangażowanie polegało na:

- konsultacji pracy,
- sprawdzeniu i korektach manuskryptu.



.....
Podpis osoby składającej oświadczenie

Oświadczenie

Oświadczam, że w pracy Paweł Urbański, Piotr Szyszka, Tomasz P. Grzebyk, CNT-PVP field electron source formed by thermo-mechanical pulling of carbon nanotubes, Ultramicroscopy, 2025, vol. 272, art. 114183, moje zaangażowanie polegało na:

- opracowaniu koncepcji źródła elektronów z kompozytu CNT-PVP,
- wykonywaniu procesów technologicznych,
- opracowywaniu struktur testowych,
- opracowywaniu układów pomiarowych,
- wykonywaniu pomiarów,
- analizie i weryfikacji wyników pomiarów,
- przygotowywaniu grafik oraz wykresów,
- pisaniu i korektach manuskryptu,
- prowadzeniu korespondencji z redakcją czasopisma w trakcie procesu publikacyjnego.

.....
Podpis osoby składającej oświadczenie

Oświadczenie

Oświadczam, że w pracy Paweł Urbański, Piotr Szyszka, Tomasz P. Grzebyk, CNT-PVP field electron source formed by thermo-mechanical pulling of carbon nanotubes, Ultramicroscopy, 2025, vol. 272, art. 114183, moje zaangażowanie polegało na:

- wykonaniu symulacji działania emitera elektronów,
- sprawdzeniu manuskryptu.



.....
Podpis osoby składającej oświadczenie

Oświadczenie

Oświadczam, że w pracy Paweł Urbański, Piotr Szyszka, Tomasz P. Grzebyk, CNT-PVP field electron source formed by thermo-mechanical pulling of carbon nanotubes, Ultramicroscopy, 2025, vol. 272, art. 114183, moje zaangażowanie polegało na:

- konsultacji pracy,
- pomocy w analizie wyników,
- sprawdzeniu i korektach manuskryptu.


.....
Podpis osoby składającej oświadczenie

Oświadczenie

Oświadczam, że w pracy Paweł Urbański, Piotr Szyszka, Marcin S. Białas, Tomasz P. Grzebyk.:
Point field emission electron source with a magnetically focused electron beam.
Ultramicroscopy., 258, 113911, 2024, moje zaangażowanie polegało na:

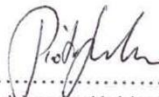
- wykonywaniu procesów technologicznych,
- opracowywaniu struktur testowych,
- opracowywaniu układów pomiarowych,
- wykonywaniu pomiarów,
- analizie i weryfikacji wyników pomiarów,
- przygotowywaniu grafik oraz wykresów,
- pisaniu i korektach manuskryptu,
- prowadzeniu korespondencji z redakcją czasopisma w trakcie procesu publikacyjnego.

.....
Podpis osoby składającej oświadczenie

Oświadczenie

Oświadczam, że w pracy Paweł Urbański, Piotr Szyszka, Marcin S. Białas, Tomasz P. Grzebyk.:
Point field emission electron source with a magnetically focused electron beam.
Ultramicroscopy., 258, 113911, 2024, moje zaangażowanie polegało na:

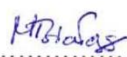
- wykonaniu symulacji elektrostatycznego oraz magnetycznego ogniskowania wiązki elektronów,
- sprawdzeniu manuskryptu.


.....
Podpis osoby składającej oświadczenie

Oświadczenie

Oświadczam, że w pracy Paweł Urbański, Piotr Szyszka, Marcin S. Białas, Tomasz P. Grzebyk.:
Point field emission electron source with a magnetically focused electron beam.
Ultramicroscopy., 258, 113911, 2024, moje zaangażowanie polegało na:

- Wykonaniu układu mechanicznego usprawniającego wykonanie pomiarów.


.....
Podpis osoby składającej oświadczenie

Oświadczenie

Oświadczam, że w pracy Paweł Urbański, Piotr Szyszka, Marcin S. Białas, Tomasz P. Grzebyk.:
Point field emission electron source with a magnetically focused electron beam.
Ultramicroscopy., 258, 113911, 2024, moje zaangażowanie polegało na:

- opracowaniu koncepcji prac badawczych,
- opracowaniu systemu ogniskowania magnetycznego wiązki elektronów w systemach MEMS
- konsultacji pracy,
- pomocy w analizie wyników,
- sprawdzeniu i korektach manuskryptu.


.....
Podpis osoby składającej oświadczenie

Oświadczenie

Oświadczam, że w pracy Paweł Urbański, Tomasz P. Grzebyk.: Detection system for a miniature MEMS X-ray source., Opto-Electronics Review., 31, 4, e147038, 1-6, 2023, moje zaangażowanie polegało na:

- wykonywaniu procesów technologicznych,
- opracowywaniu struktur testowych,
- opracowywaniu układów pomiarowych,
- wykonywaniu pomiarów,
- analizie i weryfikacji wyników pomiarów,
- przygotowywaniu grafik oraz wykresów,
- pisaniu i korektach manuskryptu,
- prowadzeniu korespondencji z redakcją czasopisma w trakcie procesu publikacyjnego.


.....
Podpis osoby składającej oświadczenie

Oświadczenie

Oświadczam, że w pracy Paweł Urbański, Tomasz P. Grzebyk.: Detection system for a miniature MEMS X-ray source., Opto-Electronics Review., 31, 4, e147038, 1-6, 2023, moje zaangażowanie polegało na:

- konsultacji pracy,
- pomocy w analizie wyników,
- sprawdzeniu i korektach manuskryptu.

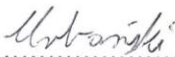


.....
Podpis osoby składającej oświadczenie

Oświadczenie

Oświadczam, że w pracy Paweł Urbański, Marcin S. Białas, Michał Krysztof, Tomasz P. Grzebyk.: Transmission target for a MEMS X-ray source. Journal of Microelectromechanical Systems. 32, 4, 398-404, 2023, moje zaangażowanie polegało na:

- wykonywaniu procesów technologicznych,
- opracowywaniu struktur testowych,
- opracowywaniu układów pomiarowych,
- wykonywaniu pomiarów,
- analizie i weryfikacji wyników pomiarów,
- przygotowywaniu grafik oraz wykresów,
- pisaniu i korektach manuskryptu,
- prowadzeniu korespondencji z redakcją czasopisma w trakcie procesu publikacyjnego.


.....
Podpis osoby składającej oświadczenie

Oświadczenie

Oświadczam, że w pracy Paweł Urbański, Marcin S. Białas, Michał Krysztof, Tomasz P. Grzebyk.: Transmission target for a MEMS X-ray source. Journal of Microelectromechanical Systems. 32, 4, 398-404, 2023, moje zaangażowanie polegało na:

- Wykonaniu układu mechanicznego usprawniającego wykonanie pomiarów.

.....*M. Białas*.....
Podpis osoby składającej oświadczenie

Oświadczenie

Oświadczam, że w pracy Paweł Urbański, Marcin S. Białas, Michał Krysztof, Tomasz P. Grzebyk.: Transmission target for a MEMS X-ray source. Journal of Microelectromechanical Systems. 32, 4, 398-404, 2023, moje zaangażowanie polegało na:

- konsultacji pracy,
- wykonaniu symulacji oddziaływania elektronów z targetem,
- pomocy w analizie wyników,
- pisaniu i korektach manuskryptu.


.....
Podpis osoby składającej oświadczenie

Oświadczenie

Oświadczam, że w pracy Paweł Urbański, Marcin S. Białas, Michał Krysztof, Tomasz P. Grzebyk.: Transmission target for a MEMS X-ray source. Journal of Microelectromechanical Systems. 32, 4, 398-404, 2023, moje zaangażowanie polegało na:

- opracowaniu koncepcji prac badawczych,
- konsultacji pracy,
- pomocy w analizie wyników,
- pisaniu, sprawdzeniu i korektach manuskryptu.

.....
Podpis osoby składającej oświadczenie

Oświadczenie

Oświadczam, że w pracy Paweł Urbański, Tomasz P. Grzebyk, Michał Krysztof, Damian Nowak.: Optimization of the transmission X-ray target towards obtaining monochromatic radiation. Advanced Optical Materials., 2401534, 1-7, 2024, moje zaangażowanie polegało na:

- wykonywaniu procesów technologicznych,
- opracowywaniu struktur testowych,
- opracowywaniu układów pomiarowych,
- wykonywaniu pomiarów,
- analizie i weryfikacji wyników pomiarów,
- przygotowywaniu grafik oraz wykresów,
- pisaniu i korektach manuskryptu,
- prowadzeniu korespondencji z redakcją czasopisma w trakcie procesu publikacyjnego.



.....
Podpis osoby składającej oświadczenie

Oświadczenie

Oświadczam, że w pracy Paweł Urbański, Tomasz P. Grzebyk, Michał Krysztof, Damian Nowak.: Optimization of the transmission X-ray target towards obtaining monochromatic radiation. Advanced Optical Materials., 2401534, 1-7, 2024, moje zaangażowanie polegało na:

- konsultacji pracy,
- pomocy w analizie wyników,
- sprawdzeniu i korektach manuskryptu.


.....
Podpis osoby składającej oświadczenie

Oświadczenie

Oświadczam, że w pracy Paweł Urbański, Tomasz P. Grzebyk, Michał Krysztof, Damian Nowak.: Optimization of the transmission X-ray target towards obtaining monochromatic radiation. Advanced Optical Materials., 2401534, 1-7, 2024, moje zaangażowanie polegało na:

- konsultacji pracy,
- wykonaniu symulacji oddziaływania elektronów z targetem,
- pomocy w analizie wyników,
- korektach manuskryptu.


Podpis osoby składającej oświadczenie

Oświadczenie

Oświadczam, że w pracy Paweł Urbański, Tomasz P. Grzebyk, Michał Krysztof, Damian Nowak.: Optimization of the transmission X-ray target towards obtaining monochromatic radiation. Advanced Optical Materials., 2401534, 1-7, 2024, moje zaangażowanie polegało na:

- pisaniu manuskryptu,
- wykonywaniu procesów technologicznych.



.....
Podpis osoby składającej oświadczenie

Oświadczenie

Oświadczam, że w pracy Paweł Urbański, Tomasz P. Grzebyk, Sustaining high vacuum in sealed MEMS devices: role of ion-sorption pump and electron-stimulated desorption, Measurement, vol. 266, art. 120496, 2026, moje zaangażowanie polegało na:

- wykonywaniu procesów technologicznych,
- opracowywaniu struktur testowych,
- opracowywaniu układów pomiarowych,
- wykonywaniu pomiarów,
- analizie i weryfikacji wyników pomiarów,
- przygotowywaniu grafik oraz wykresów,
- pisaniu i korektach manuskryptu,
- prowadzeniu korespondencji z redakcją czasopisma w trakcie procesu publikacyjnego.

.....*Urbański*.....
Podpis osoby składającej oświadczenie

Oświadczenie

Oświadczam, że w pracy Paweł Urbański, Tomasz P. Grzebyk, Sustaining high vacuum in sealed MEMS devices: role of ion-sorption pump and electron-stimulated desorption, Measurement, vol. 266, art. 120496, 2026, moje zaangażowanie polegało na:

- konsultacji pracy,
- pomocy w analizie wyników,
- uczestniczeniu w wykonywaniu pomiarów,
- sprawdzeniu i korektach manuskryptu.



.....
Podpis osoby składającej oświadczenie

Oświadczenie

Oświadczam, że w pracy Paweł Urbański, Tomasz P. Grzebyk.: MEMS-compatible X-Ray source. Journal of Microelectromechanical Systems. 33, 5, 508-510, 2024, moje zaangażowanie polegało na:

- wykonywaniu procesów technologicznych,
- opracowywaniu struktur testowych,
- opracowywaniu układów pomiarowych,
- wykonywaniu pomiarów,
- analizie i weryfikacji wyników pomiarów,
- przygotowywaniu grafik oraz wykresów,
- pisaniu i korektach manuskryptu,
- prowadzeniu korespondencji z redakcją czasopisma w trakcie procesu publikacyjnego.



.....
Podpis osoby składającej oświadczenie

Oświadczenie

Oświadczam, że w pracy Paweł Urbański, Tomasz P. Grzebyk.: MEMS-compatible X-Ray source. Journal of Microelectromechanical Systems. 33, 5, 508-510, 2024, moje zaangażowanie polegało na:

- opracowaniu koncepcji budowy źródła rentgenowskiego MEMS,
- opracowaniu koncepcji prac badawczych,
- konsultacji pracy,
- pomocy w analizie wyników,
- sprawdzeniu i korektach manuskryptu.


.....
Podpis osoby składającej oświadczenie

Oświadczenie

Oświadczam, że w pracy Paweł Urbański, Tomasz P. Grzebyk, X-rays on a chip: characterization of a monolithically integrated MEMS X-ray source, Measurement, 2026, vol. 259, pt. B, art. 119722, moje zaangażowanie polegało na:

- wykonywaniu procesów technologicznych,
- opracowywaniu struktur testowych,
- opracowywaniu układów pomiarowych,
- wykonywaniu pomiarów,
- analizie i weryfikacji wyników pomiarów,
- przygotowywaniu grafik oraz wykresów,
- pisaniu i korektach manuskryptu,
- prowadzeniu korespondencji z redakcją czasopisma w trakcie procesu publikacyjnego.



.....
Podpis osoby składającej oświadczenie

Oświadczenie

Oświadczam, że w pracy Paweł Urbański, Tomasz P. Grzebyk, X-rays on a chip: characterization of a monolithically integrated MEMS X-ray source, Measurement, 2026, vol. 259, pt. B, art. 119722, moje zaangażowanie polegało na:

- opracowaniu koncepcji budowy źródła rentgenowskiego MEMS,
- opracowaniu koncepcji prac badawczych,
- konsultacji pracy,
- pomocy w analizie wyników,
- sprawdzeniu i korektach manuskryptu.

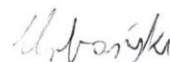


.....
Podpis osoby składającej oświadczenie

Oświadczenie

Oświadczam, że w pracy Paweł Urbański, Piotr Szyszka, MEMS X-ray source enables ultra-compact XRF spectrometry for in situ extraterrestrial surface analysis, Acta Astronautica, 2026, vol. 241, moje zaangażowanie polegało na:

- wykonywaniu procesów technologicznych,
- opracowywaniu struktur testowych,
- opracowywaniu układów pomiarowych,
- wykonywaniu pomiarów,
- analizie i weryfikacji wyników pomiarów,
- przygotowywaniu grafik oraz wykresów,
- pisaniu i korektach manuskryptu,
- prowadzeniu korespondencji z redakcją czasopisma w trakcie procesu publikacyjnego.



.....
Podpis osoby składającej oświadczenie

Oświadczenie

Oświadczam, że w pracy Paweł Urbański, Piotr Szyszka, MEMS X-ray source enables ultra-compact XRF spectrometry for in situ extraterrestrial surface analysis, Acta Astronautica, 2026, vol. 241, moje zaangażowanie polegało na:

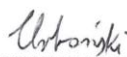
- opracowywaniu koncepcji prac badawczych
- uczestnictwie w pomiarach,
- konsultacjach pracy,
- pisaniu, sprawdzeniu i korektach manuskryptu.


.....
Podpis osoby składającej oświadczenie

Oświadczenie

Oświadczam, że w pracy Paweł Urbański, Tomasz P. Grzebyk, 2025, Sposób mechaniczno-termicznego formowania na podłożu form przestrzennych z nanorurek węglowych, Patent. Polska, nr PL 248202, moje zaangażowanie polegało na:

- opracowaniu koncepcji rozwiązania technologicznego,
- wykonywaniu procesów technologicznych,
- opracowywaniu struktur testowych,
- weryfikacji eksperymentalnej rozwiązania technologicznego,
- przygotowywaniu grafik,
- pisaniu i korektach zgłoszenia patentowego,
- kontakcie z działem patentowym.


.....
Podpis osoby składającej oświadczenie

Oświadczenie

Oświadczam, że w pracy Paweł Urbański, Tomasz P. Grzebyk, 2025, Sposób mechaniczno-termicznego formowania na podłożu form przestrzennych z nanorurek węglowych, Patent. Polska, nr PL 248202, moje zaangażowanie polegało na:

- weryfikacji rozwiązania technologicznego,
- korektach zgłoszenia patentowego.


.....
Podpis osoby składającej oświadczenie

mgr inż. Paweł Urbański
Politechnika Wrocławska

Wrocław 13.04.2026

Oświadczenie

Oświadczam, że w pracy Paweł Urbański, Tomasz P. Grzebyk, 2025, Skaningowe miniaturowe źródło promieniowania rentgenowskiego wykonane w technologii MEMS, Zgłosz. pat. nr P.451597, moje zaangażowanie polegało na:

- opracowaniu koncepcji rozwiązania technologicznego,
- weryfikacji rozwiązania technologicznego,
- przygotowywaniu grafik,
- pisaniu i korektach zgłoszenia patentowego,
- kontakcie z działem patentowym.



.....
Podpis osoby składającej oświadczenie

Prof. dr hab. inż. Tomasz Grzebyk
Politechnika Wrocławska

Wrocław 13.04.2026

Oświadczenie

Oświadczam, że w pracy Paweł Urbański, Tomasz P. Grzebyk, 2025, Skaningowe miniaturowe źródło promieniowania rentgenowskiego wykonane w technologii MEMS, Zgłosz. pat. nr P.451597, moje zaangażowanie polegało na:

- opracowaniu koncepcji rozwiązania technologicznego,
- weryfikacji rozwiązania technologicznego,
- korektach zgłoszenia patentowego.



.....
Podpis osoby składającej oświadczenie

Oświadczenie

Oświadczam, że w pracy Paweł Urbański, Tomasz P. Grzebyk, 2025, Wielo-emiterowe, miniaturowe źródło promieniowania rentgenowskiego wykonane w technologii MEMS, Zgłosz. pat. nr : P.451598, moje zaangażowanie polegało na:

- opracowaniu koncepcji rozwiązania technologicznego,
- weryfikacji rozwiązania technologicznego,
- przygotowywaniu grafik,
- pisaniu i korektach zgłoszenia patentowego,
- kontakcie z działem patentowym.



.....
Podpis osoby składającej oświadczenie

Prof. dr hab. inż. Tomasz Grzebyk
Politechnika Wrocławska

Wrocław 13.04.2026

Oświadczenie

Oświadczam, że w pracy Paweł Urbański, Tomasz P. Grzebyk, 2025, Wielo-emiterowe, miniaturowe źródło promieniowania rentgenowskiego wykonane w technologii MEMS, Zgłosz. pat. nr : P.451598, moje zaangażowanie polegało na:

- opracowaniu koncepcji rozwiązania technologicznego,
- weryfikacji rozwiązania technologicznego,
- korektach zgłoszenia patentowego.

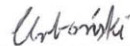


.....
Podpis osoby składającej oświadczenie

Oświadczenie

Oświadczam, że w pracy Paweł Urbański, Tomasz P. Grzebyk, 2025, Target transmisyjny o wybieralnej charakterystyce spektralnej do miniaturowego źródła rentgenowskiego wykonanego w technologii MEMS, Zgłosz. pat. nr P.451599, moje zaangażowanie polegało na:

- opracowaniu koncepcji rozwiązania technologicznego,
- weryfikacji rozwiązania technologicznego,
- przygotowywaniu grafik,
- pisaniu i korektach zgłoszenia patentowego,
- kontakcie z działem patentowym.

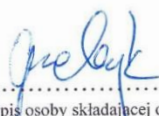


.....
Podpis osoby składającej oświadczenie

Oświadczenie

Oświadczam, że w pracy Paweł Urbański, Tomasz P. Grzebyk, 2025, Target transmisyjny o wybieralnej charakterystyce spektralnej do miniaturowego źródła rentgenowskiego wykonanego w technologii MEMS, Zgłosz. pat. nr P.451599, moje zaangażowanie polegało na:

- opracowaniu koncepcji rozwiązania technologicznego,
- weryfikacji rozwiązania technologicznego,
- korektach zgłoszenia patentowego.


.....
Podpis osoby składającej oświadczenie

Bibliografia

- [1] S. D. Senturia, *Microsystem Design*. Boston, MA: Springer US, 2001. doi: 10.1007/b117574.
- [2] M. J. Madou, *Fundamentals of Microfabrication and Nanotechnology, Three-Volume Set*. CRC Press, 2018. doi: 10.1201/9781315274164.
- [3] A. S. Algamili *i in.*, „A Review of Actuation and Sensing Mechanisms in MEMS-Based Sensor Devices”, *Nanoscale Res. Lett.*, t. 16, nr 1, s. 16, sty. 2021, doi: 10.1186/s11671-021-03481-7.
- [4] L. Midolo, A. Schliesser, i A. Fiore, „Nano-opto-electro-mechanical systems”, *Nat. Nanotechnol.*, t. 13, nr 1, s. 11–18, sty. 2018, doi: 10.1038/s41565-017-0039-1.
- [5] F. Lin *i in.*, „Synchrotron X-ray Analytical Techniques for Studying Materials Electrochemistry in Rechargeable Batteries”, *Chem. Rev.*, t. 117, nr 21, s. 13123–13186, lis. 2017, doi: 10.1021/acs.chemrev.7b00007.
- [6] E. Marguí *i in.*, „An overview of the applications of total reflection X-ray fluorescence spectrometry in food, cosmetics, and pharmaceutical research”, *J. Anal. At. Spectrom.*, t. 39, nr 7, s. 1700–1719, 2024, doi: 10.1039/D4JA00096J.
- [7] A. Lopez, R. Bacelar, I. Pires, T. G. Santos, J. P. Sousa, i L. Quintino, „Non-destructive testing application of radiography and ultrasound for wire and arc additive manufacturing”, *Addit. Manuf.*, t. 21, s. 298–306, maj 2018, doi: 10.1016/j.addma.2018.03.020.
- [8] L. Mino, E. Borfecchia, J. Segura-Ruiz, C. Giannini, G. Martinez-Criado, i C. Lamberti, „Materials characterization by synchrotron x-ray microprobes and nanoprobe”, *Rev. Mod. Phys.*, t. 90, nr 2, s. 025007, cze. 2018, doi: 10.1103/RevModPhys.90.025007.
- [9] X. Li, X. Wang, Y. Li, i Y. Liu, „Production and Heat Properties of an X-ray Reflective Anode Based on a Diamond Heat Buffer Layer”, *Materials*, t. 13, nr 1, s. 241, sty. 2020, doi: 10.3390/ma13010241.
- [10] B. A. Bircher, S. Neuhaus, A. Küng, i F. Meli, „Measurement of temperature induced X-ray tube transmission target displacements for dimensional computed tomography”, *Precis. Eng.*, t. 72, s. 409–416, lis. 2021, doi: 10.1016/j.precisioneng.2021.06.002.
- [11] J. Winter *i in.*, „Heat management of a compact x-ray source for microbeam radiotherapy and FLASH treatments”, *Med. Phys.*, t. 49, nr 5, s. 3375–3388, maj 2022, doi: 10.1002/mp.15611.
- [12] Y. Z. Lee, L. Burk, K. Wang, G. Cao, J. Lu, i O. Zhou, „Carbon nanotube based X-ray sources: Applications in pre-clinical and medical imaging”, *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. A*, t. 648, s. S281–S283, sie. 2011, doi: 10.1016/j.nima.2010.11.053.
- [13] A. Sharma, H. S. Kim, D.-W. Kim, i S. Ahn, „A carbon nanotube field-emission X-ray tube with a stationary anode target”, *Microelectron. Eng.*, t. 152, s. 35–40, luty 2016, doi: 10.1016/j.mee.2015.12.021.
- [14] C. Huo, F. Liang, i A. Sun, „Review on development of carbon nanotube field emission cathode for space propulsion systems”, *High Voltage*, t. 5, nr 4, s. 409–415, sie. 2020, doi: 10.1049/hve.2019.0257.
- [15] S. H. Heo, H. J. Kim, J. M. Ha, i S. O. Cho, „A vacuum-sealed miniature X-ray tube based on carbon nanotube field emitters”, *Nanoscale Res. Lett.*, t. 7, nr 1, s. 258, grudz. 2012, doi: 10.1186/1556-276X-7-258.
- [16] B. Weinhausen i S. Köster, „Microfluidic devices for X-ray studies on hydrated cells”, *Lab Chip*, t. 13, nr 2, s. 212–215, 2013, doi: 10.1039/C2LC41014A.
- [17] A. Ghazal, J. P. Lafleur, K. Mortensen, J. P. Kutter, L. Arleth, i G. V. Jensen, „Recent advances in X-ray compatible microfluidics for applications in soft materials and life sciences”, *Lab Chip*, t. 16, nr 22, s. 4263–4295, 2016, doi: 10.1039/C6LC00888G.

- [18] Bernard David, „History of X-rays – 125 years in the making (pt 1)”, <https://www.excellum.com/history-of-x-rays-early-years>.
- [19] Y. UEDA, „Cosmological evolution of supermassive black holes in galactic centers unveiled by hard X-ray observations”, *Proceedings of the Japan Academy, Series B*, t. 91, nr 5, s. 175–192, 2015, doi: 10.2183/pjab.91.175.
- [20] E. Kara i J. García, „Supermassive Black Holes in X-Rays: From Standard Accretion to Extreme Transients”, *Annu. Rev. Astron. Astrophys.*, t. 63, nr 1, s. 379–430, sie. 2025, doi: 10.1146/annurev-astro-071221-052844.
- [21] T. K. Sham i M. L. Rivers, „A Brief Overview of Synchrotron Radiation”, *Rev. Mineral. Geochem.*, t. 49, nr 1, s. 117–147, sty. 2002, doi: 10.2138/gsrmg.49.1.117.
- [22] C. Pellegrini, A. Marinelli, i S. Reiche, „The physics of x-ray free-electron lasers”, *Rev. Mod. Phys.*, t. 88, nr 1, s. 015006, mar. 2016, doi: 10.1103/RevModPhys.88.015006.
- [23] L. C. Johansson, B. Stauch, A. Ishchenko, i V. Cherezov, „A Bright Future for Serial Femtosecond Crystallography with XFELs”, *Trends Biochem. Sci.*, t. 42, nr 9, s. 749–762, wrz. 2017, doi: 10.1016/j.tibs.2017.06.007.
- [24] Ł. Węgrzyński, A. Bartnik, P. Wachulak, T. Fok, i H. Fiedorowicz, „Laser-produced plasma soft x-ray source based on an aerosol target”, *Phys. Plasmas*, t. 27, nr 7, lip. 2020, doi: 10.1063/5.0005933.
- [25] V. Damideh i in., „Experimental results and analysis of plasma dynamics and radiation output of the 100 kV dense plasma focus FAETON-I”, *Sci. Rep.*, t. 15, nr 1, s. 23048, lip. 2025, doi: 10.1038/s41598-025-07939-x.
- [26] R. Collé, „Radionuclidic standardization by primary methods: An overview”, *J. Radioanal. Nucl. Chem.*, t. 280, nr 2, s. 265–273, maj 2009, doi: 10.1007/s10967-009-0509-5.
- [27] A. Yunoki, T. Yamada, Y. Sato, Y. Kawada, i Y. Hino, „Calibration of ⁵⁵Fe activity with a lithium-drifted silicon detector”, *Applied Radiation and Isotopes*, t. 66, nr 6–7, s. 756–759, cze. 2008, doi: 10.1016/j.apradiso.2008.02.014.
- [28] W. D. Coolidge, „A Powerful Röntgen Ray Tube with a Pure Electron Discharge”, *Physical Review*, t. 2, nr 6, s. 409–430, grudz. 1913, doi: 10.1103/PhysRev.2.409.
- [29] A. Omar, P. Andreo, i G. Poludniowski, „A model for the energy and angular distribution of x rays emitted from an x-ray tube. Part I. Bremsstrahlung production”, *Med. Phys.*, t. 47, nr 10, s. 4763–4774, paź. 2020, doi: 10.1002/mp.14359.
- [30] G. Lloyd-Jones, „Basics of X-ray Physics X-ray production”, https://www.radiologymasterclass.co.uk/tutorials/physics/x-ray_physics_production?utm.
- [31] R. Behling, „X-ray sources: 125 years of developments of this intriguing technology”, *Physica Medica*, t. 79, s. 162–187, lis. 2020, doi: 10.1016/j.ejmp.2020.07.021.
- [32] A. Schneider i H. Feussner, „Diagnostic Procedures”, *Biomedical Engineering in Gastrointestinal Surgery*, s. 87–220, 2017, doi: 10.1016/B978-0-12-803230-5.00005-1.
- [33] S. Pajovic i in., „Nanophotonic Thermal Management in X-ray Tubes”, *ACS Nano*, sie. 2025, doi: 10.1021/acsnano.5c05186.
- [34] Radtechcredits, „History of the Crookes Tube and Its Revolutionary Impact”, <https://www.rtcrcredits.com/blog/history-of-crookes-tube>.
- [35] D. Allard, „WE-H-204-01: William D. Coolidge, Inventor of the Modern X-Ray Tube”, *Med. Phys.*, t. 43, nr 6Part42, s. 3838–3839, cze. 2016, doi: 10.1118/1.4957971.
- [36] „X-ray tube”, https://en.wikipedia.org/wiki/X-ray_tube.
- [37] S. Prabhu, D. K. Naveen, S. Bangera, i B. Subrahmanya Bhat, „Production of X-RAYS using X-RAY Tube”, *J. Phys. Conf. Ser.*, t. 1712, nr 1, s. 012036, grudz. 2020, doi: 10.1088/1742-6596/1712/1/012036.

- [38] M. J. Gross i Z. J. Atlee, „Progress in the Design and Manufacture of X-ray Tubes”, *Radiology*, t. 21, nr 4, s. 365–377, paź. 1933, doi: 10.1148/21.4.365.
- [39] M. Shin, P. Lillaney, W. Hinshaw, i R. Fahrig, „Design optimization of MR-compatible rotating anode x-ray tubes for stable operation.”, *Med. Phys.*, t. 40, nr 11, s. 111913, lis. 2013, doi: 10.1118/1.4824325.
- [40] J. Winter i in., „Heat management of a compact x-ray source for microbeam radiotherapy and FLASH treatments”, *Med. Phys.*, t. 49, nr 5, s. 3375–3388, maj 2022, doi: 10.1002/mp.15611.
- [41] S. H. Heo, A. Ihsan, i S. O. Cho, „Transmission-type microfocus x-ray tube using carbon nanotube field emitters”, *Appl. Phys. Lett.*, t. 90, nr 18, kwi. 2007, doi: 10.1063/1.2735549.
- [42] L. Zhao i in., „A design of transmission-type multi-target X-ray tube based on electric field modulation”, *Nuclear Engineering and Technology*, t. 53, nr 9, s. 3026–3034, wrz. 2021, doi: 10.1016/j.net.2021.03.002.
- [43] S. F. Wang i in., „Respective radiation output characteristics of transmission-target and reflection-target X-ray tubes with the same beam quality”, *Radiation Physics and Chemistry*, t. 158, s. 188–193, maj 2019, doi: 10.1016/j.radphyschem.2019.02.005.
- [44] C. Jensen, S. M. Elliott, S. D. Liddiard, A. Reyes-Mena, M. Moras, i C. Turner, „IMPROVEMENTS IN LOW POWER, END-WINDOW, TRANSMISSION-TARGET X-RAY TUBES ”, *Advances in X-ray Analysis*, t. 47, 2004.
- [45] P. A. Redhead, „Vacuum science and technology: 1950–2003”, *Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films*, t. 21, nr 5, s. S12–S14, wrz. 2003, doi: 10.1116/1.1599870.
- [46] P. A. Redhead, „Vacuum and the electron tube industry”, *Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films*, t. 23, nr 4, s. 1252–1259, lip. 2005, doi: 10.1116/1.1843822.
- [47] O. Weinreb, „Vacuum Measurements on X-Ray Tubes”, *Radiology*, t. 3, nr 5, s. 396–398, lis. 1924, doi: 10.1148/3.5.396.
- [48] W. D. Coolidge, L. E. Dempster, i H. E. Tanis, „HIGH VOLTAGE CATHODE RAY AND X-RAY TUBES AND THEIR OPERATION”, *Physics (College. Park. Md.)*, t. 1, nr 4, s. 230–244, paź. 1931, doi: 10.1063/1.1745004.
- [49] U. W. Arndt, J. V. P. Long, i P. Duncumb, „A Microfocus X-ray Tube Used with Focusing Collimators”, *J. Appl. Crystallogr.*, t. 31, nr 6, s. 936–944, grudz. 1998, doi: 10.1107/S0021889898008991.
- [50] R. R. Dils, L. Zeitz, D. L. Keith, i R. A. Huggins, „Modification of a Cosslett-Nixon Microfocus X-Ray Tube for Use as an X-Ray Microanalyzer”, *Review of Scientific Instruments*, t. 32, nr 9, s. 1040–1044, wrz. 1961, doi: 10.1063/1.1717609.
- [51] Comet x-ray, „MXR-225/21”, https://xray.comet.tech/getmedia/13324596-bcb5-40fe-90c0-ebeae1b60990/mxr-225_21_single_sheet_en_v10.pdf?disposition=attachment&utm.
- [52] E. Rebele, „Varian Medical Systems Introduces New X-Ray Tubes and Flat Panel Products at RSNA”, <https://www.varian.com/about-varian/newsroom/press-releases/varian-medical-systems-introduces-new-x-ray-tubes-and-flat-0?utm>.
- [53] ARTISAN, „Performix™ Tubes”, https://www.artisan-tg.com/info/GE_Healthcare_Performix_HD_Datasheet_2021119115353.pdf?srsId=AfmBOoqA2QCm7qnYi4PQl6nI-6qPwDv1Kj0LWuQT3t7yE8saUgt7qdxv&utm.

- [54] Spellman, „Application Notes - X-Ray Generators Common X-Ray Tube Failure Modes AN-02”, <https://www.spellmanhv.com/en/Technical-Resources/Application-Notes-X-Ray-Generators/AN-02?utm>.
- [55] S. R. L. Laseur, „Numerical analysis of fatigue fracture of rotating anodes in X-ray tubes”, *Mechanical Engineering*, 2020.
- [56] M. Siller *i in.*, „Impact of microstructure on the performance of WRe10 conversion layers for stationary and rotating anodes”, *Int. J. Refract. Metals Hard Mater.*, t. 114, s. 106244, sie. 2023, doi: 10.1016/j.ijrmhm.2023.106244.
- [57] P. Lecoq, „Scintillation Detectors for Charged Particles and Photons”, w *Particle Physics Reference Library*, Cham: Springer International Publishing, 2020, s. 45–89. doi: 10.1007/978-3-030-35318-6_3.
- [58] M. A. Cebim, H. H. S. Oliveira, M. O. Krauser, i M. R. Davolos, „X-Ray-Excited Optical Luminescence”, w *Recent Advances in Complex Functional Materials*, Cham: Springer International Publishing, 2017, s. 177–193. doi: 10.1007/978-3-319-53898-3_7.
- [59] P. Lecoq, „Scintillation Detectors for Charged Particles and Photons”, w *Particle Physics Reference Library*, Cham: Springer International Publishing, 2020, s. 45–89. doi: 10.1007/978-3-030-35318-6_3.
- [60] P. Urbański i T. Grzebyk, „Review of X-ray detection systems”, *Opto-Electronics Review*, sty. 2024, doi: 10.24425/opelre.2023.146554.
- [61] G. F. . Knoll, *Radiation detection and measurement*. John Wiley, 2010.
- [62] F. Sauli, „PRINCIPLES OF OPERATION OF MULTIWIRE PROPORTIONAL AND DRIFT CHAMBERS”, w *Experimental Techniques in High-Energy Nuclear and Particle Physics*, WORLD SCIENTIFIC, 1991, s. 79–188. doi: 10.1142/9789814355988_0002.
- [63] KETEK, „KETEK SDD”, <https://www.ketek.net/?utm>.
- [64] S. Del Sordo, L. Abbene, E. Caroli, A. M. Mancini, A. Zappettini, i P. Ubertini, „Progress in the Development of CdTe and CdZnTe Semiconductor Radiation Detectors for Astrophysical and Medical Applications.”, *Sensors (Basel)*, t. 9, nr 5, s. 3491–526, 2009, doi: 10.3390/s90503491.
- [65] W. C. Barber, J. C. Wessel, E. Nygard, i J. S. Iwanczyk, „Energy dispersive CdTe and CdZnTe detectors for spectral clinical CT and NDT applications.”, *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. A*, t. 784, s. 531–537, cze. 2015, doi: 10.1016/j.nima.2014.10.079.
- [66] R. Ballabriga, M. Campbell, i X. Llopart, „An introduction to the Medipix family ASICs”, *Radiat. Meas.*, t. 136, s. 106271, sie. 2020, doi: 10.1016/j.radmeas.2020.106271.
- [67] Advacam, „MiniPIX TPX3”, <https://advacam.com/camera/minipix-tpx3/?utm>.
- [68] Ch. Broennimann *i in.*, „The PILATUS 1M detector”, *J. Synchrotron Radiat.*, t. 13, nr 2, s. 120–130, mar. 2006, doi: 10.1107/S0909049505038665.
- [69] T. Donath *i in.*, „EIGER2 hybrid-photon-counting X-ray detectors for advanced synchrotron diffraction experiments”, *J. Synchrotron Radiat.*, t. 30, nr 4, s. 723–738, lip. 2023, doi: 10.1107/S160057752300454X.
- [70] M. F. . L’Annunziata, *Handbook of radioactivity analysis*. Academic Press, 2003.
- [71] E. M. A. Hussein, „MECHANISMS”, *Radiation Mechanics*, s. 1–65, 2007, doi: 10.1016/B978-008045053-7/50002-1.
- [72] P. J. . Allisy-Roberts, J. R. . Williams, i R. F. . Farr, *Farr’s physics for medical imaging*. Saunders Elsevier, 2008.
- [73] *Essential Physics of Medical Imaging, The*. Lippincott, Williams & Wilkins, 2012.

- [74] Elsevier, „X-ray Production”, https://elsevier-elibrary.com/contents/fullcontent/58117/epubcontent_v2/OEBPS/xhtmll/B9780323081351000073.htm.
- [75] R. Nave, „Bremsstrahlung X-Rays”, <http://hyperphysics.phy-astr.gsu.edu/hbase/quantum/xrayc.html#c2>.
- [76] A. Reyes-Mena, „SIMULTANEOUS XRD/XRF WITH LOW-POWER X-RAY TUBES”, Rome: S3IC 2016, 2016.
- [77] R. Nave, „Characteristic X-Rays”, <http://hyperphysics.phy-astr.gsu.edu/hbase/quantum/xrayc.html>.
- [78] J. H. Hubbell i S. M. Seltzer, „Tables of X-Ray Mass Attenuation Coefficients and Mass Energy-Absorption Coefficients from 1 keV to 20 MeV for Elements $Z = 1$ to 92 and 48 Additional Substances of Dosimetric Interest”, *NISTIR*, 2004.
- [79] NIST, „Physical constants”, <https://physics.nist.gov/cuu/Constants/index.html>.
- [80] V. Thomsen i D. Schatzlein, „Tutorial: Attenuation of X-Rays By Matter”, *Spectroscopy*.
- [81] H. Knipe, „Beer-Lambert law”, <https://radiopaedia.org/articles/beer-lambert-law-1?lang=us&utm>.
- [82] S. M. Seltzer i in., „The International Commission on Radiation Units and Measurements”, *J. ICRU*, t. 11, nr 1, s. NP.1-NP, kwi. 2011, doi: 10.1093/jicru/ndr011.
- [83] „Preface, Executive Summary and Glossary”, *Ann. ICRP*, t. 37, nr 2–4, s. 9–34, kwi. 2007, doi: 10.1016/j.icrp.2007.10.003.
- [84] L. Hodges i A. V. Astin, *Radiation Quantities and Units International Commission on Radiological Units and Measurements (ICRU)*. United States Department of Commerce, National Bureau of Standards, 1962.
- [85] T. K. Sham i M. L. Rivers, „A Brief Overview of Synchrotron Radiation”, *Rev. Mineral. Geochem.*, t. 49, nr 1, s. 117–147, sty. 2002, doi: 10.2138/gsrmg.49.1.117.
- [86] Ross. McCluney, *Introduction to radiometry and photometry*. Artech House, 2014.
- [87] R. van. Grieken i Andrzej. Markowicz, *Handbook of X-ray spectrometry*. Marcel Dekker, 2002.
- [88] R. Jenkins, *Quantitative X-Ray Spectrometry*. CRC Press, 1995. doi: 10.1201/9781482273380.
- [89] T. Staufer i F. Grüner, „Review of Development and Recent Advances in Biomedical X-ray Fluorescence Imaging”, *Int. J. Mol. Sci.*, t. 24, nr 13, s. 10990, lip. 2023, doi: 10.3390/ijms241310990.
- [90] J. E. Fernández, V. Scot, E. Di Giulio, i F. Salvat, „Bremsstrahlung contribution to the X-ray spectrum in coupled photon–electron transport”, *X-Ray Spectrometry*, t. 44, nr 4, s. 248–254, lip. 2015, doi: 10.1002/xrs.2615.
- [91] R. M. Ferro, A. Mangiarotti, i J. M. Fernández-Varea, „Calculation of secondary electron bremsstrahlung in the binary encounter approximation using Dirac–Hartree–Fock–Slater velocity distributions”, *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. B*, t. 478, s. 70–79, wrz. 2020, doi: 10.1016/j.nimb.2020.05.008.
- [92] P. Urbański, M. Białas, M. Krysztof, i T. Grzebyk, „Transmission Target for a MEMS X-Ray Source”, *Journal of Microelectromechanical Systems*, t. 32, nr 4, s. 398–404, sie. 2023, doi: 10.1109/JMEMS.2023.3283536.
- [93] P. Urbański, T. Grzebyk, M. Krysztof, i D. Nowak, „Optimization of the Transmission X-Ray Target Toward Obtaining Monochromatic Radiation”, *Adv. Opt. Mater.*, t. 12, nr 32, lis. 2024, doi: 10.1002/adom.202401534.

- [94] J. T. . Bushberg, *The essential physics of medical imaging*. Wolters Kluwer Health/Lippincott Williams & Wilkins, 2012.
- [95] R. Lawaczeck, V. Arkadiev, F. Diekmann, i M. Krumrey, „Monochromatic x-rays in digital mammography.”, *Invest. Radiol.*, t. 40, nr 1, s. 33–9, sty. 2005.
- [96] S. K. Jain, V. Arora, R. Rathore, S. Bagchi, i P. A. Naik, „Copper K-shell x-ray emission induced by the impact of ion beam from an electron cyclotron resonance ion source”, *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. A*, t. 763, s. 266–271, lis. 2014, doi: 10.1016/j.nima.2014.06.057.
- [97] H. Bethe i J. Ashkin, *Experimental Nuclear Physics Vol I*. New York: John Wiley and Sons Inc , 1953.
- [98] H. Bichsel, „Straggling in thin silicon detectors”, *Rev. Mod. Phys.*, t. 60, nr 3, s. 663–699, lip. 1988, doi: 10.1103/RevModPhys.60.663.
- [99] L. Katz i A. S. Penfold, „Range-Energy Relations for Electrons and the Determination of Beta-Ray End-Point Energies by Absorption”, *Rev. Mod. Phys.*, t. 24, nr 1, s. 28–44, sty. 1952, doi: 10.1103/RevModPhys.24.28.
- [100] A. Safiienko, C. Jarvis, i A. Voll, „Electron range evaluation and X-ray conversion optimization in tungsten transmission-type targets with the aid of wide electron beam Monte Carlo simulations”, Prague: 11th European Conference on Non-Destructive Testing (ECNDT 2014), 2014.
- [101] A. Omar, P. Andreo, i G. Poludniowski, „A model for the energy and angular distribution of x rays emitted from an x-ray tube. Part II. Validation of x-ray spectra from 20 to 300 kV”, *Med. Phys.*, t. 47, nr 9, s. 4005–4019, wrz. 2020, doi: 10.1002/mp.14360.
- [102] X. Yu i in., „Optimization of Transmission X-ray Target for Intense Pulsed Electron Beam Accelerators”, *Applied Sciences*, t. 12, nr 9, s. 4327, kwi. 2022, doi: 10.3390/app12094327.
- [103] Y. Tan, Q. Chen, S. Zhou, E. A. Henriksen, i T. Zhang, „Design and optimization of thin-film tungsten (W)-diamond target for multi-pixel X-ray sources.”, *Med. Phys.*, t. 49, nr 8, s. 5363–5373, sie. 2022, doi: 10.1002/mp.15722.
- [104] Waygate Technologies, „Seifert ISOVOLT X-Ray Tube Housings”. Dostęp: 6 listopad 2025. [Online]. Dostępne na: https://dam.bakerhughes.com/m/5fba57ddfc70d6c4/original/BHFF-30241EN_ISO-VOLT-Tube-Overview.pdf
- [105] Rigaku, „Our Family of Standard X-ray Sources”, <https://rigaku.com/products/ansi/standard-xray-sources?utm>.
- [106] J. T. . Bushberg, *The essential physics of medical imaging*. Wolters Kluwer, 2021.
- [107] W. R. . Hendee i E. Russell. Ritenour, *Medical Imaging Physics*. Wiley, 2003.
- [108] A. P. Gupta i in., „Compact X-Ray Tube With Ceramic Vacuum Seal for Portable and Robust Dental Imaging”, *IEEE Trans. Electron Devices*, t. 68, nr 9, s. 4705–4710, wrz. 2021, doi: 10.1109/TED.2021.3097315.
- [109] Tomoya Arai, *Handbook of Practical X-Ray Fluorescence Analysis*. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2006. doi: 10.1007/978-3-540-36722-2.
- [110] Sterling Cornaby i in., „Simultaneous XRD/XRF with low-power X-ray tubes”, *JCPDS-International Centre for Diffraction Data* , s. 34–40, 2002.
- [111] S. Cornaby i K. Kozaczek, „<sc>X</sc>-Ray Sources for Handheld <sc>X</sc>-Ray Fluorescence Instruments”, w *Encyclopedia of Analytical Chemistry*, Wiley, 2016, s. 1–25. doi: 10.1002/9780470027318.a9460.

- [112] J.-Y. Gao, Y.-F. Yang, X.-K. Zhang, S.-L. Li, P. Hu, i J.-S. Wang, „A review on recent progress of thermionic cathode”, *Tungsten*, t. 2, nr 3, s. 289–300, wrz. 2020, doi: 10.1007/s42864-020-00059-1.
- [113] A. Taran, D. Voronovich, S. Plankovskyy, V. Paderno, i V. Filipov, „Review of LaB_6 , Re-W Dispenser, and BaHfO_3 -W Cathode Development”, *IEEE Trans. Electron Devices*, t. 56, nr 5, s. 812–817, maj 2009, doi: 10.1109/TED.2009.2015615.
- [114] A. S. Bugaev, P. A. Eroshkin, V. A. Romanko, i E. P. Sheshin, „Low-power X-ray tubes (the current state)”, *Physics-Uspekhi*, t. 56, nr 7, s. 691–703, lip. 2013, doi: 10.3367/UFNe.0183.201307c.0727.
- [115] MOXTEK, „50kV MAGNUM® X-ray Source”, <https://moxtek.com/wp-content/uploads/TUB-DATA-1002-50kV-MAGNUM-X-ray-Source.pdf>.
- [116] R. J. Parmee, C. M. Collins, W. I. Milne, i M. T. Cole, „X-ray generation using carbon nanotubes”, *Nano Conver.*, t. 2, nr 1, s. 1, grudz. 2015, doi: 10.1186/s40580-014-0034-2.
- [117] J.-T. Kang i in., „Fast and Stable Operation of Carbon Nanotube Field-Emission X-Ray Tubes Achieved Using an Advanced Active-Current Control”, *IEEE Electron Device Letters*, t. 36, nr 11, s. 1209–1211, lis. 2015, doi: 10.1109/LED.2015.2478157.
- [118] G. Z. Yue i in., „Generation of continuous and pulsed diagnostic imaging x-ray radiation using a carbon-nanotube-based field-emission cathode”, *Appl. Phys. Lett.*, t. 81, nr 2, s. 355–357, lip. 2002, doi: 10.1063/1.1492305.
- [119] J.-W. Jeong, J.-W. Kim, J.-T. Kang, S. Choi, S. Ahn, i Y.-H. Song, „A vacuum-sealed compact x-ray tube based on focused carbon nanotube field-emission electrons”, *Nanotechnology*, t. 24, nr 8, s. 085201, mar. 2013, doi: 10.1088/0957-4484/24/8/085201.
- [120] Reyes-Mena A. i in., „MINIATURE X-RAY TUBES UTILIZING CARBON-NANOTUBE BASED CATHODES”, *Advances in X-ray Analysis*, t. 48, 2005.
- [121] S. Xu i in., „Volumetric computed tomography with carbon nanotube X-ray source array for improved image quality and accuracy”, *Communications Engineering*, t. 2, nr 1, s. 71, paź. 2023, doi: 10.1038/s44172-023-00123-x.
- [122] NASA, „Miniaturized High-Speed Modulated X-Ray Source (MXS)”, <https://ntts-prod.s3.amazonaws.com/t2p/prod/t2media/tops/pdf/GSC-TOPS-51.pdf?utm>.
- [123] NASA, „Goddard X-Ray Technology Opens New Frontiers In Space And Here On Earth”, <https://www.nasa.gov/technology/goddard-tech/x-ray-tech-in-space-and-medicine/?utm>.
- [124] M. Sawada i in., „Strategies for the in-orbit gain tracking using the modulated x-ray sources for the Resolve microcalorimeter spectrometer on XRISM”, w *Space Telescopes and Instrumentation 2024: Ultraviolet to Gamma Ray*, J.-W. A. den Herder, K. Nakazawa, i S. Nikzad, Red., SPIE, sie. 2024, s. 234. doi: 10.1117/12.3019586.
- [125] „Electron cyclotron resonance”, https://en.wikipedia.org/wiki/Electron_cyclotron_resonance?utm.
- [126] F. Zoubian, N. Renaut, i L. Latrasse, „Distributed elementary ECR microwave plasma sources supplied by solid state generators for production of large area plasmas without scale limitation: plasma density measurements and comparison with simulation”, *Plasma Research Express*, t. 3, nr 2, s. 025010, cze. 2021, doi: 10.1088/2516-1067/ac0499.
- [127] CAMECA, „CAMECA ECR Technology (formerly Polygon Physics)”, <https://www.cameca.com/products/ecr-sources/cameca-ecr-technology?utm>.
- [128] SPECS, „MPS-ECR-IN”, <https://www.specs-group.com/specs/products/detail/mps-ecr-in/?utm>.

- [129] R. Baskaran i T. S. Selvakumaran, „Use of electron cyclotron resonance x-ray source for nondestructive testing application”, *Review of Scientific Instruments*, t. 77, nr 3, mar. 2006, doi: 10.1063/1.2147735.
- [130] J. D. Brownridge, „Pyroelectric X-ray generator”, *Nature*, t. 358, nr 6384, s. 287–288, lip. 1992, doi: 10.1038/358287b0.
- [131] J. A. Geuther i Y. Danon, „Electron and positive ion acceleration with pyroelectric crystals”, *J. Appl. Phys.*, t. 97, nr 7, kwi. 2005, doi: 10.1063/1.1884252.
- [132] J. D. Brownridge i S. Raboy, „Investigations of pyroelectric generation of x rays”, *J. Appl. Phys.*, t. 86, nr 1, s. 640–647, lip. 1999, doi: 10.1063/1.370778.
- [133] S. Mohtashami, H. Afarideh, i K. Moshkbar-Bakhshayesh, „Pyroelectric crystals for generation of neutrons: A review”, *J. Appl. Phys.*, t. 135, nr 20, maj 2024, doi: 10.1063/5.0205453.
- [134] COOL-X, „Miniature X-Ray Generator with Pyroelectric Crystal”, <https://www.amptek.com/-/media/ametkampmek/documents/resources/products/specs/retired/cool-x-pyroelectric-x-ray-generator-specifications.pdf?la=en&revision=0e2b8dfb-58e1-42e4-a8f9-48a9c44c2824&utm>.
- [135] Górecka-Drzazga Anna, „Miniaturowe źródła promieniowania rentgenowskiego”, *PRZEGLĄD ELEKTROTECHNICZNY*, t. 11, 2014.
- [136] J. H. Hong, J. S. Kang, i K. C. Park, „Fabrication of Glass Sealed X-ray Tube with High Performance Carbon Nanotube Electron Beam (C-Beam)”, *J. Nanosci. Nanotechnol.*, t. 16, nr 11, s. 12059–12062, lis. 2016, doi: 10.1166/jnn.2016.13644.
- [137] „Optics of Electron Guns”, w *Geometrical Charged-Particle Optics*, Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, s. 345–354. doi: 10.1007/978-3-540-85916-1_11.
- [138] NEWTON SCIENTIFIC, „M502 and M502HC Ultra-mini X-ray Source ”, https://resources.rigaku.com/hubfs/2024%20Rigaku%20Global%20Site/Products/Components/Newton%20Scientific/Newton-Scientific-Datasheets502_M502HC.pdf?hsLang=en&utm.
- [139] Y. Zhang, Y. Chen, J. Zhou, D. Sun, i H. Li, „Compound connection mechanism of Al₂O₃ ceramic and TC4 Ti alloy with different joining modes”, *Sci. Rep.*, t. 11, nr 1, s. 21251, paź. 2021, doi: 10.1038/s41598-021-00815-4.
- [140] A. Murari, H. Albrecht, A. Barzon, S. Curiotto, i L. Lotto, „An upgraded brazing technique to manufacture ceramic-metal joints for UHV applications”, *Vacuum*, t. 68, nr 4, s. 321–328, grudz. 2002, doi: 10.1016/S0042-207X(02)00504-3.
- [141] INNOVACERA, „Ceramic and Metal Medical X-Ray Tubes: The Future of Analytical Instruments Components”, <https://www.innovacera.com/news/ceramic-and-metal-medical-x-ray-tubes-the-future-of-analytical-instruments-components.html#:~:text=The%20hermetic%20Ceramic%20used%20in,and%20metal%20in%20our%20components>.
- [142] Philips, „PRINTED TUNGSTEN PARTS FOR APPLICATIONS IN VACUUM”, https://www.philips.com/c-dam/dunlee/3d-metal-printing/news/5218130_Whitepaper_Tungsten_Applications.pdf#:~:text=in%20limited%20use%20at%20present,the%20old%20limitations%20and%20opens.
- [143] P. Urbański i T. Grzebyk, „MEMS-Compatible X-Ray Source”, *Journal of Microelectromechanical Systems*, t. 33, nr 5, s. 508–510, paź. 2024, doi: 10.1109/JMEMS.2024.3426111.
- [144] T. Grzebyk, A. Gorecka-Drzazga, A. Zawada, i J. A. Dziuban, „Glow-discharge ion-sorption micropump for vacuum MEMS”, w *2013 Transducers & Eurosensors XXVII: The 17th*

International Conference on Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems (TRANSDUCERS & EUROSENSORS XXVII), IEEE, cze. 2013, s. 2411–2414. doi: 10.1109/Transducers.2013.6627292.

- [145] Kazuyuki Ueda, Shinji Kodama, i Akemi Takano, „A study of hydrogen adsorption on the silicon single crystal surfaces by electron stimulated desorption (TOF-ESD)”, *Surf. Sci.*, t. 242, nr 1–3, s. 454–458, luty 1991, doi: 10.1016/0039-6028(91)90308-F.
- [146] M. Takizawa, A. Yoshimi, T. Katunuma, T. Yabe, i C. Oshima, „Electron stimulated desorption ions of hydrogen and deuterium molecules in extremely high vacuum”, *Vacuum*, t. 47, nr 6–8, s. 571–573, cze. 1996, doi: 10.1016/0042-207X(96)00022-X.
- [147] T. Trojek i D. Trojková, „Uncertainty of Quantitative X-ray Fluorescence Micro-Analysis of Metallic Artifacts Caused by Their Curved Shapes”, *Materials*, t. 16, nr 3, s. 1133, sty. 2023, doi: 10.3390/ma16031133.
- [148] Hamamatsu, „Microfocus X-ray source L9421-02”. Dostęp: 6 listopad 2025. [Online]. Dostępne na: https://www.hamamatsu.com/content/dam/hamamatsu-photonics/sites/documents/99_SALES_LIBRARY/etd/L9421-02_TXPR1011E.pdf
- [149] *Quantifying uncertainty in nuclear analytical measurements*. International Atomic Energy Agency, 2004.
- [150] P. Urbanski i P. Szyszka, „MEMS X-ray source enables ultra-compact XRF spectrometry for in situ extraterrestrial surface analysis”, *Acta Astronaut.*, t. 241, s. 192–198, kwi. 2026, doi: 10.1016/j.actaastro.2025.12.052.
- [151] P. Urbański i T. Grzebyk, „Skaningowe miniaturowe źródło promieniowania rentgenowskiego wykonane w technologii MEMS”, P.451597, 2025
- [152] P. Urbański i T. Grzebyk, „Target transmisyjny o wybieralnej charakterystyce spektralnej do miniaturowego źródła rentgenowskiego wykonanego w technologii MEMS”, P.451599, 2025
- [153] P. Urbański i T. Grzebyk, „Wielo-emiterowe, miniaturowe źródło promieniowania rentgenowskiego wykonane w technologii MEMS”, P.451598, 2025