



**Universidade do Estado do Rio de Janeiro**

Centro de Tecnologia e Ciências

Faculdade de Engenharia

Rauni Coelho da Costa

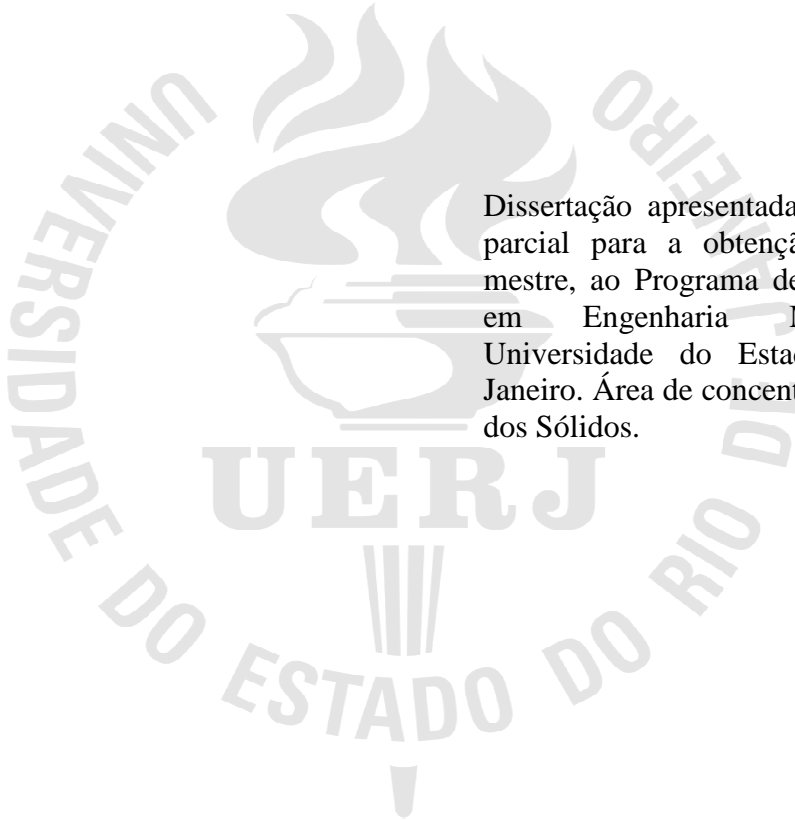
**Estudo e Desenvolvimento de um Sistema de Colimação de Raios X para  
um Equipamento de SAXS**

Rio de Janeiro

2018

Rauni Coelho da Costa

**Estudo e Desenvolvimento de um Sistema de Colimação de Raios X para um  
Equipamento de SAXS**



Dissertação apresentada como requisito parcial para a obtenção do título de mestre, ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, da Universidade do Estado do Rio de Janeiro. Área de concentração: Mecânica dos Sólidos.

Orientador: Prof. José Brant de Campos

Rio de Janeiro

2018

CATALOGAÇÃO NA FONTE  
UERJ / REDE SIRIUS / BIBLIOTECA CTC/B

C837 Costa, Rauni Coelho da.  
Estudo e desenvolvimento de um sistema de colimação de raios x  
para um equipamento de SAXS / Rauni Coelho da Costa. – 2018.  
101f.

Orientador: José Brant de Campos.  
Dissertação (Mestrado) – Universidade do Estado do Rio de Janeiro,  
Faculdade de Engenharia.

1. Engenharia Mecânica - Teses. 2. Raios X - Difração - Teses. 3.  
Radiação - Teses. I. Campos, José Brant de. II. Universidade do Estado  
do Rio de Janeiro, Faculdade de Engenharia. III. Título.

CDU 681.78

Bibliotecária: Júlia Vieira – CRB7/6022

Autorizo, apenas para fins acadêmicos e científicos, a reprodução total ou parcial desta tese,  
desde que citada a fonte.

---

Assinatura

---

Data

Rauni Coelho da Costa

**Estudo e Desenvolvimento de um Sistema de Colimação de Raios X para um  
Equipamento de SAXS**

Dissertação apresentada como requisito parcial para a obtenção do título de mestre, ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, da Universidade do Estado do Rio de Janeiro. Área de concentração: Mecânica dos Sólidos.

Aprovado em:

Banca Examinadora:

---

Dr. José Brant de Campos (Orientador)  
Faculdade de Engenharia - UERJ

---

Dr. Jorge Luís Machado Amaral  
Faculdade de Engenharia - UERJ

---

Dr. Francisco José da Cunha Pires Soeiro  
Faculdade de Engenharia - UERJ

---

Dr. Herman Pessoa Lima Júnior  
Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas – CBPF

---

Dr. Rodrigo Felix de Araujo Cardoso  
Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas – CBPF

Rio de Janeiro

2018

## **AGRADECIMENTOS**

Primeiramente a Deus, por ter me conduzido até aqui, à minha esposa Priscila, aos meus filhos, à minha mãe e irmão, que, com muito carinho e apoio, não mediram esforços para que eu chegasse até esta etapa de minha vida.

Ao meu professor e orientador José Brant de Campos pelo apoio e dedicação durante toda a elaboração deste projeto. Pela busca incessante dos recursos necessários e pela amizade adquirida nesses anos.

Ao Paulo Renato pelo apoio nos testes de bancada realizados no LSD do CBPF e pela disposição em estar sempre disposto a ajudar.

A toda equipe do laboratório de Usinagem do LNA e em especial a Alessandro por ter intermediado esta parceria.

Ao Herman Pessoa por ter cedido o LSD e toda estrutura necessária a realização deste projeto.

A toda equipe do LITMec do CBPF pela realização do precioso trabalho no decorrer deste projeto.

Ao Rodrigo Felix do LITMec do CBPF pela inestimável ajuda em buscar soluções e parcerias para que este projeto pudesse se desenvolver.

Ao aluno de mestrado do CBPF Sérgio Araújo pela ajuda nos experimentos realizados no LSD do CBPF.

A PUC e em especial a Eduardo Brocchi pela parceria e recursos necessários à realização deste trabalho.

A UERJ e ao programa de pós-graduação em engenharia mecânica pela oportunidade de estudos.

A CAPES pela concessão da bolsa de estudos.

## RESUMO

COSTA, Rauni Coelho da. **Estudo e desenvolvimento de um sistema de colimação de raios x para um equipamento de SAXS**. 2018. 101f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) - Faculdade de Engenharia, Universidade do Estado do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2018.

Com o aumento da utilização de nanomateriais, busca-se cada vez mais a criação de técnicas e equipamentos que determinem propriedades de interesse na escala nanométrica. Desta forma, as técnicas de SAXS (*Small Angle X-Ray Scattering*), permitem a análise de nanomateriais e determinam diversos parâmetros como tamanho de nanopartículas, densidade e morfologia. Este trabalho contribui na construção de um equipamento fundamental no estudo das características nanométricas de novos materiais, que são empregados largamente na indústria por apresentarem propriedades diferentes em comparação com as propriedades microscópicas. Normalmente, os raios X atravessam a amostra (modo de transmissão) e cada nanopartícula interage com os raios X emitindo um sinal, que é detectado e analisado. Como em outras áreas de pesquisa, existem grandes desafios para o desenvolvimento de instrumentação para a aplicação desta técnica. Os desafios desta pesquisa estão no projeto da parte óptica, a partir da plataforma de um equipamento de difração de raios X convencional. Em um SAXS, o feixe de raios X deve ter a menor atenuação possível no trajeto entre o tubo de raios X e o detector, e esta condição é obtida com a evacuação de todo o caminho óptico percorrido. Software de CAD 3D e 2D foram utilizados na elaboração e desenvolvimento de todo o conjunto óptico e de evacuação do sistema que compõe o dispositivo. Toda a instrumentação foi fabricada no Laboratório de Instrumentação e Tecnologia Mecânica (LITMec) do CBPF (Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas) e no LNA (Laboratório Nacional de Astrofísica). Foram realizados testes no sistema óptico do equipamento a fim de avaliar as dimensões do feixe colimado utilizando fendas de 5 mm e 1 mm, que apresentaram erro de 8,9% e 2,5% respectivamente, em comparação com as análises teóricas realizadas em software 3D. Todo o equipamento está sujeito a uma patente, pois a tecnologia empregada nos detectores sensíveis a posição desenvolvido no CBPF é detentora de uma patente internacional e a configuração de toda a instrumentação que compõe o SAXS estabelece um novo modelo de equipamento.

Palavras-chave: SAXS; Óptica de raios X; Colimação.

## ABSTRACT

COSTA, Rauni Coelho da. **Study and development of an x-ray collimation system for a SAXS equipment**. 2018. 101f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) - Faculdade de Engenharia, Universidade do Estado do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2018.

The increasing use of nanomaterials requires the creation of techniques, and the associated equipments, to allow the property evaluation at the nanometer scale. The SAXS (Small Angle X-Ray Scattering) technique allows the analysis of nanomaterials and the determination of various parameters such as nanoparticle size, density and morphology of nanoparticles. This project contributes in the construction of fundamental equipment for the study of the nanometric characteristics of new materials, which are being used widely in the industry to present different properties in comparison with the microscopic properties. Normally, X-rays pass through the sample (transmission mode) and each nanoparticle interacts with the X-ray emitting a signal which is detected and analyzed. As in other areas of research, there are major challenges associates to the development of instrumentation for the application of this technique. The challenges of this work are the optical part of the project, from the platform of conventional X-ray diffraction equipment. In a SAXS, the X-ray beam must have the least possible attenuation in the path between the X-ray tube and the detector and this condition is obtained by evacuating the entire optical path. 3D CAD software was used in the design and development of the entire optical assembly and evacuation of the system that compound the device. All the instrumentation has been manufactured in the Laboratório de Instrumentação e Tecnologia Mecânica (LITMec) of the CBPF (Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas) and in the LNA (Laboratório Nacional de Astrofísica). Tests were performed on the optical system of the equipment in order to evaluate the dimensions of the collimated beam using slits of 5 mm and 1 mm, which presented an error of 8.9% and 2.5%, respectively, compared to the theoretical analyzes performed in 3D software. All the equipment is subject to a patent, because the technology used in position sensitive detectors developed in the CBPF holds an international patent and the configuration of all the instrumentation that will make up the SAXS establishes a new equipment model.

Keywords: SAXS; X-ray optics; Collimation.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Desenho esquemático de um sistema de colimação pontual, mostrando o espalhamento gerado pela amostra e o padrão registrado no plano de detecção. (Adaptado de Heimo Schnablegger) .....	21
Figura 2 - Desenho esquemático de um sistema de colimação linear, mostrando o espalhamento gerado pela amostra e o padrão registrado no plano de detecção. (Adaptado de Heimo Schnablegger) .....	22
Figura 3 - Câmara com três fendas S1, S2, e S3, cada uma delas constituída por um par de arestas perpendiculares ao plano do papel. As dimensões na direção vertical estão ampliadas. (A. Guinier) .....	23
Figura 4 - Esquema do sistema de colimação. (A) Janela de saída do tubo de raios X; (B) janela de mica; (C) fendas de tântalo; (D) conexões para engate da bomba de vácuo; (E) Filtro Ross deslizante; (F) Contador Geiger; (G) parafuso de alta precisão; (H) rolos. (W. W. Beeman).....	24
Figura 5 - Seção através do sistema de colimação em bloco. As dimensões na direção vertical estão ampliadas. (S) amostra; (P) perfil do feixe primário; (PS) anteparo do feixe primário; (PR) plano de registro. (O. Glatter) .....	27
Figura 6 - Desenho esquemático do sistema de bloco de colimação. (O. Glatter).....	28
Figura 7 - a) Montagem do tubo de raios X na frente da câmara de bloco. b) Vista de corte mostrando os componentes internos. (O. Glatter) .....	28
Figura 10 - Seção através do sistema de colimação em bloco com bloco B1 menor. As dimensões na direção vertical estão ampliadas. (S) amostra; (P) perfil do feixe primário; (PS) anteparo do feixe primário; (PR) plano de registro. (O. Glatter) .....	30
Figura 11 - Seção através do sistema de colimação em bloco com bloco B1 deslocado ( $B^1$ ) e região $e$ limitada. As dimensões na direção vertical estão ampliadas. (S) amostra; (P) perfil do feixe primário; (PS) anteparo do feixe primário; (PR) plano de registro. (O. Glatter) .....	30
Figura 12 - Seção através do sistema de colimação em bloco com inclusão da aresta $E^*$ . As dimensões na direção vertical estão ampliadas. (S) amostra; (P) perfil do feixe primário; (PS) anteparo do feixe primário; (PR) plano de registro. (O. Glatter) .....	31
Figura 13 - Seção através do sistema de colimação em bloco com foco acima de $H$ . As dimensões na direção vertical estão ampliadas. (S) amostra; (P) perfil do feixe primário; (PS) anteparo do feixe primário; (PR) plano de registro. (O. Glatter) .....	32



Figura 14 - Desenho esquemático da câmara de Bonse-Hart.....	33
Figura 15 - Comparação da intensidade em função da resolução entre os sistemas Bonse-Hart (BH) e o de bloco de colimação (K).....	34
Figura 16 - Desenho esquemático da câmara cônica. As dimensões na direção vertical foram ampliadas. (O. Kratky) .....	37
Figura 17 - Desenho esquemático do sistema de colimação pontual. A capacidade de resolução angular é determinada pelo diâmetro $A$ do feixe colimado no plano do detector. O menor ângulo de observação é determinado pelo diâmetro $B$ da penumbra produzida pelo orifício que limita a dispersão, posicionada imediatamente a frente da amostra. Os parâmetros $u$ , $v$ e $D$ serão escolhidos para otimizar a intensidade para um dado processo. ....	38
Figura 18 - Seção através do sistema de colimação em bloco mostrando o arranjo correto entre as partes. (O. Kratky).....	42
Figura 19 - Seção através do sistema de colimação em bloco com $B_1$ abaixo da secção H. (O. Kratky).....	43
Figura 20 - Seção através do sistema de colimação em bloco com $B_1$ acima da secção H. (O. Kratky).....	43
Figura 21 – Conceito Moderno do Novo Sistema de Bloco de Colimação Onde $B_1$ é Posicionado e Pressionado Contra as Duas Barras de $B_2$ . (O. Kratky) .....	45
Figura 22 – Imagem de uma Câmara de Bloco de Colimação. ....	46
Figura 23 – Vista Esquemática do Sistema do Bloco de Colimação Onde o Bloco $B_1$ é Mostrado em Três Posições Diferentes. (O. Kratky).....	47
Figura 24 – Correlação entre a largura $b$ do foco e a largura da sua projeção no plano perpendicular $A$ ao feixe primário. (O. Kratky) .....	48
Figura 25 – Energia emitida sob ângulos de saída divididos pela energia do ângulo de $6^\circ$ . (O. Kratky).....	49
Figura 26 – Posição do Foco Relativo à Seção Principal. (O. Kratky) .....	50
Figura 27 – Posição do Foco Relativo à Seção Principal. ....	51
Figura 28 – Posição do Foco Relativo à Seção Principal. (O. Kratky) .....	51
Figura 29 – Espalhamento na região $N$ fora da região do foco apropriado $f$ , produzindo uma região fortemente ampliada do feixe primário $P_N$ . (O. Kratky).....	52
Figura 30 – Intensidade primária em dependência do ângulo de saída $\omega$ , para a posição a, b e c da aresta central. A mesma resolução em todos os casos. Linhas cheias: pressuposição de condições ideais. Linhas pontilhadas: atenuação da radiação emitida por corrosão do foco corresponde à curva II na Figura 25. ....	55

Figura 31 - Equipamento de difração de raios X Seifert HZG 4, base para o desenvolvimento da instrumentação da óptica para SAXS. ....	58
Figura 32 - Difratometro (goniômetro) de raios X esquemático. ....	59
Figura 33 - Equipamento de SAXS da fabricante Anton Paar, atualmente comercializado com o sistema de colimação em bloco. ....	61
Figura 34 - Conjunto composto pelo tubo de raios X, sistema de colimação linear e detector. Desenho esquemático mostrando a disposição dos componentes. (O autor) .....	62
Figura 35 – Janela quadrada traseira para passagem de radiação onde é acoplado o detector de raios X. ....	64
Figura 36 – Eletroerosão a Fio CNC Veker Eletrocut Novik modelo AR 2300. (Bener Veker) .....	65
Figura 37 – Suporte de ajuste da Câmara com o Tubo de Raios X.....	65
Figura 38 – Centro de Usinagem Petrus DPT-80130R do Laboratório de Usinagem do LNA. ....	66
Figura 39 – Câmara de Raios X para colocação da amostra em ambiente evacuado. As setas indicam o rebaixo usinado para o encaixe do O’Ring de Borracha. ....	67
Figura 40 – Macho de Roscar. (Direct Industry).....	67
Figura 41 – Parafusos de Ajustes de Alinhamento do Feixe de Raios X e para Inclinação da Câmara.....	68
Figura 42 – Suporte do Tubo de Raios X Soldado na Base pelo Processo TIG.....	69
Figura 43 – Fresa de Topo de Dupla Pastilha com Sistema Porta Pinça. (Direct Industry).....	69
Figura 44 – Bloco de Colimação do Sistema SAXS. ....	70
Figura 45 – Bloco Médio (Ponte).....	70
Figura 46 – Verificação da Variação da Geometria do Bloco de Colimação com um relógio comparador. ....	71
Figura 47 – Flange Padrão KF DN25 para Evacuação da Câmara. ....	72
Figura 48 – Referência Entre as Distâncias das Cotas das Arestas Efetivas. (O autor) .....	73
Figura 49 - a) Tubo de Raios X Seifert. b) Esquemático do Tubo de Raios X Seifert e suas Respectivas Medidas. (GE Measurement) .....	74
Figura 50 – Distância Entre a Projeção do Foco e a Aresta da Fenda G. (O autor).....	75
Figura 51 – Vista de Corte Longitudinal na Direção de Propagação do Feixe de Raios X com Indicação do Comprimento Total da Óptica do Sistema. (O autor) .....	76
Figura 52 – Bloco de Colimação Projetado e a Peça. (O autor).....	77

Figura 53 – Vista de Corte Longitudinal na Direção de Propagação do Feixe de Raios X com Indicação do Comprimento do Ângulo de Espalhamento Máximo. (O autor).....	78
Figura 54 - Desenho Técnico com as Dimensões da Janela de Saída do Feixe de Raios X. (O autor).....	79
Figura 55 –Janela de Saída do Feixe de Raios X. ....	79
Figura 56 – Vista Explodida da Câmara Projetada em software 3D. (O autor) .....	81
Figura 57 – Vista Explodida da Câmara Fabricada.....	81
Figura 58 – Conjunto do Bloco de Colimação. ....	82
Figura 59 – Montagem do Bloco de Colimação na Câmara Vista Interna Sem a Lateral.....	83
Figura 60 – Ganho Medido com Mistura Gasosa Ar – C <sub>2</sub> H <sub>6</sub> (75/25) a Pressão de 2,5 atm com Fonte de <sup>55</sup> Fe.....	84
Figura 61 – Diagrama da Eletrônica Associada ao Método de Localização Unidimensional. ....	85
Figura 62 – Espectro da Homogeneidade do Detector.....	85
Figura 63 – Barramento de múltiplas fendas.....	86
Figura 64 – Espectro Para o Barramento de Múltiplas Fendas com Larguras de 300 μm e Espaçamento de 2 mm.....	86
Figura 65 – Curva de Conversão Mostrando a Linearidade do Sistema. ....	87
Figura 66 – Parâmetros Geométricos para o Cálculo da Largura a Meia Altura do Feixe Divergente. (Adaptado de Marinho, P. R. B).....	87
Figura 67 – Espectro Para Uma Fenda de 75 μm Iluminada por Uma Fonte de <sup>55</sup> Fe a 15 cm de Distância do Detector. ....	88
Figura 68 – Esquema de Teste com a Câmara de Bloco Mostrando a Fonte <sup>55</sup> Fe, Bloco Colimador e o Detector.....	89
Figura 69 – Espectro para uma Fenda de 1 mm de Abertura para o Sistema de Bloco de Colimação.....	90
Figura 70 – Análise Geométrica da Largura do Feixe na Condição de Teste Teórico para Fenda de 1 mm. Escala Vertical Ampliada em 10 Vezes. (O autor).....	91
Figura 71 – Espectro de uma Abertura máxima de 5 mm para o Sistema de Bloco de Colimação.....	92
Figura 72 – Análise Geométrica da Largura do Feixe na Condição de Teste Teórico com uma Abertura de 5 mm (máxima do sistema). Escala Vertical Ampliada em 2 Vezes. (O autor)...	93
Figura A1 – Fundo da Câmara. ....	98
Figura A2 – Lateral Direita da Câmara. ....	99
Figura A3 – Lateral Esquerda da Câmara. ....	99

Figura A4 – Tampa da Câmara.....	100
Figura A5 – Tampa Frontal. ....	101

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Características da colimação de um equipamento de SAXS para um tubo convencional. ....	40
Tabela 2 – Aumento do brilho em relação ao ângulo de saída e da intensidade em relação à posição da ponte. ....	55

## LISTA DE ABREVIATURAS

CAM	Manufatura Assistida por Computador
CBPF	Centro Brasileiro de Pesquisa Físicas
CNC	Comando Numérico Computadorizado
DN	Diâmetro Nominal
GI-SAXS	Grazing Incidence Small Angle X-Ray Scattering
ISO	International Organization for Standardization
KF	Klein Flange
LITMec	Laboratório de Instrumentação e Tecnologia Mecânica
LNA	Laboratório Nacional de Astrofísica
LSD	Laboratório de Sistema de Detecção
SAXS	Small Angle X-Ray Scattering
TIG	Tungsten Inert Gas
UERJ	Universidade do Estado do Rio de Janeiro

## SUMÁRIO

	<b>INTRODUÇÃO</b> .....	15
<b>1.</b>	<b>REVISÃO BIBLIOGRÁFICA E FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA</b> .....	19
<b>1.1</b>	<b>Instrumentação da Óptica para SAXS</b> .....	19
1.1.1	Sistemas de Colimação do Feixe.....	19
<b>1.2</b>	<b>Sistemas de Colimação Linear</b> .....	22
1.2.1	Sistemas de Colimação com Três Fendas .....	23
<b>1.3</b>	<b>Câmara com Sistema de Bloco de Colimação</b> .....	27
1.3.1	Construção e aplicação da Câmara em Bloco.....	28
1.3.2	Vantagens e Dificuldades do Sistema de Colimação em Bloco .....	29
<b>1.4</b>	<b>Câmara Bonse-Hart</b> .....	33
<b>1.5</b>	<b>Câmara de Vidro</b> .....	35
<b>1.6</b>	<b>Câmara Cônica</b> .....	36
<b>1.7</b>	<b>Sistema de Colimação Pontual</b> .....	37
<b>1.8</b>	<b>Critérios de Escolha da Geometria do Feixe</b> .....	40
1.8.1	Sistema Óptico do SAXS .....	41
<b>1.9</b>	<b>Princípios Fundamentais da Teoria de Funcionamento da Câmara de Bloco</b> ....	41
1.9.1	Arranjo do Bloco de Colimação.....	44
1.9.2	Avanços na Construção da Câmara .....	45
1.9.3	Modificação do Arranjo do Bloco de Colimação em Relação ao Ângulo de Saída do Foco. ....	47
1.9.4	Cálculo da Intensidade Primária de uma Resolução Qualquer .....	52
1.9.4.1	$P(a_6)$ Cálculo da Intensidade Primária na Posição a Aresta $k_1$ no Meio do Sistema com Ângulo de Saída de $6^\circ$ .....	53
1.9.5	Como Selecionar um Sistema de Colimação Ótimo.....	56
<b>2.</b>	<b>MATERIAIS E MÉTODOS</b> .....	57
<b>2.1</b>	<b>O Difratorômetro Base</b> .....	57
2.1.1	Características do Difratorômetro .....	57
2.1.2	Mudanças Gerais no Difratorômetro .....	59
<b>2.2</b>	<b>Sistema Óptico do SAXS</b> .....	60
2.2.1	Escolha da Óptica.....	60

<b>2.1</b>	<b>Projeto e Construção</b> .....	63
2.3.1	Materiais de Fabricação .....	63
2.3.2	Processo de Fabricação .....	63
2.3.2.1	Corte por Eletroerosão a Fio.....	63
2.3.2.2	Usinagem.....	66
2.3.2.3	Roscamento Interno .....	67
2.3.2.4	Parafusos de Ajustes Roscamento Externo .....	68
2.3.2.5	Soldagem dos Componentes.....	68
2.3.2.6	Usinagem e Acabamento Superficial do Bloco de Colimação .....	69
2.3.2.7	Verificação da Variação da Geometria .....	71
2.3.2.8	Flange.....	71
<b>3.</b>	<b>RESULTADOS E DISCUSSÕES</b> .....	73
<b>3.1</b>	<b>Projeto e Dimensionamento dos Componentes</b> .....	73
3.1.1	Bloco de colimação .....	73
3.1.2	Câmara de Vácuo .....	77
3.1.3	Janela de Saída do Feixe .....	78
3.1.4	Janela de Entrada do Feixe .....	80
<b>3.2</b>	<b>Montagem das Peças</b> .....	80
3.2.1	Montagem da Câmara .....	80
3.2.2	Montagem do Bloco de colimação .....	82
3.2.3	Montagem do Bloco de colimação na Câmara .....	82
<b>3.3</b>	<b>Metodologia Experimental</b> .....	83
3.3.1	Caracterização do Detector.....	83
3.3.2	Determinação da Largura do Feixe Colimado pelo Bloco de Colimação.....	89
	<b>CONCLUSÕES</b> .....	94
	<b>SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS</b> .....	95
	<b>REFERÊNCIAS</b> .....	96
	<b>APÊNDICE A - Desenhos Técnicos da Câmara</b> .....	98



## INTRODUÇÃO

As técnicas de SAXS (*Small Angle X-Ray Scattering*), permitem a análise de nanomateriais e nanoestruturas da ordem de grandeza de 1 nm até 200 nm e determinam diversos parâmetros como: tamanho das nanopartículas, densidade de nanopartículas e morfologia. SAXS é um método analítico para determinar a estrutura dos sistemas de nanopartículas em termos do tamanho médio ou da forma. Os materiais que foram analisados por esse método podem ser sólidos, líquidos ou gasosos, podendo conter qualquer combinação dos materiais no seu respectivo estado [1]. Normalmente, os raios X atravessam a amostra (modo de transmissão) e cada nanopartícula interage com os raios X emitindo um sinal, que é detectado e posteriormente analisado. Assim, a estrutura média de todas as nanopartículas que são atingidas pelo feixe de raios X no material da amostra é medida.

A técnica de SAXS abrange uma vasta gama de aplicações e vem ganhando notoriedade entre os pesquisadores, tornando-se uma ferramenta fundamental. É precisa, não-destrutiva e geralmente requer apenas um mínimo de preparação da amostra. As áreas de aplicação são muito amplas e incluem materiais biológicos, polímeros, colóides, produtos químicos, nanocompósitos, metais, minerais, alimentos, produtos farmacêuticos e pode ser empregado em pesquisas, bem como no controle de qualidade [1]. Diante deste fato, a instrumentação utilizada nos equipamentos vem evoluindo durante décadas, e com isso, novas possibilidades de uso incorporam a lista de novos campos de aplicação. Nos dias atuais, a técnica de SAXS vem se destacando no campo da investigação dos nanomateriais por se tratar de uma ferramenta poderosa, capaz de desvendar a estrutura da matéria com informações sobre o formato e as dimensões das nanopartículas, densidade da estrutura cristalina, bem como o grau de ordem ou desordem do arranjo estrutural do sistema. Como as propriedades dos materiais estão relacionadas aos parâmetros de rede, e com os tipos de ligações que elas estabelecem entre si, esta técnica é de suma importância para que se possa desenvolver novos materiais, pois fornecem informações fundamentais para se obter êxito na criação de nanomateriais com as características e propriedades desejadas.

Uma variação desta técnica, que é relativamente nova, permite que as nanopartículas da superfície da amostra possam ser medidas seletivamente. Os raios X atingem uma amostra plana quase que paralelamente à sua superfície e o sinal de dispersão é medido no modo de

reflexão. Esta variante de SAXS é chamada GI-SAXS (*Grazing Incidence Small Angle X-Ray Scattering*) e mede a estrutura média de todas as nanopartículas atingidas pelo feixe de raios X, e a sua ordem relativa de posição sobre a superfície ou no interior da camada superficial.

Duas formas principais se destacam em como os raios X interagem ao incidir sobre um objeto qualquer. Os raios X podem ser absorvidos e/ou espalhados de forma distinta ao atingir uma nanopartícula, dependendo do elemento em que esta é constituída. Sem estes fenômenos não seria possível analisar as características observáveis de cada material utilizando esta técnica. As intensidades destes fenômenos são registradas e quantificadas através de detectores incorporados adequadamente no equipamento. Cada nanopartícula desvia o feixe de raios X de uma maneira diferente. Os espalhamentos provocados pelas nanopartículas estão correlacionados com a densidade de elétrons que elas possuem. Por esse motivo, nanopartículas diferentes apresentam padrões de espalhamentos diferentes e nanopartículas iguais exibem padrões de espalhamento iguais, o que parece óbvio. Esta diferença de densidade de elétrons revela um contraste entre os diferentes materiais quando estão misturados. As nanopartículas que estão imersas ou misturadas na matriz de um material (solvente) devem necessariamente apresentar densidades de elétrons diferentes da matriz onde foi incorporado, pois quanto maior for a diferença de densidade entre as nanopartículas, existirá maior diferença de contraste, definindo melhor as características dos materiais analisados. De uma forma geral, as nanopartículas compostas de elementos pesados, com alto número atômico, apresentam um maior contraste e tem limites de detecção mais baixos, quando medido em materiais de matriz de elementos mais leves. Sendo assim, devem ser evitados os materiais que contenham uma matriz de elementos mais pesados devido ao seu elevado coeficiente de absorção de raios X.

Os sinais gerados pela interação dos raios X com os elementos da estrutura da amostra são registrados no detector. Estes sinais (que são os raios X espalhados em direções características) atingem o detector produzindo elétrons livres devido ao impacto dos fótons do feixe de raios X. Os sinais coletados no dispositivo de detecção são amplificados e convertidos em pulsos elétricos que são registrados como intensidade. Os detectores podem variar na construção, diferenciando o seu sistema de detecção, resultando em quatro tipos diferentes de detectores, que serão empregados conforme os parâmetros ou informações que se quer extrair da amostra ou por alguma conveniência, seja ela técnica ou econômica.

A intensidade do sinal registrado depende, dentre outros fatores atenuantes, do sistema de colimação empregado. Este é um sistema simples que visa moldar o perfil do feixe de raios X em uma geometria circular ou retangular com dimensões bem definidas. Para efetuar a colimação do feixe, uma fenda ou um orifício é feito em uma chapa, que são colocados na frente do feixe, de modo a estarem perpendiculares entre si. O feixe de raios X atravessa esta abertura tomando a forma imposta por ela. Quanto maior a área da abertura, maior é a intensidade do sinal registrado no detector. Colimadores lineares, onde a fenda apresenta uma geometria retangular, apresentam uma área muito maior que os colimadores pontuais, onde a geometria é circular. Com isso, a fenda retangular permite que um maior fluxo de fótons de raios X atravessem a abertura, proporcionando consequentemente uma maior intensidade.

O método de SAXS é preciso, não-destrutivo e geralmente requer apenas um mínimo de preparação da amostra. As áreas de aplicação são muito amplas e incluem materiais biológicos, polímeros, colóides, produtos químicos, nanocompósitos, metais, minerais, alimentos, produtos farmacêuticos e pode ser empregado em pesquisa, bem como no controle de qualidade [1]. Mas devido ao fator custo, equipamentos desta natureza são extremamente escassos em países subdesenvolvidos, pois possuem altos valores comerciais, inviabilizando em muitos casos a aquisição destes equipamentos até mesmo por grandes instituições de ensino e de pesquisa.

Como em outras áreas de pesquisa, existem grandes desafios para o desenvolvimento de instrumentação para a aplicação desta técnica. Os desafios deste trabalho estão no projeto da parte óptica, a partir da plataforma de um equipamento de difração de raios X convencional, localizado no Laboratório de Sistema de Detecção (LSD) do Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas (CBPF). Dessa forma, a partir de um equipamento de difração de raios X convencional, foi desenvolvida uma instrumentação que permite a aplicação da técnica de SAXS, onde todo o caminho óptico percorrido pelo feixe de raios X até atingir o detector é evacuado. Todo o percurso do feixe de raios X, incluindo o porta amostra, deve ser isento de partículas que possam diminuir sua intensidade ou interferir na qualidade do sinal que chega até o detector. A parte de colimação do fluxo dos feixes de raios X também é desenvolvida, pois há uma série de diferenças conceituais e instrumentais envolvidas no projeto de construção de um equipamento de SAXS em relação à difração.

O equipamento base, disposto para a elaboração deste trabalho é o Seifert HZG 4, que passou por duas etapas de reconstrução. Na primeira etapa, que foi realizada em parceria entre

a UERJ (Universidade do estado do Rio de Janeiro) e o CBPF, reestruturou-se e reformulou-se toda a parte eletrônica do sistema de controle, como: substituição do sistema de motores de passo, do encoder e do sistema de embreagem dos eixos do goniômetro. A segunda etapa, onde este trabalho está inserido, prevê o desenvolvimento da óptica do SAXS, construção do sistema de colimação do feixe de raios X e o projeto de implantação do detector. Dentre os componentes que irão compor as partes ópticas do equipamento, estão os detectores sensíveis a posição, desenvolvidos e fabricados pelo CBPF, que domina esta tecnologia a ser empregada neste equipamento. Toda a parte de instrumentação da óptica do feixe de raios X foi desenvolvida e construída no Laboratório de Instrumentação e Tecnologia Mecânica (LITMec) do CBPF, e no LNA (Laboratório Nacional de Astrofísica), utilizando-se tecnologia nacional visando o desenvolvimento de dispositivos que possibilitam o emprego da técnica de SAXS em um difratômetro.

Este projeto contribui na construção de um equipamento de extrema importância no desenvolvimento e na pesquisa de novos materiais em escalas nanométricas, podendo ser submetido a uma patente, pois a tecnologia empregada nos detectores desenvolvidos no LSD do CBPF e que serão instalados no equipamento, detém uma patente internacional e a configuração de toda a instrumentação que compõe o SAXS, estabelece um novo modelo de equipamento.

## 1. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA E FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

### 1.1. Instrumentação da Óptica para SAXS

Existem vários equipamentos que utilizam câmaras com fenda de colimação, onde o feixe primário utilizado apresenta seção transversal em forma de linha (linear). Em geral, as câmaras que utilizam este tipo de colimação têm uma intensidade de fluxo de fótons suficientemente elevado utilizando-se fontes de raios X convencionais em comparação com instrumentos de colimação pontual (quando a geometria da seção transversal do feixe apresenta seção circular). A seguir, várias câmaras deste tipo serão apresentadas e descritas com mais detalhes.

#### 1.1.1. Sistemas de Colimação do Feixe

Um feixe de raios X é uma onda eletromagnética que se propaga em linha reta com certa energia, sendo o fluxo de energia através de uma área unitária, perpendicular à direção do movimento, é chamada intensidade  $I$  [2]. Um tubo convencional de raios X, comumente emite feixes policromáticos, que são ondas eletromagnéticas com diferentes comprimentos de onda. Ao chocar-se com uma amostra, um fóton com um determinado comprimento de onda é espalhado em uma direção específica e, fótons com outros comprimentos de onda serão espalhados em direções diferentes dos outros ao incidirem sobre o mesmo ponto, causando um fenômeno que promove um alargamento indesejável no padrão registrado, chamado de mancha de comprimento de onda.

Ao se estreitar a abertura, diminuindo a área de passagem do feixe, conseqüentemente diminui-se o fluxo de fótons que atravessam as aberturas, resultando na diminuição da intensidade do feixe de raios X. Este estreitamento também provoca uma distorção adicional nos resultados obtidos, alargando o padrão registrado. Esta anormalidade é chamada de mancha de fenda.

As amostras que podem ser analisadas e o tempo das medidas dependem principalmente da instrumentação utilizada no equipamento, onde um dos principais sistemas que interfere neste aspecto é o sistema de colimação. Este tipo de instrumentação é de certa forma bastante simples: são basicamente fendas ou orifícios feitos em chapa metálica que permite a passagem

do feixe de raios X através destes, onde então o feixe assume a geometria definida pela abertura. As fendas, ou orifícios (aberturas), devem ser muito estreitos e manterem certa distância entre elas, pois o sistema é constituído por mais de uma abertura.

Basicamente os sistemas de colimação podem ser classificados em dois grupos principais.

- Instrumentos de colimação pontual
- Instrumentos de colimação linear

Na colimação pontual, a geometria da abertura estabelece a forma do feixe, conferindo-lhe uma seção transversal circular ou elíptica com uma área de incidência na amostra de aproximadamente de  $0,09 \text{ mm}^2$  [1]. Neste caso, a dispersão do feixe após deixar a amostra é centrossimétrica em relação ao eixo de propagação e o padrão registrado no plano de detecção consiste em círculos concêntricos em torno do feixe primário (Fig. 1). O sistema de colimação pontual, quando operado em ângulos maiores, apresenta pouca distorção no padrão de dispersão que é registrado e pode ser desprezado em uma posterior análise. A interferência deste fenômeno aumenta com a diminuição para ângulos menores, tornando-se significativos e interferindo na análise dos resultados.

A colimação pontual geralmente apresenta uma resolução baixa. Esta deficiência está relacionada a uma área de incidência do feixe de raios X na amostra muito diminuta e na dificuldade de se obter um feixe estreito e limpo. Este problema pode ser atenuado ao se aumentar a distância entre a amostra e o detector, mas à custa da diminuição da intensidade do feixe que atinge o detector, além de aumentar consideravelmente o comprimento do equipamento. Em consequência disso, há um aumento significativo no tempo de ensaio com a utilização do sistema de colimação pontual, resultando em horas para se realizar uma medição. Contudo, sua utilização é indispensável sempre que a distribuição da orientação do material deva ser analisada, quando pequenas áreas ou algumas propriedades de superfícies devem ser investigadas, neste último caso utilizando a técnica de incidência rasante (GI-SAXS).

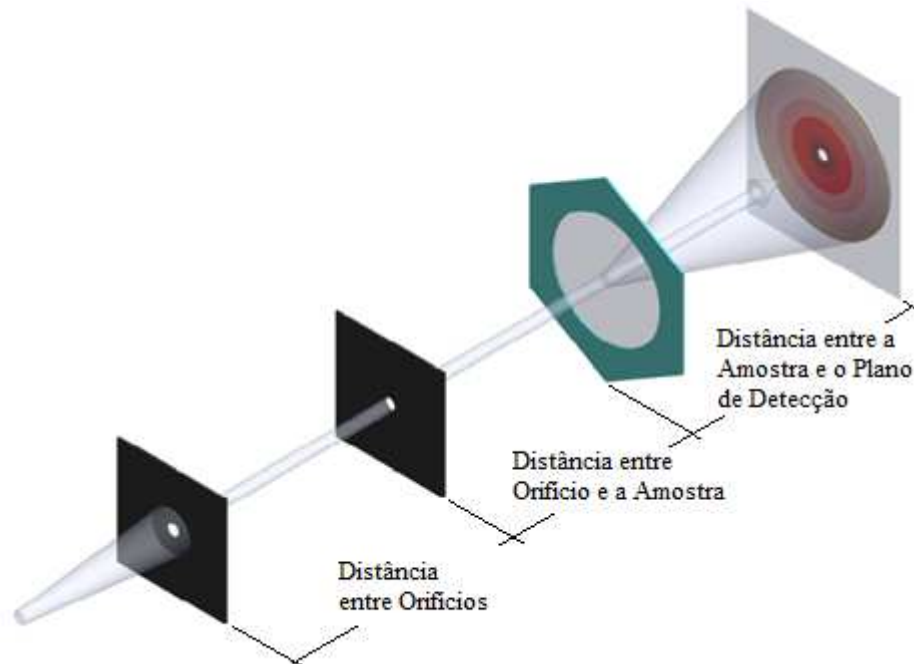


Figura 1 - Desenho esquemático de um sistema de colimação pontual, mostrando o espalhamento gerado pela amostra e o padrão registrado no plano de detecção. (Adaptado de Schnablegger, H.)

Para sistemas que utilizam a colimação linear, o feixe de raios X é colimado de forma a deixá-lo muito estreito, porém alongado, com uma área de incidência sobre a amostra de aproximadamente  $6 \text{ mm}^2$ . Pode-se observar pela Figura 2 que a área por onde é permitido o feixe de raios X passar é muito maior quando comparado com o sistema de colimação pontual, podendo ser até 100 vezes maior, o que por sua vez causa um alargamento das manchas no padrão de dispersão. Este alargamento deve ser levado em consideração na avaliação dos dados registrados. Por sua característica geométrica, este sistema é apropriado quando se quer analisar um volume maior da amostra e em materiais que apresentam sistemas isotrópicos. Para uma mesma densidade de fluxo, tem-se uma dispersão com maior intensidade. Com uma geometria de fenda, o feixe de raios X pode ser mais estreito e muito mais limpo quando confrontado com o sistema de colimação pontual, permitindo obter um equipamento mais compacto, pois a distância entre a amostra e o detector pode ser explorada ao máximo, diminuindo o tamanho do equipamento. Para esta configuração, há um aumento substancial na intensidade do feixe de raios X e uma enorme diminuição no tempo de ensaio, podendo chegar a um tempo 100 vezes menor quando é utilizado o sistema de colimação pontual.

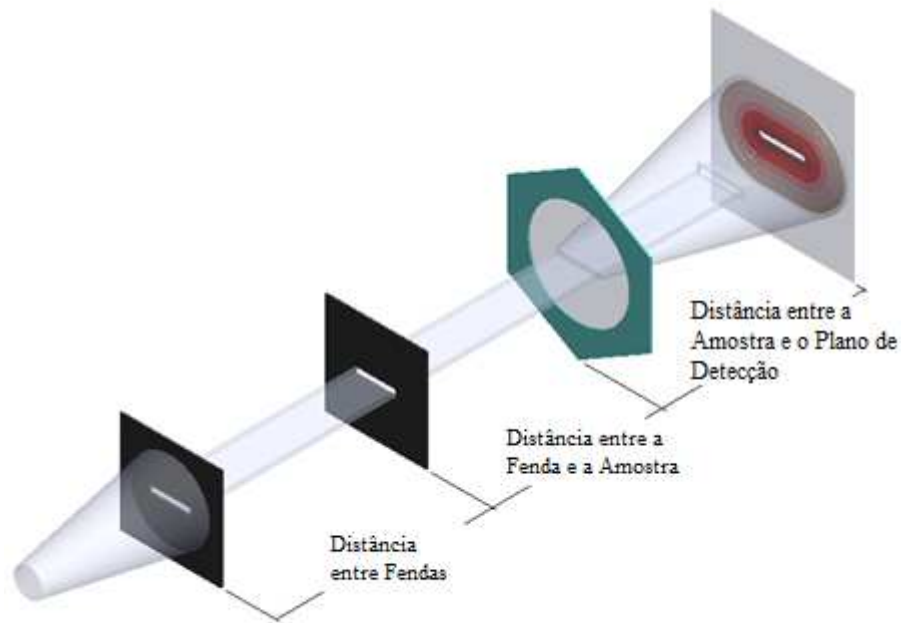


Figura 2 - Desenho esquemático de um sistema de colimação linear, mostrando o espalhamento gerado pela amostra e o padrão registrado no plano de detecção. (Adaptado de Schnablegger, H.)

Os efeitos indesejáveis que proporcionam o alargamento das manchas no padrão de dispersão não são significativos para grandes ângulos, como é usual na técnica de difração de raios X, pois à medida que se aumenta o ângulo de dispersão, diminuem-se as implicações desta anomalia no padrão registrado, de modo que o aumento da intensidade não é comprometido.

Para a região de menor ângulo, que passa a ser chamada daqui para frente de região de baixo ângulo, onde os efeitos de manchas no padrão de dispersão se mostram bastantes intensos e prejudiciais, uma solução matemática empregando-se softwares especializados pode eliminar estes efeitos em análises posteriores.

## 1.2. Sistemas de Colimação Linear

Como mencionado anteriormente, existem dois tipos de colimação que podem ser usadas como parte da instrumentação em equipamentos de SAXS. Um sistema de colimação linear simples consiste em duas aberturas distanciadas uma da outra e alinhadas paralelamente



entre si. Quanto mais estreitas forem estas fendas e quanto maior for a distância entre elas, maior é a resolução obtida.

### 1.2.1. Sistemas de Colimação com Três Fendas

Este projeto simples tem a desvantagem de que as fendas emitem espalhamento secundário (dispersão parasitária) para a região de baixo ângulo, o que torna impossível usar esta câmara para uma medida em alta resolução.

Este problema pode ser revertido, e essa concepção, no entanto, pode ser melhorada consideravelmente acrescentando-se uma terceira fenda, como mostra a Figura 3 [3]. Neste tipo de sistema, posiciona-se uma terceira fenda de maneira que ela não seja atingida pelos feixes de raios X diretos, representados pelas linhas 1 e 2, de modo que esta fenda absorva o máximo possível da dispersão parasitária que é provocada pela fenda  $S_2$ . Isso faz com que os sinais deste fenômeno indesejável sejam atenuados significativamente, melhorando consideravelmente a resolução do sinal que chega ao detector.

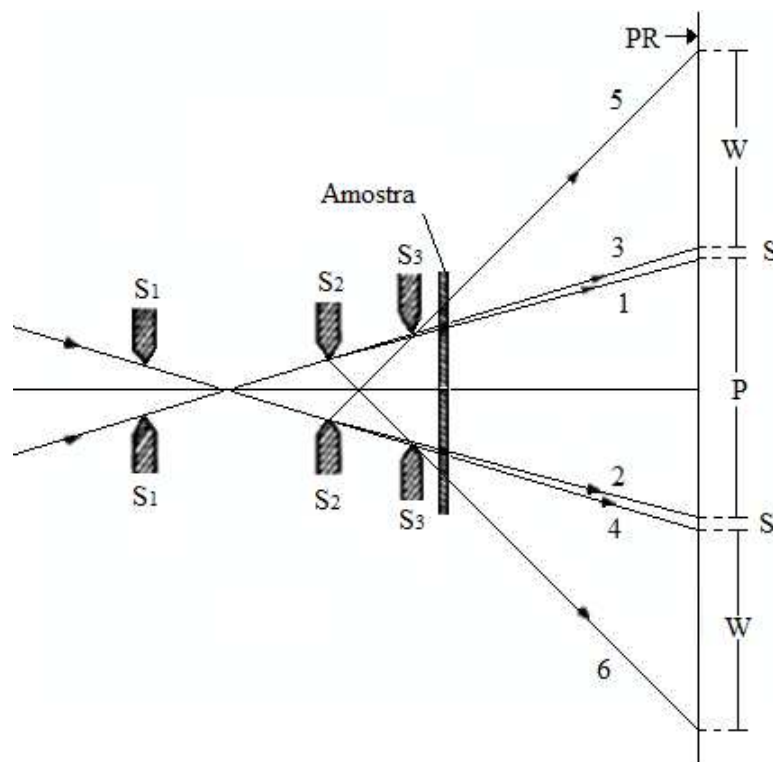


Figura 3 - Câmara com três fendas  $S_1$ ,  $S_2$ , e  $S_3$ , cada uma delas constituída por um par de arestas perpendiculares ao plano do papel. As dimensões na direção vertical estão ampliadas. (A. Guinier)

A dispersão parasitária é intensa entre os feixes delimitados pelas linhas 3 e 4, enquanto que a diagonal do espalhamento, limitada pelas linhas 5 e 6 tem intensidade muito menor. Naturalmente, essa configuração depende da precisão com que são fabricadas e posicionadas as fendas, e que a região entre as linhas 3 e 4 não exceda o limite determinado pelas linhas 1 e 2.

Se a amostra a ser analisada é uma boa espalhadora de raios X, pode ser possível registrar uma dispersão parasitária entre as linhas 3 e 5 (ou 4 e 6), enquanto que para as amostras que dispersam os raios X fracamente este fenômeno é observado para além das áreas delimitadas pelas linhas 5 e 6, onde a dispersão parasitária é desprezível. No plano de registro **PR** as zonas *s* e *w* correspondem a regiões de forte e de fraca dispersão parasitária respectivamente.

Outro tipo de câmara de fenda utilizada é a de Beeman [4], conforme mostra a Figura 4. Esta câmara é composta por duas fendas  $C_{1,2}$  estacionárias feitas de tântalo que colimam o feixe incidente sobre uma janela de mica. Duas fendas adicionais  $C_{3,4}$  analisam a distribuição angular da radiação que deixa a amostra. O segundo par de fendas, em conjunto com o porta amostra e o contador Geiger, estão ligados a um braço que pode ser movimentado através de um pivô, por meio de um parafuso de ajuste, sobre um eixo que passa pelo centro da amostra.

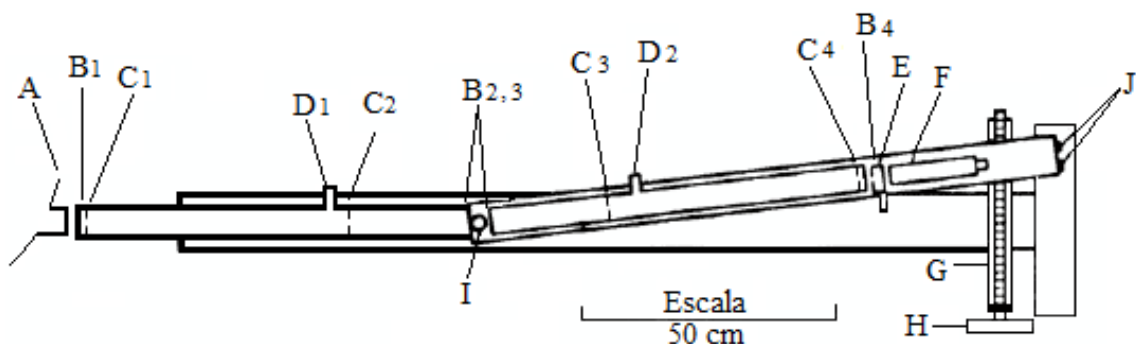


Figura 4 - Esquema do sistema de colimação. (A) Janela de saída do tubo de raios X; (B) janela de mica; (C) fendas de tântalo; (D) conexões para engate da bomba de vácuo; (E) Filtro Ross deslizante; (F) Contador Geiger; (G) parafuso de alta precisão; (H) rolos. (W. W. Beeman)

Uma geometria bastante incomum é a adotada na câmara de fenda Stasiecki e Stuhmann [5], cujo comprimento total do equipamento é de 50 m. Metade deste

comprimento é tomado pelo sistema de colimação, enquanto a outra metade vai da amostra até o detector. Os autores utilizaram esta câmara para demonstrar que a dispersão pode ser registrada mesmo para partículas de dimensões microscópicas. Eles estudaram eritrócitos que excedem de 3 a 9 ordens de magnitude em relação as menores moléculas de proteína. Fazer este experimento de espalhamento com eritrócitos em uma câmara com 20 cm de distância entre a amostra e o plano de registro, exigiria uma fenda de entrada inferior a 0,5  $\mu\text{m}$  e toda a gama de espalhamento iria ser comprimida em alguns  $\mu\text{m}$ . Proporcionalmente [5];

$$M \sim \frac{I_0}{P_0} a^2$$

Onde:

$I_0$  é a intensidade do espalhamento no ângulo zero

$P_0$  é a intensidade primária

$M$  é a massa molecular

Ilustra que o aumento em  $M$  por um fator de  $10^9$  e  $a$  por um fator de  $10^2$  resulta num aumento na razão de  $I_0/P$  por 5 ordens de grandeza. Este procedimento tem como consequência que a intensidade do espalhamento pode ser registrada em conjunto com a intensidade primária.

O sucesso desta experiência interessante sugere que uma otimização das dimensões da câmara poderia ser uma ferramenta viável para investigações sobre partículas cujo tamanho é intermediário, que estão entre as macromoléculas classicamente estudadas e os eritrócitos de Stuhmann. É bem possível que, ocasionalmente, uns 4 a 5 m de comprimento na câmara poderiam melhorar os resultados, que podem ser obtidos com os instrumentos convencionais. Isto é particularmente verdadeiro quando um detector sensível à posição é usado, cuja resolução espacial torna-se insuficiente para as dimensões de partículas grandes. Em muitas vezes, usa-se um detector sensível à posição para medições convencionais em combinação com um adaptador para aumentar a distância da amostra ao detector em 0,5 m.

Um dispositivo auxiliar que é capaz de reduzir consideravelmente o comprimento das manchas de fenda ocasionalmente usado em combinação com as câmaras de fenda, é a fenda Soller. Esta é constituída por um conjunto de placas finas paralelas, cujos planos estão

dispostos paralelamente ao eixo do feixe primário e perpendicular ao plano do feixe. Este dispositivo é inserido na câmara por trás do batente do feixe primário. Em um de seus trabalhos, Todo [6] descreveu tal dispositivo com 0,06 mm de espessura com espaçamento de 0,6 mm entre as placas. Os autores concluem que este dispositivo produz melhores resultados do que o sistema de bloco de colimação. É verdade que uma curva registrada com uma fenda Soller se assemelha mais a uma curva de espalhamento sem o efeito de manchas do que uma curva afetada por este efeito. Conseqüentemente, alguns dos erros introduzidos pelo processamento numérico para tratar os efeitos de manchas são menores. No entanto, esta vantagem é acompanhada por uma perda abrupta da intensidade. Sem a utilização da fenda Soller, uma condição que propicia um resultado melhor para o tratamento numérico do efeito de manchas, empregando condições idênticas, seria a utilização de uma fonte com intensidade muito maior, resultando em erros estatísticos menores. Mas a utilização do dispositivo deve ser avaliada cuidadosamente, tendo como referência as condições ideais do tipo de material a ser analisado e as informações que se desejam obter.

No trabalho mencionado anteriormente, a fenda Soller foi utilizada com uma fonte de raios X de alta potência (Anodo giratório, 200 mA, 40 kV), e os resultados comparados com os dados obtidos a partir de uma câmara de bloco em frente a um tubo selado convencional (35 mA, 45 kV). Não foram relatados os tempos de contagem. Os referidos dados, portanto, não oferecem uma base sólida para uma avaliação comparativa.

É perfeitamente possível que a perda de intensidade seja tolerável sob certas condições, por exemplo, com o uso de uma fonte de raios X de alta potência. Em amostras com alto índice de espalhamento é indiferente a intensidade da radiação. Mas a questão permanece, se uma fenda Soller for utilizada em uma amostra com baixo índice de espalhamento (por exemplo, uma solução diluída de moléculas biológicas) e uma fonte de raios X normal, tendo em conta a estabilidade limitada de amostras biológicas. Isso sugere uma avaliação mais aprofundada sobre quais os parâmetros que irão favorecer cada tipo de amostra.

### 1.3. Câmara com Sistema de Bloco de Colimação

O problema da dispersão parasitária pode ser removido conforme o arranjo disposto na Figura 5. Este desenho mostra um corte paralelo na direção de propagação do feixe e perpendicular à direção do comprimento do foco. A fonte de radiação é representada pela projeção  $f$  do ponto focal num plano perpendicular ao eixo do feixe. A colimação do feixe é conseguida pelos três elementos de construção, que são os dois blocos  $B_1$  e  $B_2$  e a aresta  $E$ , onde se projetam perpendicularmente para fora do plano do papel. É fundamental que o plano  $F_1$  definido pelo bloco  $B_1$  coincida exatamente com o plano  $F_2$  do bloco  $B_2$  e que apresente um acabamento superficial polido. Este plano é chamado de plano principal  $H$ . A altura do feixe que entra é definida pela distância  $d$ , que é medida entre a seção da aresta  $E$  e a seção do plano principal  $H$ . É fácil observar que não deve haver dispersão parasitária na parte superior da seção principal  $H$ , pois o bloco  $B_2$  cria uma barreira, não permitindo que a parte superior do feixe de raios X ultrapasse para a parte superior da seção principal [7]. A posição da aresta secundária  $M$  também é essencial para o efeito de colimação.

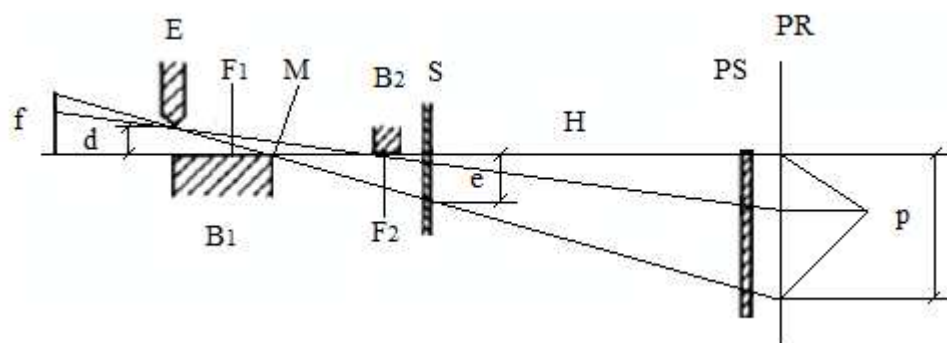


Figura 5 - Seção através do sistema de colimação em bloco. As dimensões na direção vertical estão ampliadas. (S) amostra; (P) perfil do feixe primário; (PS) anteparo do feixe primário; (PR) plano de registro. (O. Glatter)

Entretanto, existe uma quantidade muito pequena de dispersão parasitária acima de  $H$  que é devido a imperfeições mecânicas. A Figura 6 mostra esquematicamente como o instrumento é projetado para assegurar que os planos  $F_1$  e  $F_2$  coincidam perfeitamente: o bloco  $B_1$  é a peça central de um corpo em forma de U, enquanto que o bloco  $B_2$  chamado de ponte, ou bloco médio, é pressionado contra a parte superior do outro bloco [8], [9].

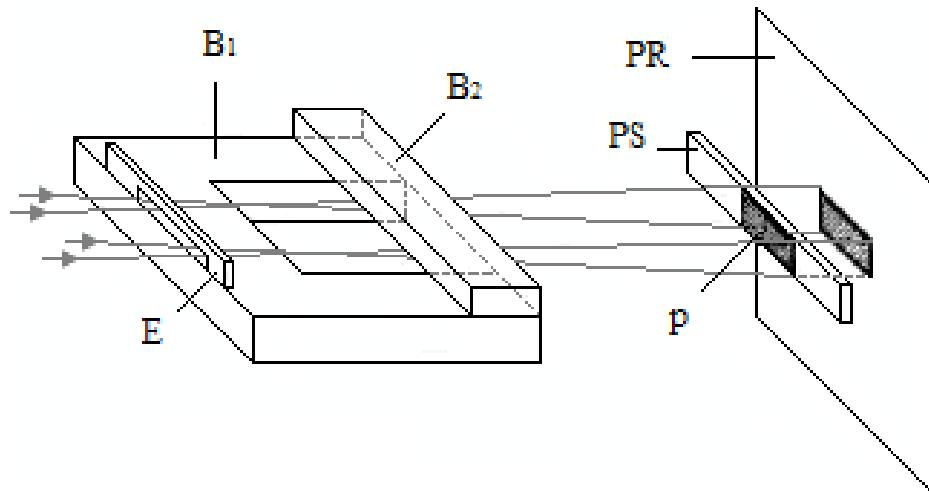


Figura 6 - Desenho esquemático do sistema de bloco de colimação. (O. Glatter)

### 1.3.1. Construção e aplicação da Câmara em Bloco

A Figura 7a mostra o emprego do sistema de colimação em bloco que é montado em frente ao tubo de raios X  $R$ . A Figura 7b apresenta um corte vertical através da câmara na direção do feixe de raios X. O sistema de colimação, o porta amostra e o anteparo do feixe primário estão todos montados no interior de um ambiente evacuado  $V$ , com janelas na frente  $W_1$  e no final  $W_2$ . Um ambiente não evacuado traria uma desvantagem óbvia, pois elevaria o background devido à dispersão de duas janelas adicionais e do ar à volta da amostra.

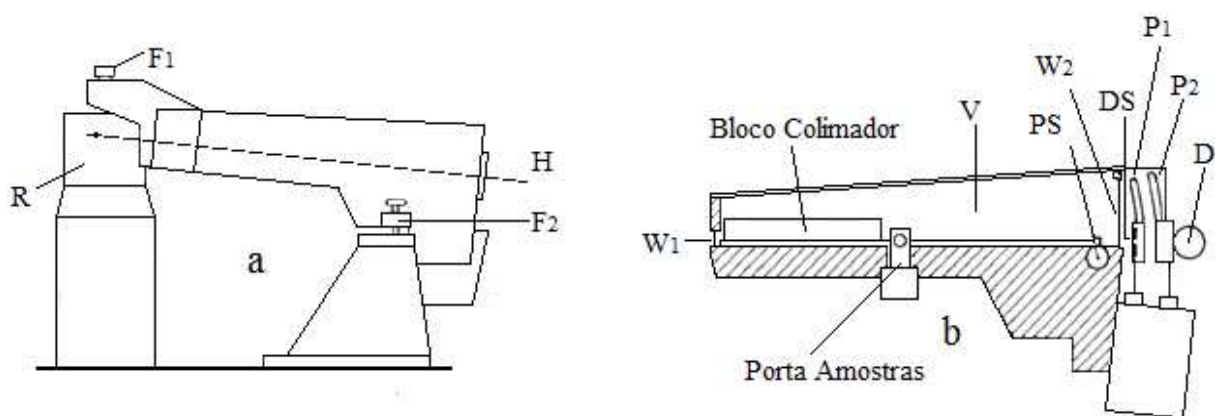


Figura 7 - a) Montagem do tubo de raios X na frente da câmara de bloco. b) Vista de corte mostrando os componentes internos. (O. Glatter)

A radiação é registrada no exterior do tubo de vácuo onde um detector de posição ou um filme sensível é utilizado. Para o registro exato do ponto da curva de dispersão, movimenta-se simultaneamente a fenda do detector  $DS$  e do detector  $D$  que é guiado pelas ranhuras  $P_1$  e  $P_2$ . Uma vez que o foco é um emissor de radiação não homogênea, flutuações da intensidade podem ocorrer se a posição relativa do sistema de colimação e de focagem sofrerem algum tipo de alteração. A elevação da extremidade dianteira da câmara no topo do tubo de raios X é determinante para evitar os movimentos relativos entre o foco e o sistema de colimação. Esta movimentação também elimina a maior parte dos efeitos térmicos e mecânicos. Os dois parafusos de ajuste  $F_1$  e  $F_2$  são suficientes para um posicionamento exato da câmara.

### 1.3.2. Vantagens e Dificuldades do Sistema de Colimação em Bloco

O projeto do dispositivo tenta diminuir a dispersão parasitária para ângulos de espalhamento pequenos, a fim de permitir uma extensão da parte acessível da curva de dispersão. Ao mesmo tempo, essa concepção deve reduzir o background em toda a curva, a fim de permitir que amostras com pouca dispersão possam ser analisadas. A curva de dispersão do polietileno é frequentemente usada como um padrão secundário para as medições da intensidade absoluta. A curva de dispersão para este material é bastante precisa [10], sendo utilizada como padrão para o teste da câmara.

A principal diferença para outros sistemas é o desenho assimétrico, que em outros arranjos apresentam uma região de dispersão parasitária em ambos os lados do feixe primário. É possível realizar medições em baixo ângulo utilizando-se uma câmara de fenda, desde que a abertura da fenda seja suficientemente estreita. Mas isso compromete a intensidade, reduzindo-a por um fator de 4 a 6 em relação a uma câmara de bloco configurada para a mesma resolução. Esta vantagem do sistema de colimação em bloco é acompanhada por duas dificuldades:

1 - Como consequência da assimetria do desenho, a radiação dispersa só pode ser registrada de um lado do feixe primário; abaixo da seção principal  $H$  a dispersão parasitária é muito forte. O ponto zero da curva de dispersão deve, portanto, ser determinado através da medição da intensidade do perfil do feixe primário.

2 - Para ângulos grandes, os efeitos da dispersão parasitária são desprezíveis, o sistema de colimação em bloco produz menos intensidade do que sistemas com duas ou três fendas.

Isto porque o bloco  $B_1$  (Fig. 10) bloqueia parcialmente a entrada do feixe primário na abertura  $d$  da fenda e atinge a amostra  $S$  na zona  $e$ .

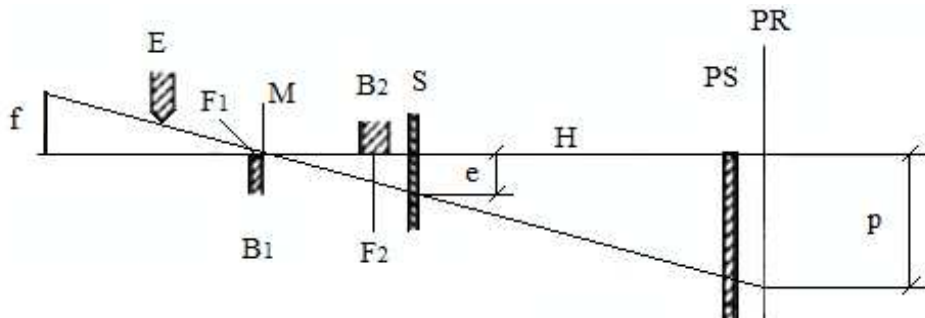


Figura 8 - Seção através do sistema de colimação em bloco com bloco  $B_1$  menor. As dimensões na direção vertical estão ampliadas. (S) amostra; (P) perfil do feixe primário; (PS) anteparo do feixe primário; (PR) plano de registro. (O. Glatter)

De acordo com uma sugestão anterior feita por Henke [11] e Schulze [12], esta desvantagem pode ser removida pelo deslocamento do bloco  $B_1$  para baixo da extremidade  $E$ , que agora é chamado de  $B'_1$  (Fig. 11). O resultado desta modificação é um perfil de feixe primário  $P$  muito mais amplo, que de contrapartida não permite uma resolução alta. Para melhorar a resolução, foi utilizada uma amostra com um bordo inferior muito acentuado que é imersa parcialmente dentro do feixe conforme mostra a Figura 11.

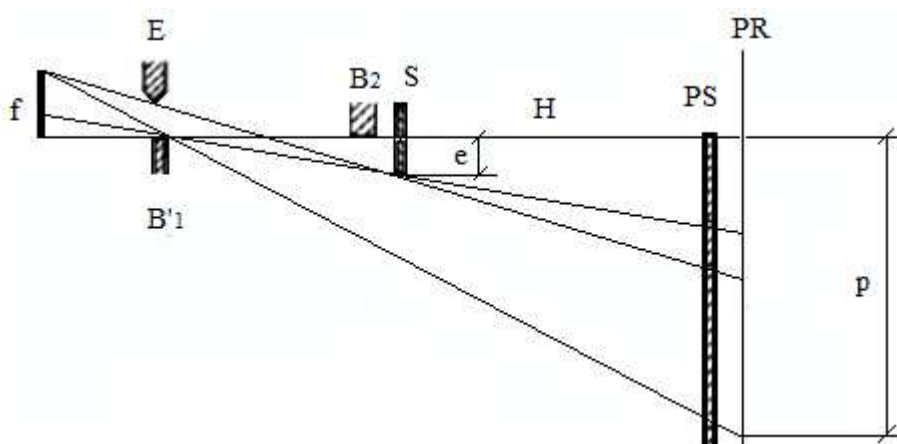


Figura 9 - Seção através do sistema de colimação em bloco com bloco  $B_1$  deslocado ( $B'_1$ ) e região  $e$  limitada. As dimensões na direção vertical estão ampliadas. (S) amostra; (P) perfil do feixe primário; (PS) anteparo do feixe primário; (PR) plano de registro. (O. Glatter)



Apesar de suas vantagens, esta modificação foi pouco usada, principalmente devido a dificuldades na determinação do ponto zero da curva de dispersão, na medição da intensidade absoluta e na obtenção de uma forma da amostra que satisfaçam as rigorosas restrições geométricas.

A configuração do arranjo da Figura 12a tem um ganho na intensidade em comparação com a configuração proposta por Henke e Schulze [11], além de eliminarem as desvantagens mencionadas. A inserção de uma nova aresta  $E'$  define um limite inferior de emissão da dispersão parasitária para o feixe primário até o limite  $l$ , que só pode ser medido, com ausência total da dispersão parasitária acima de  $l$ . Por conseguinte, é vantajoso utilizar o arranjo da Figura 12b para medições em ângulos muito pequenos (que para esta finalidade é equivalente às Figuras 5 e 10) e para promover mudanças na configuração da Figura 12b para ângulos maiores através da remoção de  $B_1$  e inserindo a aresta  $E'$ , convertendo-a para a configuração da Figura 12a.

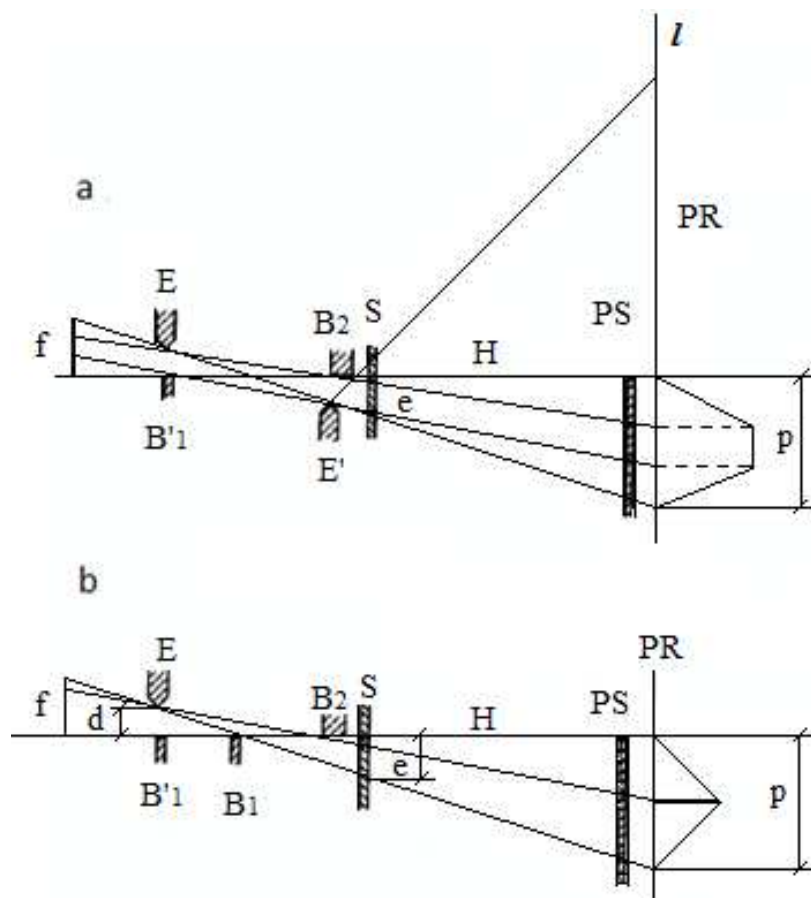


Figura 10 - Seção através do sistema de colimação em bloco com inclusão da aresta  $E'$ . As dimensões na direção vertical estão ampliadas. (S) amostra; (P) perfil do feixe primário; (PS) anteparo do feixe primário; (PR) plano de registro. (O. Glatter)

Um outro tipo de arranjo proposto, incorpora algumas das idéias anteriores como mostra a Figura 13. Neste modelo o sistema de colimação consiste apenas dos blocos  $B_1$  e  $B_2$ . Além disso, o ânodo tem um papel importantíssimo na colimação. Como o foco  $f$  fica bem acima da seção principal, o ânodo tem a função de aresta  $E$  na concepção convencional. A integração do foco no sistema de colimação exige que a posição e orientação do plano do ânodo em relação ao resto do sistema de colimação seja extremamente bem definido (erros posicionais não devem exceder  $2\ \mu\text{m}$ ). O tubo de raios X é, por conseguinte, montado em um suporte que faz parte da caixa da câmara.

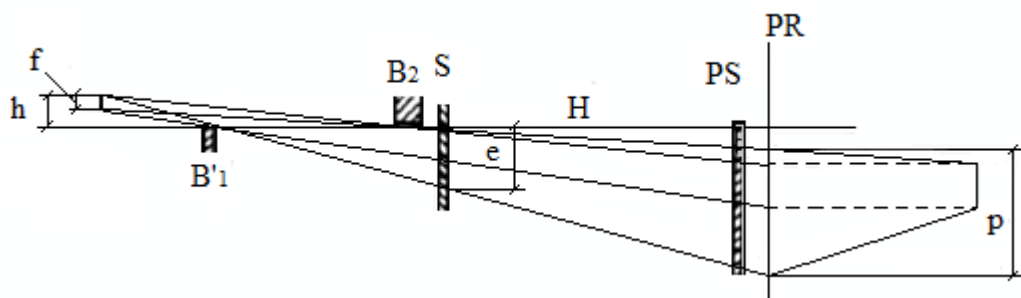


Figura 11 - Seção através do sistema de colimação em bloco com foco acima de  $H$ . As dimensões na direção vertical estão ampliadas. (S) amostra; (P) perfil do feixe primário; (PS) anteparo do feixe primário; (PR) plano de registro. (O. Glatter)

Embora o sistema de blocos de colimação convencional produza um feixe primário com perfil de intensidade triangular no plano de registro (Fig. 5), a câmara integrada produz um feixe primário trapezoidal [13]. As dimensões deste trapézio são determinadas pela distância  $h$  entre a extremidade superior do foco e da seção principal  $H$ , e pela largura da projeção do foco. A maior intensidade é obtida onde o perfil do feixe é retangular. Uma vez que a inclinação dos lados do trapézio aumenta com a diminuição da largura focal, é vantajoso utilizar um foco estreito e de alto brilho. Uma vez que o ânodo é uma superfície irradiadora, uma diminuição no ângulo de saída aumenta o brilho do foco (enquanto que a energia total permanece constante). Existe na prática um limite inferior no ângulo de saída devido a imperfeições na planicidade da superfície do ânodo, que se deteriora com o aumento do tempo de uso do tubo. Deste modo, não é seguro diminuir o ângulo de saída além de  $3^\circ$ . No entanto, também se utiliza um tubo de foco fino (com apenas  $0,4\ \text{mm}$  de largura focal), o aumento do brilho é considerável em comparação a um tubo normal com o habitual ângulo de  $6^\circ$ . As considerações teóricas abordadas e as medições mostram que este arranjo produziu uma

dispersão com um ângulo médio e uma intensidade cerca de duas vezes maior (para a mesma resolução) do que o arranjo das Figuras 5 ou 10. Em uma resolução muito alta, quando o foco "toca" a seção principal  $H$ , o ganho de intensidade ainda é elevado a um fator de três a quatro vezes.

#### 1.4. Câmera Bonse-Hart

Este instrumento se baseia em múltiplas reflexões do feixe primário a partir de lados opostos de uma ranhura em um cristal ideal de germânio (item **2** da Figura 14). A divergência do feixe diminui a cada vez que é refletido de um dos lados da parede, o que leva a um feixe altamente monocromático com uma divergência de apenas alguns segundos de arco. Depois de penetrar na amostra **3**, o feixe é novamente refletido várias vezes dentro das paredes internas de um segundo cristal **4** e finalmente, entra no detector **5**. O cristal **4** pode ser rotacionado em torno de um eixo perpendicular ao plano do papel com um fuso de precisão. Esta rotação do cristal **4** em torno do seu centro, permite o registro em baixo ângulo de espalhamento, que são originários da amostra: é fácil ver que, se o cristal **4** é rotacionado por um ângulo  $\alpha$ , a partir de uma posição paralela ao cristal **2**, somente a radiação dispersa pela amostra com o mesmo ângulo pode alcançar o detector [14].

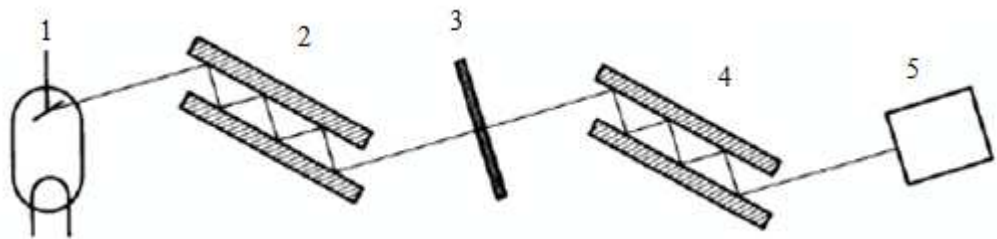


Figura 12 - Desenho esquemático da câmera de Bonse-Hart.

A característica interessante deste projeto engenhoso é o fato de que se pode medir até os menores ângulos sem usar uma fenda de entrada estreita: todas as outras técnicas têm de lidar com o fato de a intensidade do feixe primário cair rapidamente, devido à fenda de entrada necessária para medir ângulos muito pequenos serem muito estreita, enquanto que o sistema Bonse-Hart utiliza a mesma intensidade principal para todos os ângulos. Por outro lado, com a diminuição da resolução, os outros métodos oferecem a opção de aumentar o

tamanho da fenda de entrada com aumento concomitante na intensidade principal, enquanto o sistema Bonse-Hart não oferece tal opção.

Foi feito uma comparação quantitativa experimental com o sistema de bloco de colimação que apresentou o resultado mostrado na Figura 15. Enquanto o sistema Bonse-Hart **BH** produz intensidade constante, a intensidade primária do sistema de colimação em bloco **K** aumenta com a terceira potência em relação à largura da entrada da fenda  $e$  (que, por sua vez, é inversamente proporcional ao maior valor de Bragg atingível). As duas curvas se cruzam em um ângulo que corresponde a um espaçamento de Bragg de cerca de 7000 Å. Se por exemplo, para se obter uma resolução de  $10^3$  Å, é necessária uma intensidade  $7^3 = 343$  vezes maior do que a câmara Bonse-Hart para se obter uma mesma resolução. Mas, se pretende obter uma resolução de, por exemplo,  $3 \times 7000$  Å, o sistema Bonse-Hart é mais sensível por um fator de 27.

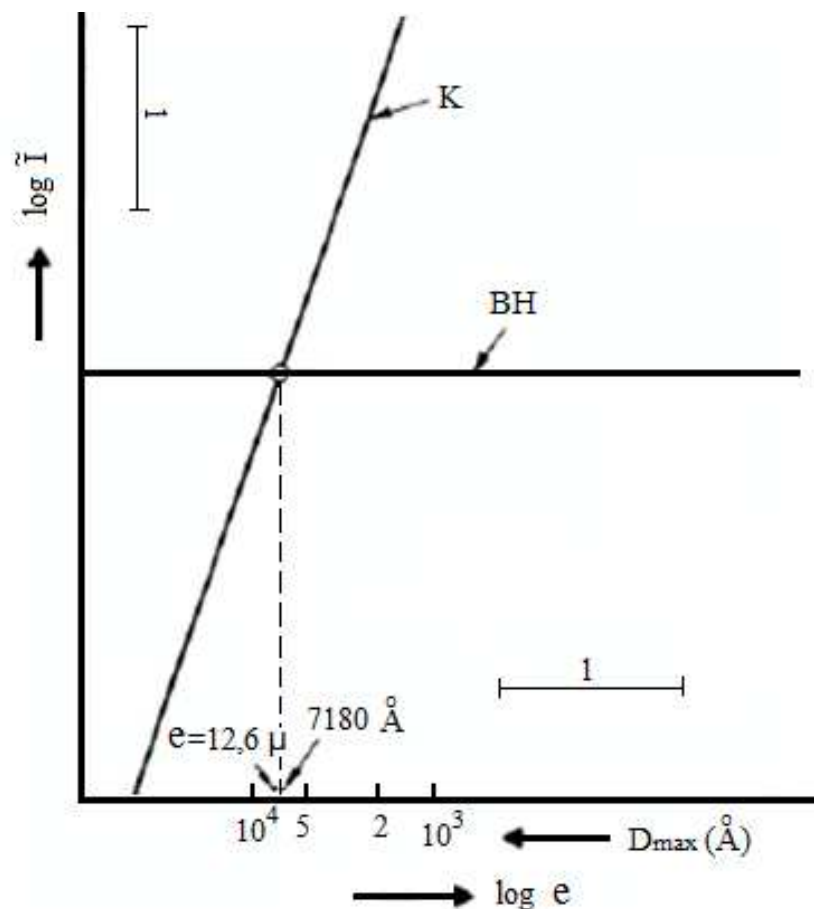


Figura 13 - Comparação da intensidade em função da resolução entre os sistemas Bonse-Hart (BH) e o de bloco de colimação (K).

Melhorias notáveis na câmara Bonse-Hart foram feitas por M. Deutsch. É evidente a partir do que foi exposto anteriormente, que a câmara em sua versão original produz uma resolução muito alta, que é desnecessária para a maioria das aplicações. O preço que se paga para uma resolução alta é uma baixa intensidade. Deutsch [15] afirma que uma troca habitual de baixa resolução para uma intensidade maior, é facilmente realizada simplesmente aumentando a abertura da fenda do feixe colimando, o que é impossível na câmara Bonse-Hart. Ele então sugere duas modificações da câmara, que reduz a resolução, mas aumenta a intensidade: reduzindo o número de reflexões de 5 para 4, 2 ou 1 e esmerilhando a superfície do cristal, de tal maneira, que as ranhuras não se desenvolvam paralelamente ao plano de reflexão. Desta maneira, o ângulo  $\alpha$  entre a superfície do cristal e do feixe de raios X refletido pode ser ajustado a qualquer valor entre  $\theta$  e até próximo de zero.

Os dois parâmetros apresentados podem ser escolhidos de tal modo que o resultado seja semelhante à abertura das fendas em uma câmara. Existe um ponto de cruzamento específico para cada número de reflexões, em que a resolução e a intensidade primária são as mesmas para a colimação em uma câmara de bloco e a do sistema Bonse-Hart modificado. Deutsch constata que as reflexões 4, 2 e 1 correspondem às larguras de fendas de 30, 54 e 125  $\mu\text{m}$ , respectivamente. No entanto, Deutsch baseou esta consideração no sistema de colimação em blocos antes do tubo de raios X ser integrado na câmara (Fig. 13), o que produziu um aumento considerável na intensidade, pelo menos por um fator de 2, e em ângulos menores, pelo menos, por um fator de 3. Isso muda os pontos de cruzamento para 23, 41 e 94  $\mu\text{m}$  para as reflexões 4, 2 e 1, respectivamente. Estas larguras de fenda correspondem aos maiores valores de Bragg mensuráveis de 3900, 2200 e 960  $\text{Å}$ . Em resumo, o sistema Bonse-Hart-Deutsch é superior aos valores de Bragg superiores a 960  $\text{Å}$ ; o sistema de bloco é superior aos menores valores de Bragg.

## 1.5. Câmara de Vidro

Schnabel, Hosemann e Rode [16] descreveram um novo tipo de câmara para baixo ângulo. Partindo então de uma idéia anterior, eles usaram uma placa de vidro polido com reflexão total, como um monocromador; uma segunda placa de vidro protege o plano de observação da radiação de fundo. O feixe primário é limitado apenas pela largura do

microfoco e pela fenda entre os dois blocos de vidro. Os autores mostraram diferenças em testes comparativos, entre seu instrumento e a câmara de bloco descrita anteriormente, utilizando fendas com dimensões na entrada de 20  $\mu\text{m}$  e 60  $\mu\text{m}$  em ambos os instrumentos. Eles relataram que a câmara de vidro produziu uma intensidade de feixe primário de 4,2 vezes a mais com 20  $\mu\text{m}$  de entrada de fenda, enquanto a câmara de bloco é melhor por um fator de 2 quando utilizada com uma fenda de 60  $\mu\text{m}$  de entrada.

### 1.6. Câmara Cônica

Os máximos no fim da cauda de uma curva de dispersão em muitas proteínas não são de fácil detecção [17]. O conhecimento exato da posição e da altura destes máximos é de suma importância para uma determinação confiável da forma das nanopartículas (no caso de moléculas não esféricas) ou da distribuição de elétrons radialmente (para moléculas esféricas). O efeito da colimação introduzido pela câmara de fenda ("manchas no padrão de comprimento da fenda") dificulta ainda mais a correta obtenção dos pontos máximos de forma quantitativa através de um procedimento que elimina matematicamente os efeitos provocados. Tal procedimento é chamado em inglês de "*desmearing*".

A câmara cônica [18] pode ser bastante útil para tais problemas. Como mostrado na Figura 16, seu sistema de colimação é diametralmente simétrico. Onde o feixe primário é colimado tomando a forma de uma casca em forma de cone. A câmara oca consiste de um tronco cilíndrico com um furo cônico *HC* e uma agulha cônica *N*, onde ambos são concêntricos com o eixo de rotação *R*. A agulha estende-se até o corpo cilíndrico *Z*, que serve para a eliminação da dispersão parasitária e é mantida dentro do cone oco por vários pinos pequenos. O feixe primário penetra na amostra plana *S* que é ajustada perpendicularmente ao eixo do cone e atinge um anteparo *PT* que é basicamente uma tela circular. A radiação espalhada em um ângulo de  $2\theta$  entra pelo orifício do diafragma *PD* que é registrado pelo detector *D*. O ângulo  $2\theta$  é alterado por uma mudança no posicionamento da amostra ao longo do eixo da câmara para qualquer ponto entre o sistema de colimação e do orifício do diafragma. Duas possíveis posições da amostra e do ângulo de dispersão correspondente a  $2\theta$  são indicados na Figura 16.

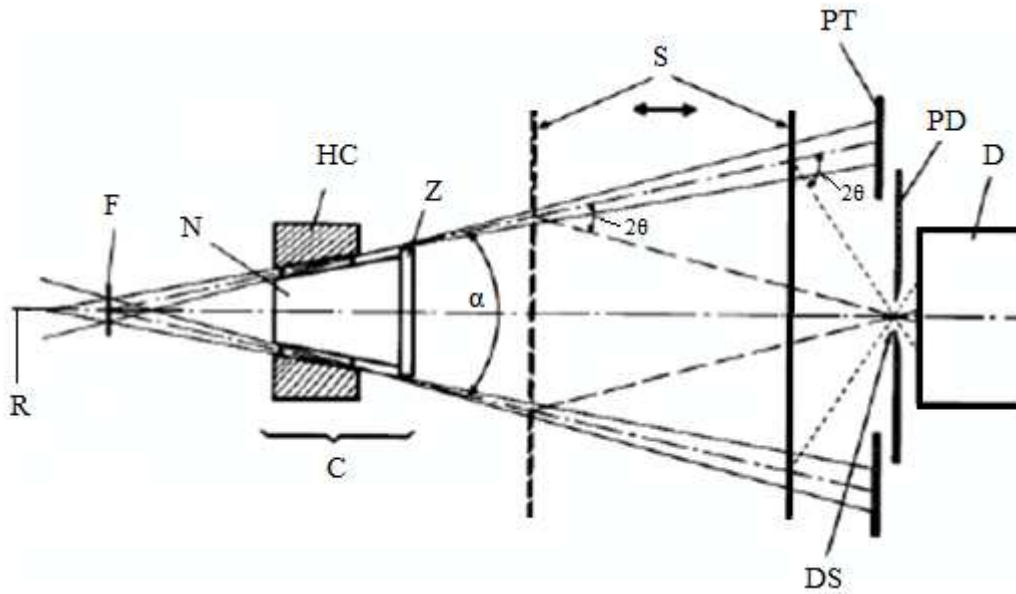


Figura 14 - Desenho esquemático da câmara cônica. As dimensões na direção vertical foram ampliadas. (O. Kratky)

### 1.7. Sistema de Colimação Pontual

Como discutido anteriormente, a maioria dos estudos direcionados a dispersão em baixo ângulo com o uso de soluções, é vantajosa a utilização da colimação linear em comparação com o sistema de colimação pontual devido ao ganho considerável no fluxo de raios X. A colimação linear, no entanto, conduz a dificuldades em baixo ângulo, em que a forma da abertura da fenda distorce o perfil da curva de dispersão esperado. Como é necessária uma forma precisa da curva de dispersão para uma análise detalhada, então é vantajosa a utilização de um ponto circular na colimação do feixe. A colimação pontual é mais facilmente conseguida através da utilização de uma fonte pontual e duas aberturas circulares. Como pode ser observada na Figura 17, a primeira abertura define o formato do feixe e a segunda limita a dispersão a partir da primeira abertura.

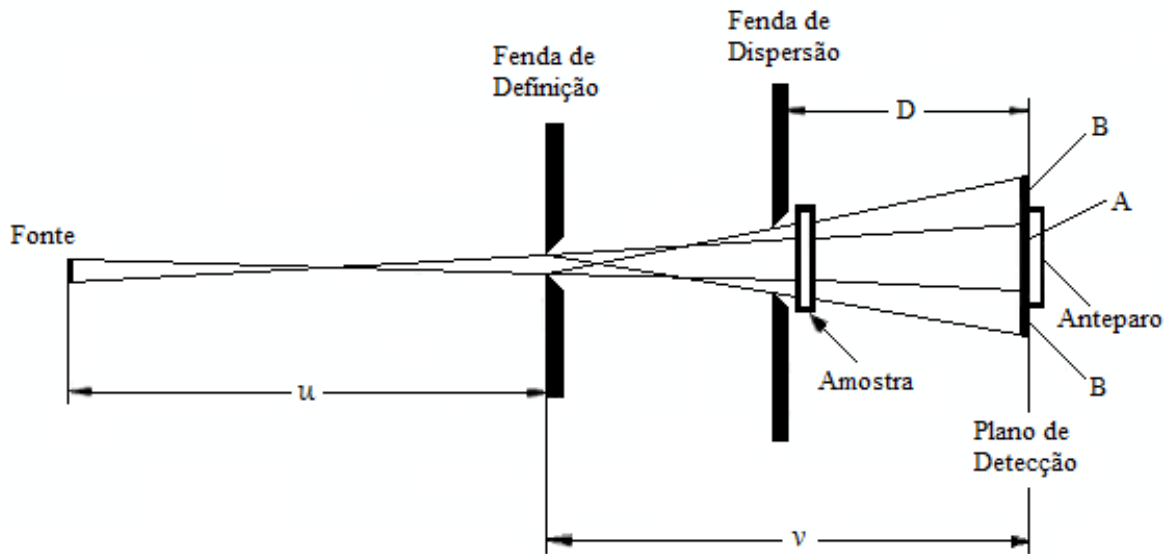


Figura 15 - Desenho esquemático do sistema de colimação pontual. A capacidade de resolução angular é determinada pelo diâmetro A do feixe colimado no plano do detector. O menor ângulo de observação é determinado pelo diâmetro B da penumbra produzida pelo orifício que limita a dispersão, posicionada imediatamente a frente da amostra. Os parâmetros  $u$ ,  $v$  e  $D$  serão escolhidos para otimizar a intensidade para um dado processo.

Dois critérios definem a resolução para este sistema. O primeiro critério é definido pela menor aproximação angular do feixe principal que pode ser conseguido antes da dispersão provocada pela abertura que define o feixe. O segundo critério é, em geral, menos crítico do que o primeiro em aplicações de dispersão para baixo ângulo. Um desempenho ótimo é geralmente obtido posicionando a abertura que limita a dispersão a meio caminho, entre a abertura que define o feixe e o detector ( $v$ ). Para atingir uma velocidade razoável de coleta de dados é necessária uma maior integração de círculos no plano detector. Na prática isto é feito por meio de um contador bidimensional a gás.

Por ser um componente essencial do sistema, a natureza do orifício merece comentários: de forma geral, estes orifícios são feitos em uma placa de material específico, de densidade conhecida. No caso de câmaras para difração de raios X normais, destinadas a difração de cristais, tais aberturas são montadas colinearmente em um tubo de metal com cerca de 10 cm de comprimento. No entanto, a abertura do ângulo mais próximo do feixe direto para tais sistemas é geralmente de cerca de  $2^\circ$  tornando os colimadores impróprios para baixo ângulo de dispersão. Para se alcançar um melhor desempenho em aplicações para baixo ângulo é necessário tornar o sistema mais comprido. No entanto, sistemas mais longos são muito mais



difíceis de obter o alinhamento, de forma que tais sistemas muitas vezes são projetados com fendas dispostas perpendicularmente entre si, em vez de orifícios circulares que exigem um alinhamento preciso. Os orifícios devem ser feitos de um material duro e de densidade adequada (ouro odontológico) que não emita radiação fluorescente. Os orifícios devem ser cuidadosamente alinhados um com o outro e devem ser fabricado de modo a evitar qualquer reflexão do feixe a partir das superfícies. Normalmente, a precisão exigida do alinhamento é conseguida através da montagem dos orifícios em um banco óptico linear. Neste caso, é necessário que todo o caminho óptico do feixe de raios X seja evacuado ou preenchido com gás hélio. Este requisito de projeto pode complicar consideravelmente o desenho, pois não é desejável ter janelas de raios X perto da amostra.

O emprego de um tubo de raios X emitindo sua radiação característica sem a utilização de um monocromador exacerba o problema da dispersão parasitária. Um monocromador de grafite ou monocromadores focais, por exemplo, podem ser usados para reduzir este tipo de espalhamento.

Outra consideração no projeto de câmaras de colimação pontual é a escala. Se o tamanho do equipamento não for uma limitação, então, é totalmente benéfico tornar o sistema tão grande quanto possível (isto não seria verdadeiro se fosse empregando um detector de filme, pois o filme não é muito adequado para baixo ângulo de dispersão em conta de sua faixa dinâmica linear limitada). Uma consideração que trabalha contra esta estratégia é o fato de que os tubos de raios X tornam-se mais brilhante quanto menor for a fonte. Na prática, uma fonte brilhante pequena é mais adequada no uso com foco óptico.

Espelhos curvados e monocromadores curvos são utilizados como elementos focais, aumentando o fluxo de raios X que atravessam a amostra atingindo valores muito maiores do que se consegue alcançar quando utilizado elementos de colimação convencionais como fendas e orifícios. Mas a obtenção de um maior fluxo resulta em uma maior dispersão parasitária, originária na superfície dos elementos ópticos. Estes efeitos indesejáveis podem ser reduzidos drasticamente fazendo-se aberturas pequenas o bastante, permitindo a passagem de uma certa quantidade de energia, mas acompanhada de uma diminuição do fluxo.

A Tabela 1 mostra de forma resumida as diferenças entre os dois tipos de colimação existentes e as características que as distinguem.

Tabela 1 – Características da colimação de um equipamento de SAXS para um tubo convencional.

Tubo Convencional	Tipo de Colimação	
	Pontual	Linear
Características	Menor intensidade	Maior intensidade
	Maior tempo de ensaio	Menor tempo de ensaio
	Baixa resolução	Alta resolução
	Equipamentos maiores	Equipamentos menores
	Baixa distorção p/ ângulos grandes	Baixa distorção p/ ângulos grandes

### 1.8. Critérios de Escolha da Geometria do Feixe

Conforme descrito no item 2.1.1, há uma dependência da geometria do feixe de raios X com a intensidade registrada no detector. Esta relação é diretamente proporcional, pois ao aumentar a área das aberturas dos colimadores a intensidade também aumenta. Logo, tem-se, maior intensidade e conseqüentemente, menor tempo gasto para se realizar uma medição. No entanto, equipamentos dispostos de colimadores lineares têm como característica geométrica, ser apropriado quando se quer analisar um volume maior da amostra e em materiais que não apresentam uma orientação preferencial, ou seja, em sistemas isotrópicos. Mas em contrapartida, o interesse reside em escolher uma óptica adequada para ser instalada em um difratômetro compacto, com dimensões limitadas. Desta maneira, deixa-se de observar a natureza da amostra e passa a tomar como norte de projeto preferencial sistemas de colimação mais compactos.

Pelo que foi exposto antes, sistemas de colimação pontual necessitam de grandes distâncias, pois geralmente apresenta baixa resolução, que pode ser sanada aumentando o comprimento do equipamento. Neste caso, há uma diminuição na intensidade do feixe numa relação de  $1/R^2$ , onde  $R$  é a distância entre a amostra e o detector. A estes inconvenientes, soma-se ainda um aumento considerável no tempo de medição. Outra preocupação que se deve ter é com as distorções causadas pelos tipos de sistemas de colimação, pois dependendo do sistema escolhido, ações corretivas mais invasivas devem ser tomadas.

A fonte de raios X é um fator de projeto primordial, visto que o tubo de raios X utilizado no difratômetro, que serve de base neste projeto, é um tubo convencional, com

ângulo de saída de  $6^\circ$ . Em relação aos tubos de raios X convencionais, O. Kratky [5] diz que são raramente usados em sistemas de colimação pontual devido à baixa intensidade. Este tipo de sistema de colimação é geralmente utilizado em combinação com fontes de raios X de alta intensidade, como fontes síncrotron e tubos especiais de alta potência. Desta forma, deve-se adotar um sistema de colimação linear, para garantir uma intensidade de feixe adequada com a utilização de um tubo de raios X convencional.

### 1.8.1. Sistema Óptico do SAXS

Como foi exposto, existem vários sistemas de colimação que podem ser empregados na composição de uma instrumentação para a realização da técnica de SAXS. No entanto, esta escolha deve ser feita observando alguns critérios que possibilite a execução do projeto fundamentado no dispositivo base. Dentre os diversos sistemas de colimação existentes e que foram expostos anteriormente, o sistema de colimação para compor a óptica do equipamento é o sistema de colimação com câmara de bloco de colimação. Este sistema é estabelecido sobre os fundamentos da colimação linear, e empregado no desenvolvimento deste dispositivo.

## **1.9. Princípios Fundamentais da Teoria de Funcionamento da Câmara de Bloco**

Como foi visto no item 2.3 sobre os princípios básicos de funcionamento da óptica escolhida, vamos agora nos aprofundar nos conceitos fundamentais que garantirão o bom funcionamento do equipamento projetado neste trabalho.

Ao analisar a Figura 18 fica bastante claro que o perfil de intensidade no plano de registro  $R$  com a incidência do feixe primário  $p$  tem formato triangular de distribuição na direção vertical e  $m_0$  é a distância entre a intensidade máxima e o plano principal  $H$ .

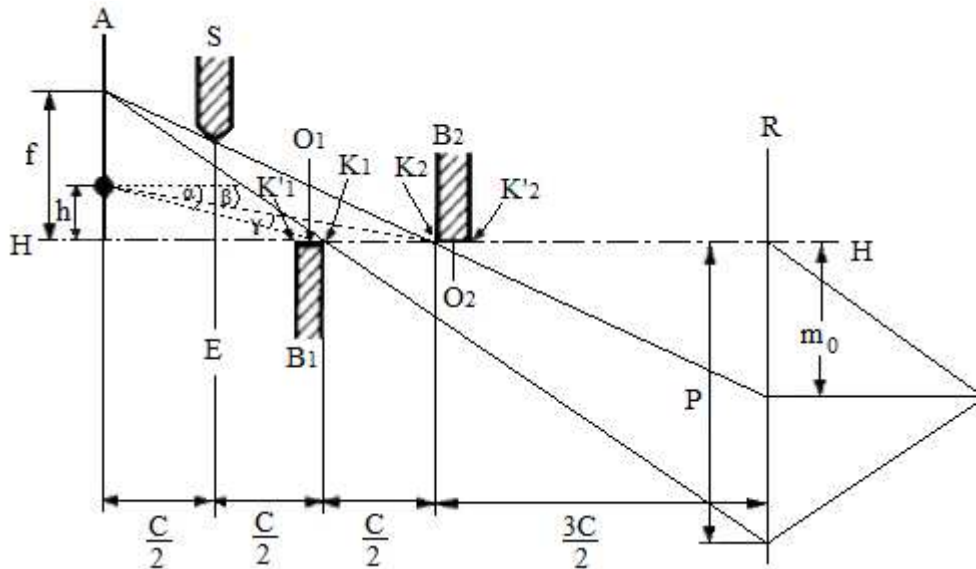


Figura 16 - Seção através do sistema de colimação em bloco mostrando o arranjo correto entre as partes. (O. Kratky)

Como já exposto anteriormente, um dos conceitos básicos deste tipo de colimação consiste na exata coincidência do plano  $O_1$  com o plano  $O_2$  em toda a sua extensão. O plano vertical que atravessa o meio de  $S$  é chamado de "plano de entrada"  $E$ , que define a extremidade dianteira do sistema de colimação. Na verdade, as arestas  $K_1$  (aresta central) e  $K_2$  podem causar um espalhamento parasitário, no entanto, apenas na região abaixo da seção principal e no caso extremo ao longo do plano  $O_2$ . Pois nenhuma dispersão pode contornar a borda  $K'_2$  uma vez que o feixe primário não pode tocar esta aresta por debaixo.

Para tornar este conceito mais evidente, basta que os planos  $O_1$  e  $O_2$  deixem de se coincidirem. Se  $O_2$  for posicionado muito abaixo, assim como mostra a Figura 19, a aresta  $K_2$  causa um espalhamento parasitário na região  $s$  no plano de registro acima do feixe primário  $p$ .

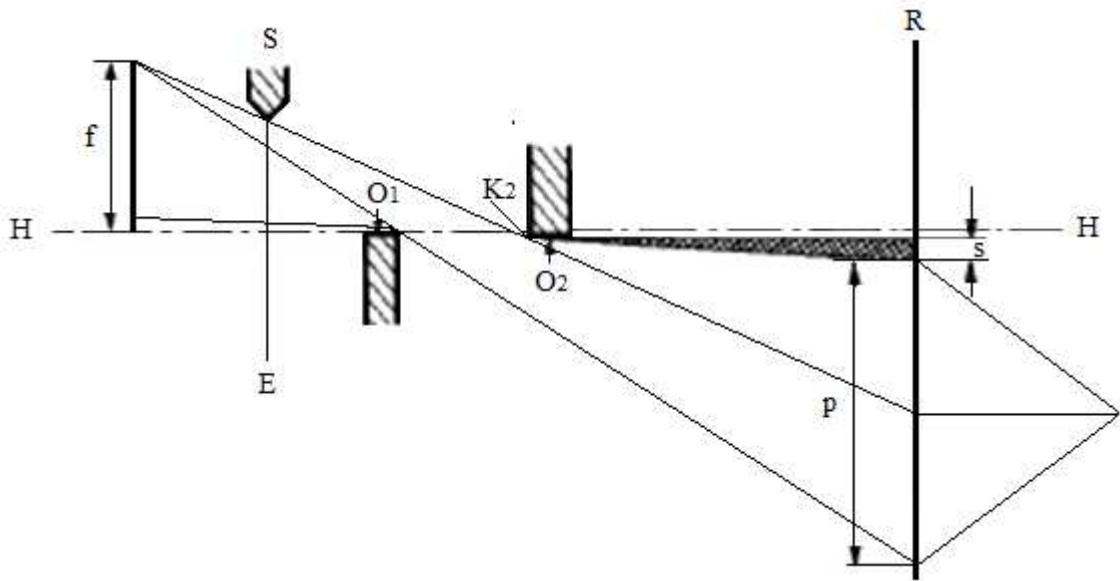


Figura 17 - Seção através do sistema de colimação em bloco com  $B_1$  abaixo da secção H. (O. Kratky)

No entanto, este tipo de espalhamento fica confinado a uma região limitada e um pequeno deslocamento de  $O_2$  nesta direção seria uma solução desejável, a fim de prevenir que ocorra o caso oposto. Se, a saber,  $O_2$  for movido para uma posição muito acima, como mostra a Figura 20, o feixe primário choca-se diretamente com a aresta  $K'_2$  resultando em uma região ilimitada acima do feixe primário que sofre com a incidência de espalhamento parasitário.

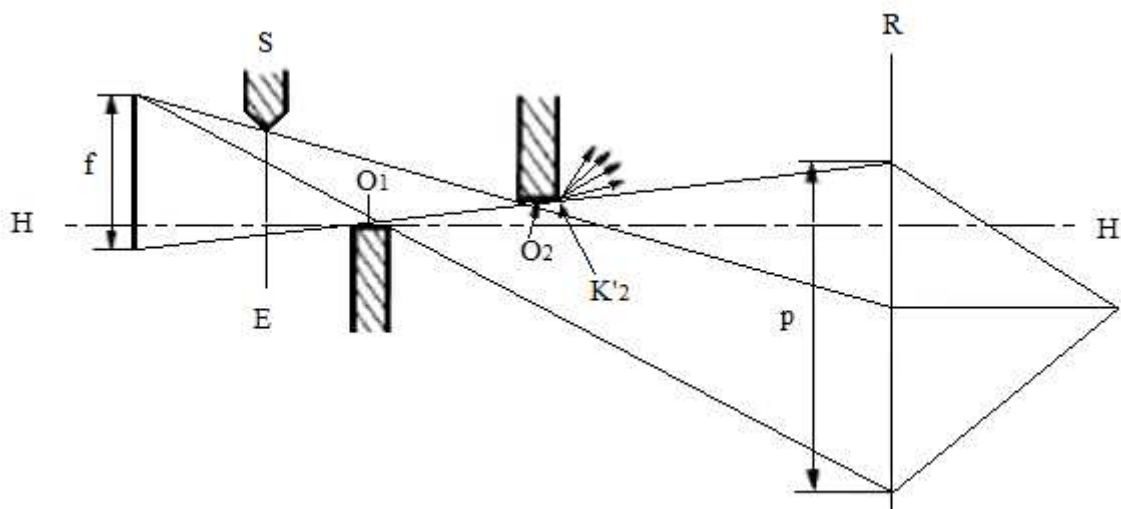


Figura 18 - Seção através do sistema de colimação em bloco com  $B_1$  acima da secção H. (O. Kratky)

Portanto, é óbvio que qualquer um dos dois efeitos podem ser evitados com a perfeita coincidência dos planos definidos por  $O_1$  e  $O_2$ . Neste caso, qualquer espalhamento parasitário acima do feixe primário deve desaparecer.

A condição ideal entre os planos coincidentes não é devidamente satisfeita, pois há uma impossibilidade de se produzir superfícies ideais em comparação com o comprimento de onda do espectro dos raios X.

É importante mencionar que somente uma parte do bloco é importante na colimação do feixe. Em outras palavras, apenas a aresta  $K_I$  e não a aresta  $K'_I$  é importante. Considerando que, no caso do sistema de três fendas, o posicionamento da terceira fenda para a eliminação da dispersão parasitária causada pela segunda é um problema de construção delicado, a idéia básica do sistema de colimação de blocos pode ser realizada comparativamente com menor dificuldade.

Primeiramente, é produzido um corpo em forma de  $U$  com superfície extremamente acabada e polida (Figura 6). A parte central da peça  $U$  corresponde ao bloco  $B_1$  na Figura 18, um bloco com uma função idêntica a da ponte  $B_2$  é colocada sobre as duas barras laterais da peça  $U$  que também deve possuir uma superfície extremamente plana e polida para baixo.

A resolução pode ser controlada pela posição da fenda de entrada  $S$ . O ângulo mínimo  $(2\theta)_{\min}$  para o qual a dispersão pode ser registrada é uma medida para a resolução. Também o valor de  $D$  derivado da lei de Bragg pode ser usado.

$$\lambda = 2 D \sin \theta_{\min} \quad (1)$$

### 1.9.1. Arranjo do Bloco de Colimação

Um desenvolvimento mais recente é a chamada "câmara compacta". As características mais interessantes são descritas a seguir.

Primeiramente, uma modificação do sistema de colimação deve ser mencionada. Em contraste com sistemas de construção mais antigos, onde o bloco central  $B_1$  faz parte do bloco principal em forma de  $U$ , na câmara compacta a ponte ou bloco médio  $B_2$  é a parte básica fixa

em que as peças  $B_1$  e  $S$  estão montadas. A Figura 21 mostra o sistema de colimação modificado em uma visão de baixo.

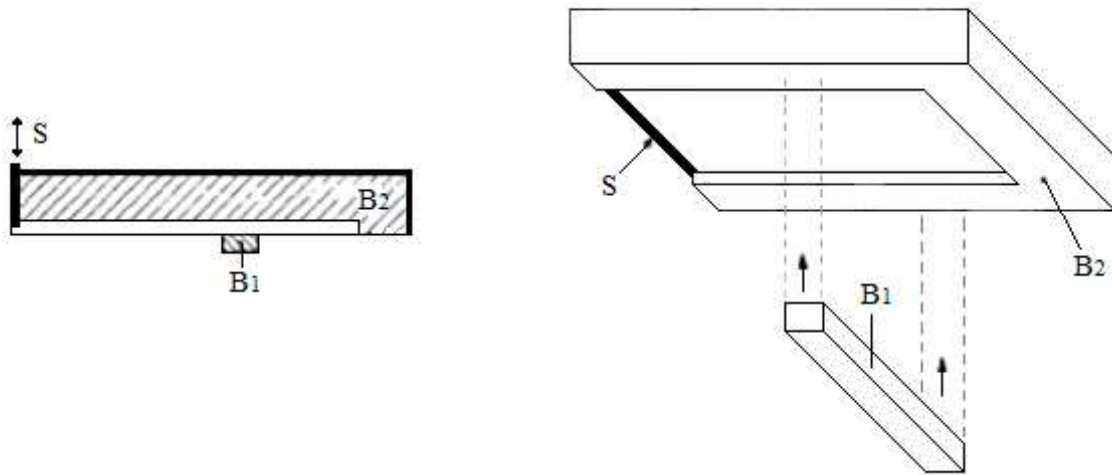


Figura 19 – Conceito Moderno do Novo Sistema de Bloco de Colimação Onde  $B_1$  é Posicionado e Pressionado Contra as Duas Barras de  $B_2$ . (O. Kratky)

### 1.9.2. Avanços na Construção da Câmara

Nas primeiras versões deste tipo de câmara, a dispersão parasitária já poderia ser causada por imperfeição na montagem da ponte (além das imperfeições na superfície de preparação mecânica). Uma única partícula de poeira ou, pior ainda, uma fina camada de graxa com uma espessura de alguns microns pode aumentar consideravelmente a dispersão parasitária. Em vista dessas possíveis fontes de erros, um novo tipo de construção foi desenvolvido, o que praticamente elimina completamente essas falhas.

Outro tipo de construção de câmara foi descrito por R. W. Hendricks [19] que conseguiu o mesmo efeito usando uma câmara de bloco em que o espaço entre o sistema de colimação e o tubo de vácuo foi evacuado. A mobilidade necessária do tubo de vácuo em relação ao suporte da amostra e ao sistema de colimação foi obtida pelo uso de foles feitos de latão. A câmara compacta atinge o mesmo efeito dentro da câmara evacuada sem usar peças móveis.

Na concepção de construção, o anteparo do feixe primário é montado dentro da câmara evacuada na parte de trás e deve ter ajustes de inclinação e de altura. O alongamento da câmara de vácuo é possível através do uso de tubos de alongamento que estão conectados à

parte traseira da carcaça da câmara. A distância entre a amostra e o plano de registro, que geralmente é de 20 cm, pode assim ser estendida para 40, 80 ou 100 cm. Isso pode ser desejável para aumentar a resolução em combinação com detectores sensíveis a posição. O anteparo do feixe primário, no entanto, permanece sempre na mesma posição. Os tubos de raios X são montados em um suporte de chão. Medições cuidadosas mostraram que os menores movimentos do chão como os causados por caminhada ou pela variação de temperatura não alteram a intensidade primária em qualquer amplitude mensurável. Isto é devido à construção do suporte, que converte os movimentos do chão em ligeiras voltas da câmara ao redor do foco. As pequenas mudanças resultantes do ângulo de saída não resultam em mudanças mensuráveis da intensidade primária.

Uma vantagem adicional deste novo conceito é o fato de que o suporte dianteiro não é apoiado sobre a mesa, mas no topo do tubo de raios X  $R$  como mostra a Figura 22. É suportado de forma ajustável nas proximidades direta do foco. A altura da câmara é ajustada pelo parafuso de ajuste fino  $F_1$ , a inclinação lateral pelo parafuso  $F_2$ . As experiências mostraram que as flutuações de intensidade são drasticamente reduzidas pela eliminação de movimentos relativos entre o foco e a câmara. Com isso, a sala de raios X para se operar este tipo de equipamento nem mesmo necessita de refrigeração para a estabilização da temperatura.

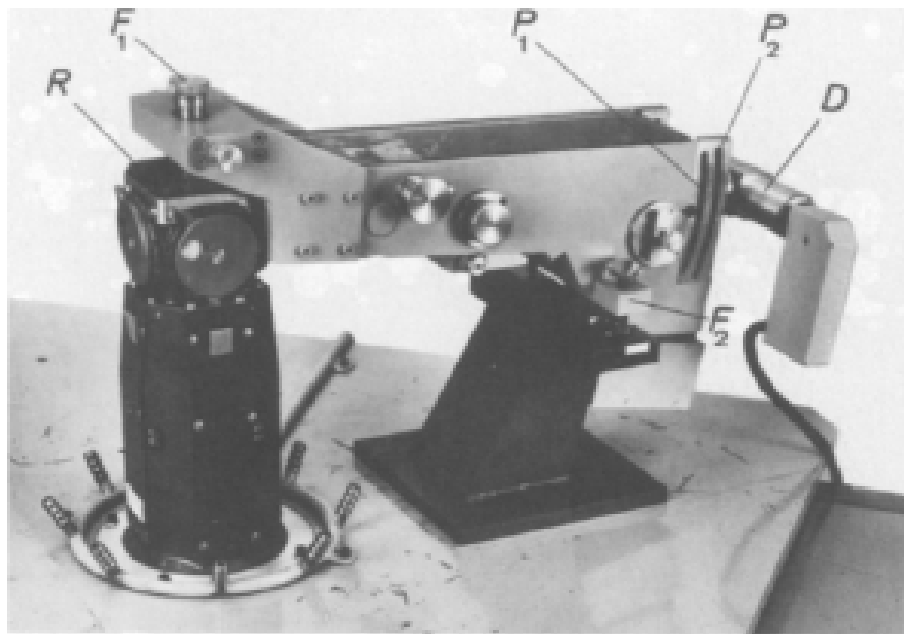


Figura 20 – Imagem de uma Câmara de Bloco de Colimação.



### 1.9.3. Modificação do Arranjo do Bloco de Colimação em Relação ao Ângulo de Saída do Foco.

A qualidade de um sistema de colimação deve ser considerada melhor, quanto maior for a intensidade obtida em comparação com a resolução requerida, cuja medida é a distância  $m_0$  entre o centro do feixe primário no plano de registro e o plano principal.

A questão é saber se uma otimização é possível pela variação do sistema de colimação e a variação do ângulo de saída do feixe primário. Tendo em mente a característica do sistema de colimação de blocos, isto é, mantendo a coincidência dos planos definidos por  $O_1$  ou  $B_1$  e  $O_2$  ou  $B_2$ , existem ainda três maneiras de variação que são apresentadas a seguir:

1. A distância entre a aresta  $k_1$  e o plano de entrada  $E$  pode ser variada. Com relação a essa possibilidade, discutem-se três casos particulares tomando como referência a Figura 23:
  - (a)  $k_1$  é posicionada na metade do sistema de colimação indicado pela letra  $\underline{a}$  no meio do bloco  $B_1$ . Esta posição é conhecida como "distante do foco". Este arranjo geralmente tem sido escolhido nas câmeras comerciais até agora.
  - (b)  $k_1$  é posicionada entre as posições  $\underline{a}$  e  $\underline{c}$ , isto é, na posição  $\underline{b}$  do bloco  $B_1$ . Esta posição é chamada de "central".
  - (c)  $k_1$  coincide com o plano de entrada  $E$ , onde  $B_1$  está na posição  $\underline{c}$ . esta posição é conhecida como "próxima do foco"

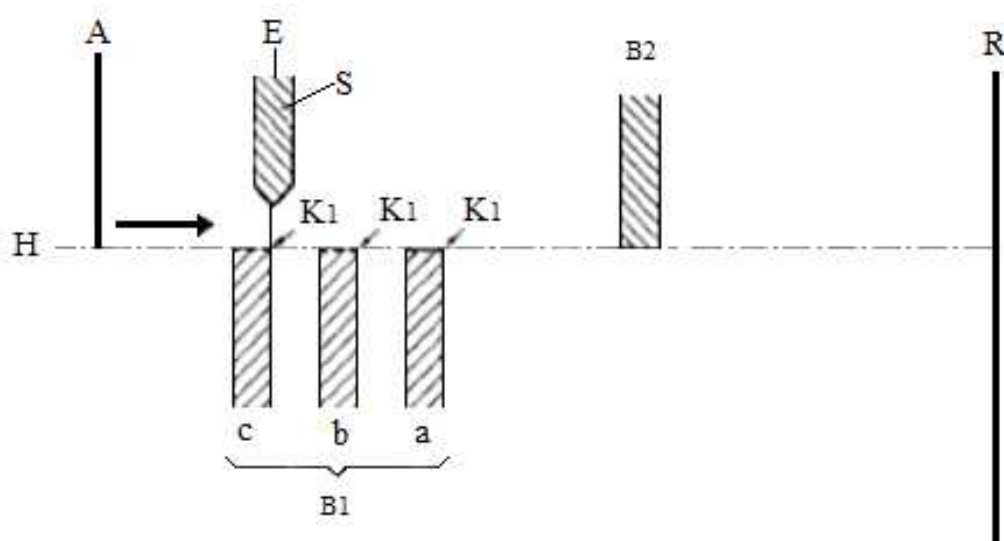


Figura 21 – Vista Esquemática do Sistema do Bloco de Colimação Onde o Bloco  $B_1$  é Mostrado em Três Posições Diferentes. (O. Kratky)

2. A largura  $f$  da projeção do foco no plano perpendicular  $A$  a seção principal que passa pelo centro do foco (Figura 18) pode variar de duas formas diferentes:
- Podem ser utilizados tubos de raios X de diferente largura focal real  $b$ . Os casos de importância prática são o tubo de foco largo (2 mm), o tubo de foco normal (1 mm) e o tubo de foco fino (0,4 mm).
  - O ângulo de saída da radiação no ânodo também pode ser variado, alterando a largura efetiva  $f$  no plano perpendicular  $A$  da Figura 18.

Conforme mostrado na Figura 24

$$f = b \cdot \sin \omega \quad (2)$$

Normalmente, os fabricantes de tubos de raios X recomendam um ângulo de saída  $\omega = 6^\circ$ , resultando em  $\sin \omega \approx 0.1$ . Deste modo, a largura efetiva  $f$  para um tubo de foco normal é de 0,1 mm. Nosso interesse particular é uma redução de  $\omega$  abaixo de  $6^\circ$ , que de acordo com a equação (2) leva a uma diminuição linear na largura efetiva  $f$ .

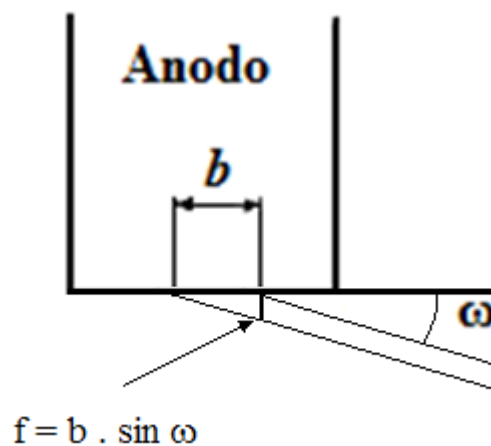


Figura 22 – Correlação entre a largura  $b$  do foco e a largura da sua projeção no plano perpendicular  $A$  ao feixe primário. (O. Kratky)

O brilho aumenta inversamente proporcional a  $f$ , desde que o foco seja assumido como um emissor de superfície perfeito e perfeitamente plano. No entanto, na realidade o foco não é perfeitamente plano, pois está sujeito à corrosão com o aumento do tempo de serviço do tubo.

Além disso, quanto menor for o ângulo de saída do tubo maior é a deposição de tungstênio, que por absorção cria uma camada enfraquecendo a radiação emitida. Para demonstrar essa relação como é observada na prática, analisa-se o gráfico da Figura 25.

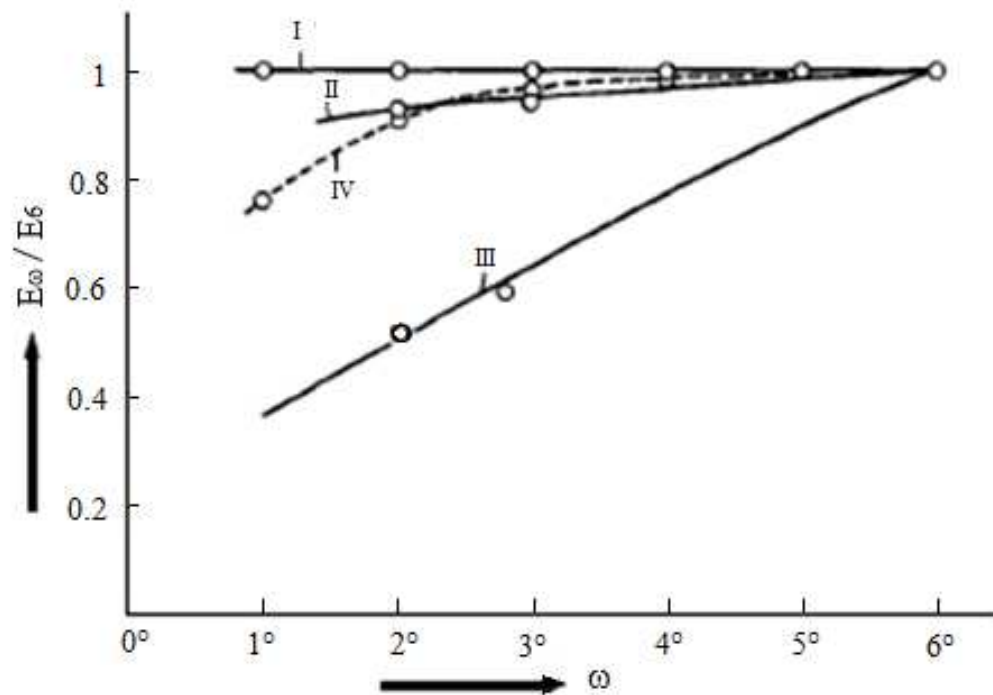


Figura 23 – Energia emitida sob ângulos de saída divididos pela energia do ângulo de 6°. (O. Kratky)

Curva I: suposta condição ideal (superfície perfeitamente plana isenta de deposição de tungstênio, superfície emissora perfeita).

Curva II: tubo de foco largo novo.

Curva III: tubo de foco largo muito antigo, com tempo de serviço entre 4000 a 5000 horas.

Curva IV: tubo de foco largo antigo. Apenas porção de onda curta.

No caso da condição ideal descrita pela curva I, a energia total emitida é independente do ângulo de saída do tubo. As demais curvas apresentam uma razão  $E_\omega/E_6$  ( $E_\omega$  = energia obtida no ângulo de saída  $\omega$ ;  $E_6$  = energia com ângulo de saída de 6°) como função de  $\omega$ . A curva II foi medida usando um tubo novo de foco largo, a curva III com um tubo de foco

largo muito antigo (tempo de serviço entre 4000 a 5000 horas). Em ambos os casos, a porção monocromática da radiação (após atenuação do feixe primário por fendas estreitas e perpendiculares) é selecionada utilizando um discriminador de altura de pulso e um filtro de radiação  $\beta$  onde apenas a faixa de onda curta é registrada.

Neste caso, obtém-se a curva IV para um tubo antigo. Torna-se evidente, que o uso de um tubo novo com um ângulo de saída entre  $6^\circ$  e  $2^\circ$  chega perto das condições ideais, enquanto que no caso de um tubo muito antigo, a radiação monocromática cai à metade de sua intensidade com ângulo de  $2^\circ$  em relação a um tubo com ângulo de saída de  $6^\circ$ .

No entanto, embora a forma das curvas  $E_\omega/E_6$  dependam do tipo e da idade do tubo, bem como do tipo de radiação utilizada, a curva II fornece informações suficientes sobre o comportamento de um tubo de alta qualidade.

3. A posição da projeção do foco em relação à seção principal pode ser variada

- (a) Frequentemente, a câmera é ajustada na frente do tubo de raios X de modo que a projeção do foco repouse na seção principal do sistema de colimação como mostra a Figura 26.

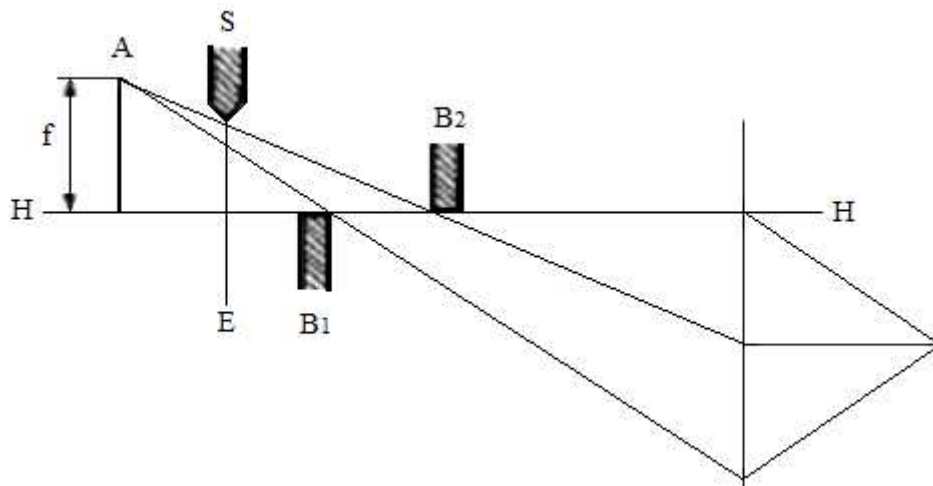


Figura 24 – Posição do Foco Relativo à Seção Principal. (O. Kratky)

- (b) O foco está numa posição acima da seção principal, isto é, toda a radiação entra na câmera sob algum ângulo de inclinação (Figura 27).

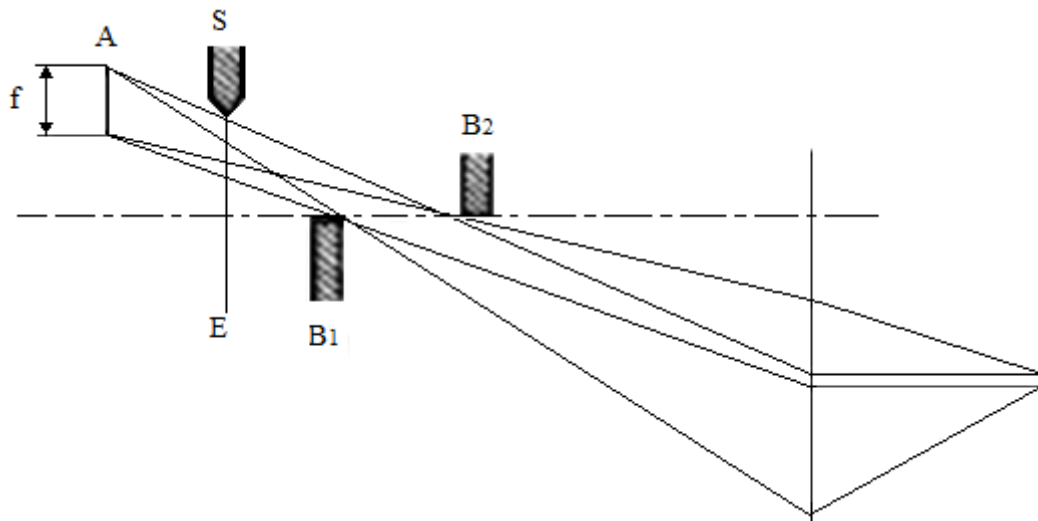


Figura 25 – Posição do Foco Relativo à Seção Principal.

- (c) E finalmente, há também a possibilidade do foco estar em parte, abaixo da seção principal do sistema de colimação. É óbvio que, a parte da radiação é então perdida (Fig. 28).

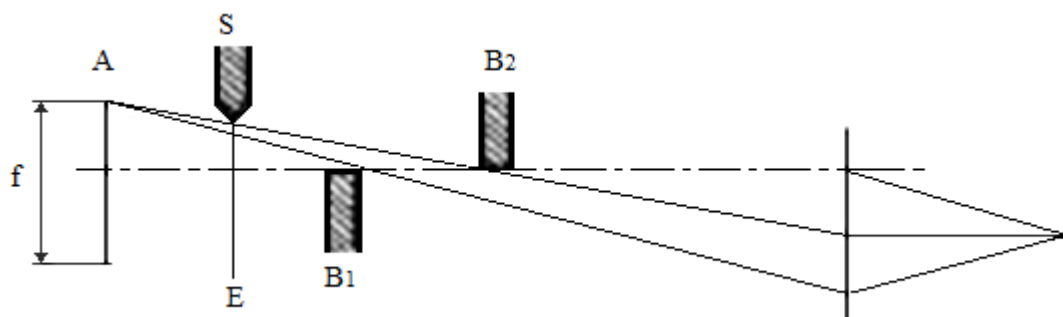


Figura 26 – Posição do Foco Relativo à Seção Principal. (O. Kratky)

Visando uma otimização do sistema de colimação, isto é, para obter a máxima intensidade em qualquer resolução requerida, faz-se uma escolha ótima dessas três variáveis. Assim sendo, a posição da borda  $k_l$ , o ângulo de saída do tubo e a posição do foco em relação à seção principal. Antes de discutir este ponto, um problema no sistema de colimação deve ser mencionado.

Por razões de focagem imperfeita, parte dos elétrons emitidos pelo cátodo caem no ânodo fora da região do foco apropriado. A indicação está na região do plano A da projeção

de foco como  $N$ . A Figura 29 mostra isso para o caso da posição  $c$  da borda média  $k_1$  (“próximo do foco”).

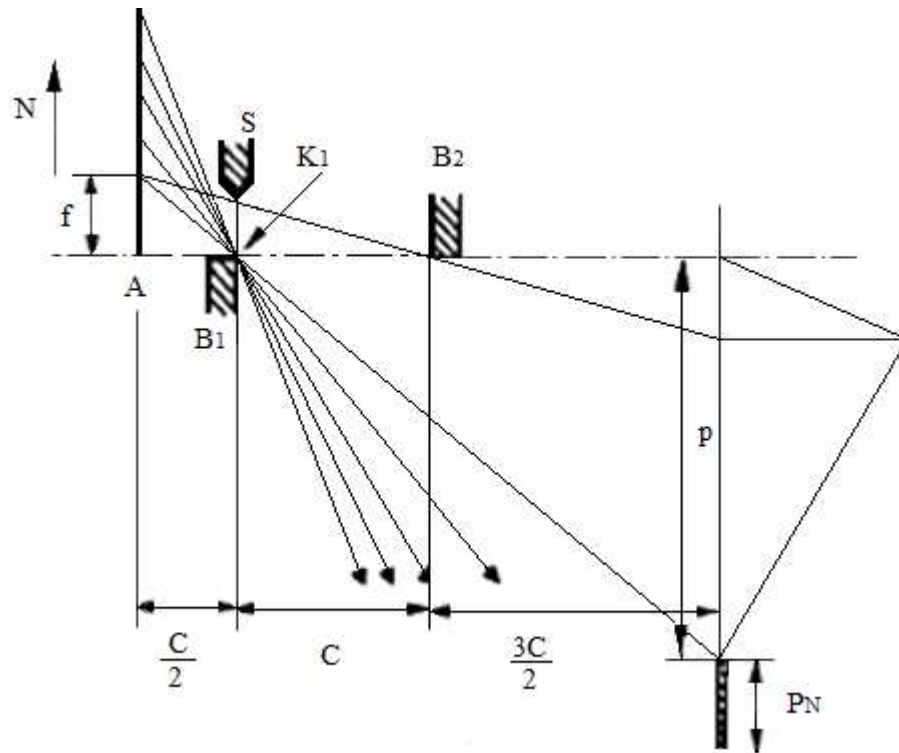


Figura 27 – Espalhamento na região  $N$  fora da região do foco apropriado  $f$ , produzindo uma região fortemente ampliada do feixe primário  $P_N$ . (O. Kratky)

Algumas radiações originam-se da região  $N$  que penetram no sistema de colimação sob um ângulo de inclinação relativamente íngreme na direção descendente. Esta radiação que atinge a parte inferior da câmara pode levar a uma dispersão difusa iluminando toda a câmara, sendo também notada no plano de registro na forma de uma radiação de fundo. Portanto, é necessário um revestimento completo de todas as superfícies internas com chumbo. Este tipo de radiação de fundo é então quase insignificante em comparação com a dispersão provocada pelos componentes do equipamento que interagem com o feixe primário.

#### 1.9.4. Cálculo da Intensidade Primária de uma Resolução Qualquer

A resolução é definida pela quantidade  $m_0$ . Mantendo constante este valor que é mostrado na Figura 18, a intensidade primária deve ser calculada como uma função de

diferentes posições da borda média  $k_I$  e o ângulo de saída  $\omega$ . A intensidade primária é chamada  $p$  e as diferentes posições da borda média  $k_I$  são indicadas por  $\underline{a}$ ,  $\underline{b}$  ou  $\underline{c}$ , de acordo com o que foi abordado anteriormente com os índices que definem o ângulo de saída  $\omega$ .

Devido ao fato da condição da superfície do ânodo (e de acordo com o brilho que pode ser alcançado) depender do tempo de serviço do tubo de raios X, não são possíveis cálculos exatos que validam todo o sistema. Diversos arranjos são mostrados como possibilidade de compor um sistema de colimação, mas como devemos definir as condições para o uso de um tubo de raios X com ângulo de saída de  $6^\circ$ , iremos mostrar o cálculo para o arranjo utilizado neste projeto.

Primeiramente, calcula-se um exemplo para condições ideais ( $E_\omega = \text{constante}$ ) e posteriormente, são feitas correções a partir da curva II mostrada na Figura 25. Embora a correção a ser aplicada na prática dependa do estado do tubo utilizado, o resultado obtido desta maneira fornece uma boa aproximação, e eles podem ser facilmente adaptados para diferentes valores de  $E_\omega/E_6$ .

#### 1.9.4.1. P(a<sub>6</sub>) Cálculo da Intensidade Primária na Posição a Aresta $k_I$ no Meio do Sistema com Ângulo de Saída de $6^\circ$

Supondo as mesmas dimensões relativas na direção horizontal como mostrado na Figura 18, que se assemelham as condições mais comuns na prática, o cálculo é particularmente simples: A fenda de entrada  $S$  é ajustada de uma maneira que a radiação emitida por  $f$  (a largura da projeção do foco no plano  $A$  com um ângulo de saída de  $6^\circ$ ) pode passar pelo sistema de colimação sem quaisquer restrições. À distância  $m_0$  é igual à largura da projeção do foco  $f$  no plano  $A$ . Agora, calcula-se a energia total que entra no sistema de colimação [7]. É óbvio que uma linha paralela ao longo do eixo do foco tenha pontos correspondentes aos pontos na projeção do plano  $A$ . O ângulo de divergência  $\gamma$  que é igual à diferença entre  $\alpha$  e  $\beta$ , é uma medida para a energia que entra no sistema de colimação de qualquer ponto de distância  $h$  da seção principal.

Assim:

$$\gamma = \alpha - \beta = \frac{h}{c} - \frac{2h}{3c} = \frac{h}{3c} \quad (3)$$

Portanto, a contribuição de energia de um ponto individual do foco para a energia total aumenta com o aumento da distância da seção principal.

Supondo que a capacidade de máxima potência do tubo de raios X seja  $L$  e o brilho  $B$  em condições ótimas ( $E_\omega = \text{constante}$ ) seja proporcional a  $L/f$ . A contribuição de energia primária de qualquer elemento de comprimento de emissão individual  $dh$  como função da distância  $h$  da seção principal é então

$$dP(\underline{a}_6) = k \cdot \frac{L}{f} \cdot \frac{h}{3c} \cdot dh \quad (4)$$

Onde  $k$  é um fator de proporcionalidade.

A energia total que entra no sistema de colimação é então definida pela integração sobre a largura focal  $f$ :

$$P(\underline{a}_6) = \int_0^f d[P(\underline{a}_6)] = \frac{kL}{f \cdot 3c} |h^2/2|_0^f = \frac{kLf}{c} \cdot \frac{1}{6} \quad (5)$$

Substituindo  $\frac{kLf}{c}$  que aparecerá com frequência por  $F$  obtém-se:

$$P(\underline{a}_6) = F \frac{1}{6} = F \cdot 0,167 \quad (6)$$

Por sua vez, a intensidade  $P(\underline{a}_6)$  também pode ser expressa como função do brilho dado por  $B = L/f$ , obtendo

$$P(\underline{a}_6) = \frac{kLf}{c} \cdot \frac{1}{6} = \frac{kBf^2}{c} \cdot \frac{1}{6} \quad (7)$$

Com o cálculo de todas as combinações como  $P(\underline{a}_6)$ ,  $P(\underline{a}_2)$ , ...,  $P(\underline{b}_3)$ , ...,  $P(\underline{c}_3)$ , ...,  $P(\underline{c}_0)$ , consegue-se definir o gráfico mostrado na Figura 30.

Por conseguinte, é inútil reduzir demasiadamente o ângulo de saída, uma vez que o ganho de intensidade obtido, como calculado para as condições ideais, geralmente é compensado por uma diminuição do valor real  $E_\omega$  causada por uma maior atenuação em ângulos de saída cada vez menores.



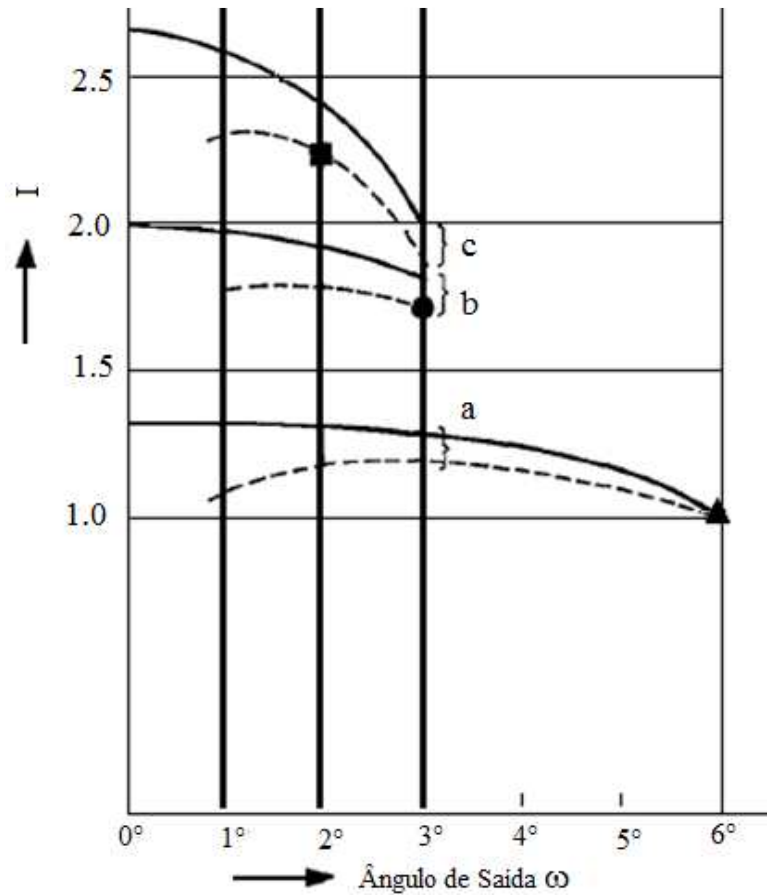


Figura 28 – Intensidade primária em dependência do ângulo de saída  $\omega$ , para a posição a, b e c da aresta central. A mesma resolução em todos os casos. Linhas cheias: pressuposição de condições ideais. Linhas pontilhadas: atenuação da radiação emitida por corrosão do foco corresponde à curva II na Figura 25.

A Tabela 2 mostra os valores de intensidade primária em dependência da posição da ponte (aresta  $K_1$ ) e o aumento do brilho com a diminuição do ângulo de saída.

Tabela 2 – Aumento do brilho em relação ao ângulo de saída e da intensidade em relação à posição da ponte.

		Aumento da Intensidade →		
Aumento do Brilho →	$\omega$	<u>a</u>	<u>b</u>	<u>c</u>
	6°	1,00	-	-
	5°	1,09	-	-
	4°	1,15	-	-
	3°	1,19	1,72	1,87
	2°	1,17	1,78	2,24

### 1.9.5. Como Selecionar um Sistema de Colimação Ótimo

Ao tentar encontrar a colimação ótima a partir do gráfico da Figura 30, nota-se primeiramente que os ângulos de saída menores que  $2^\circ$  não são razoáveis, pois, para todas as posições da aresta média, a intensidade primária começa a cair para  $\omega = 2^\circ$  (nos casos de a e b) ou aumenta pouquíssimo (no caso de c) que, mesmo no caso de tubos de alta qualidade, o ganho não vale a pena.

Conforme indicado pelo triângulo ( $\blacktriangle$ ) na Figura 30, obtém-se a menor intensidade para a, isto é, a posição distante do foco da aresta central e o ângulo de saída de  $6^\circ$ . Neste caso, o sistema de colimação está totalmente iluminado (Fig. 18) e o alinhamento é especialmente simples. Reduzindo o ângulo de saída para  $3^\circ$ , obtém-se um ganho de intensidade de aproximadamente 20% (Tab. 2). A resolução igual para a posição central b da borda central só pode ser alcançada usando ângulos de saída menores. Uma vez que aqui praticamente não é obtido nenhum ganho de intensidade, reduzindo  $\omega$  de 3 para  $2^\circ$ , prefere-se  $\omega = 3^\circ$  por motivos de ajuste mais fácil (círculo  $\bullet$ ).

Uma intensidade ainda maior pode ser alcançada com ângulo de saída com c em  $2^\circ$  (quadrado  $\blacksquare$ ). No entanto, o alinhamento torna-se significativamente mais complicado, pois a projeção do foco deve ser ajustada exatamente paralela a seção principal sem tocá-la. Além disso, deve se ter em mente que os maiores requisitos para a qualidade do tubo de raios X deve ser feito neste caso, uma vez que para  $\omega = 2^\circ$  a intensidade diminui com um envelhecimento moderado do tubo.

Usando um tubo moderadamente antigo, no entanto, a redução do ângulo de saída nunca é vantajosa como é visto pela multiplicação das curvas de linha cheia na Figura 30 com os valores dados pela curva III na Figura 25. Conseqüentemente, um ganho de intensidade considerável por um procedimento de otimização descrito anteriormente só pode ser conseguido usando um tubo novo com um alvo de cobre.

## **2. MATERIAIS E MÉTODOS**

### **2.1. O Difratorômetro Base**

O equipamento base para a composição da nova instrumentação é o Seifert HZG 4. Este é um equipamento de difração de raios X inoperante devido a alguns problemas em seu sistema eletrônico de comando e gerenciamento. No entanto, toda a reestruturação e modernização do sistema eletrônico e de comando, bem como do desenvolvimento da óptica que permite que se execute a técnica de SAXS, foram desenvolvidas e implementadas em um trabalho conjunto entre a UERJ, o CBPF e com suporte do LNA. Todo este trabalho foi desmembrado em duas etapas conforme as áreas de conhecimentos centrais, uma envolvendo a parte eletrônica de controle e a outra envolvendo a parte óptica, que é abordada neste trabalho.

#### 2.1.1. Características do Difratorômetro

O equipamento base é mostrado na Figura 31, onde pode ser observado o tubo de raios X, o suporte, o porta amostras e o detector.



Figura 29 - Equipamento de difração de raios X Seifert HZG 4, base para o desenvolvimento da instrumentação da óptica para SAXS.

Esta configuração permite que ele realize ensaios de difração, pois o feixe de raios X deixa o tubo e incide sobre a amostra onde é difratado. O tubo de raios X é fixo e toda a óptica do sistema de colimação do feixe primário é montada no braço fixo do goniômetro. O porta amostras rotaciona juntamente com o braço móvel do goniômetro, onde é montada a instrumentação para a recepção do feixe difratado. O detector é montado no braço móvel logo após o sistema óptico de recepção. A instrumentação do difratômetro é fixada através de parafusos, que podem ser encaixados e aparafusados formando blocos ou módulos, permitindo uma grande variedade e possibilidades de configurações, admitindo o encaixe de diversos acessórios para diferentes tipos de análises e técnicas.

A Figura 32 mostra um desenho esquemático, visto de cima, do goniômetro de um difratômetro, onde se observa que o feixe de raios X é originado e emitido pelo tubo de raios X indicado na Figura pela letra *S*, passa pelo colimador *A* e logo após incide sobre a amostra *C* localizada em cima do suporte *H*. A amostra rotaciona em torno do eixo *O*. Existem dois

colimadores **B** e **F** por onde passam os feixes de raios difratados pela amostra e são captados pelo detector **G** onde é preso pelo suporte **E**. Os suportes **E** e **H** são dispostos de tal forma que o movimento de  $2\theta$  graus do detector é acompanhado pela rotação de  $\theta$  graus da amostra, assegurando que o ângulo de incidência e o de reflexão sejam iguais a metade do ângulo de difração. O contador varre toda a faixa de ângulos com uma velocidade constante [20].

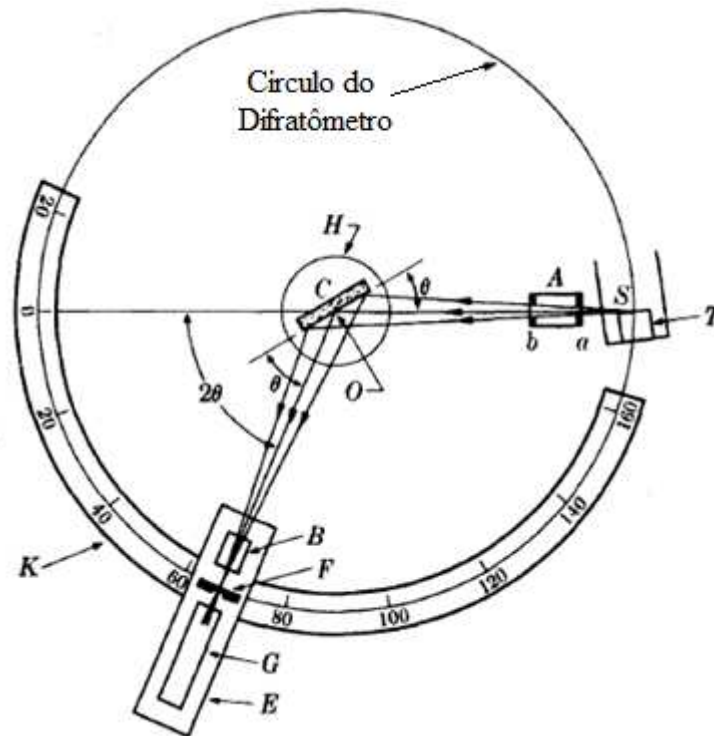


Figura 30 - Difratômetro (goniômetro) de raios X esquemático.

### 2.1.2. Mudanças Gerais no Difratômetro

A conversão do difratômetro em um equipamento de SAXS exige algumas modificações no suporte do tubo de raios X, nos sistemas de colimação alocados sobre o braço fixo e o braço móvel, no detector e no porta amostras. Na verdade, toda a instrumentação listada anteriormente foi removida e realocada para a câmara de bloco de colimação.

## 2.2. Sistema Óptico do SAXS

Como exposto anteriormente, existem vários sistemas de colimação que podem ser empregados na composição de uma instrumentação para a realização da técnica de SAXS. No entanto, esta escolha deve ser feita observando alguns critérios que possibilite a execução do projeto fundamentado no dispositivo base. Dentre os diversos sistemas de colimação existentes e que foram expostos anteriormente, o sistema de colimação para compor a óptica do equipamento é o sistema de colimação com câmara de bloco de colimação. Este sistema é estabelecido sobre os fundamentos da colimação linear, e foi escolhido para o desenvolvimento deste dispositivo.

### 2.2.1. Escolha da Óptica

Na análise das condições impostas no projeto da óptica de um equipamento de SAXS, fundamentado no difratômetro da Figura 31, tem-se que um sistema óptico que se encaixa nos quesitos abordados e em contra ponto as negativas, que são impeditivas a adequação deste sistema no difratômetro, conduz a escolha do sistema de colimação em bloco, mostrando características bastante ajustáveis ao projeto. Este sistema de colimação permite que as dimensões do equipamento seja explorada ao máximo, com capacidade de fornecer uma maior intensidade de feixe e maior resolução.

A Figura 33 mostra um equipamento de SAXS moderno, fabricado e comercializado pela Anton Paar. Os primeiros equipamentos comercializados foram desenvolvidos pelo professor Otto Kratky em 1957 na Áustria em parceria com a Anton Paar, que é a pioneira na fabricação e comercialização deste tipo de equipamento. Este modelo de equipamento dispõe de tubos de alta potência e de alto brilho e com sistemas de monocromadores na saída do tubo de raios X que facilmente ultrapassam a casa dos milhares de reais [21].



Figura 31 - Equipamento de SAXS da fabricante Anton Paar, atualmente comercializado com o sistema de colimação em bloco.

A Figura 34 mostra um desenho esquemático do conjunto formado pelo sistema de colimação, o tubo de raios X e o detector bidimensional sensível a posição que é instalado no difratômetro, caracterizando-o como um equipamento de SAXS.

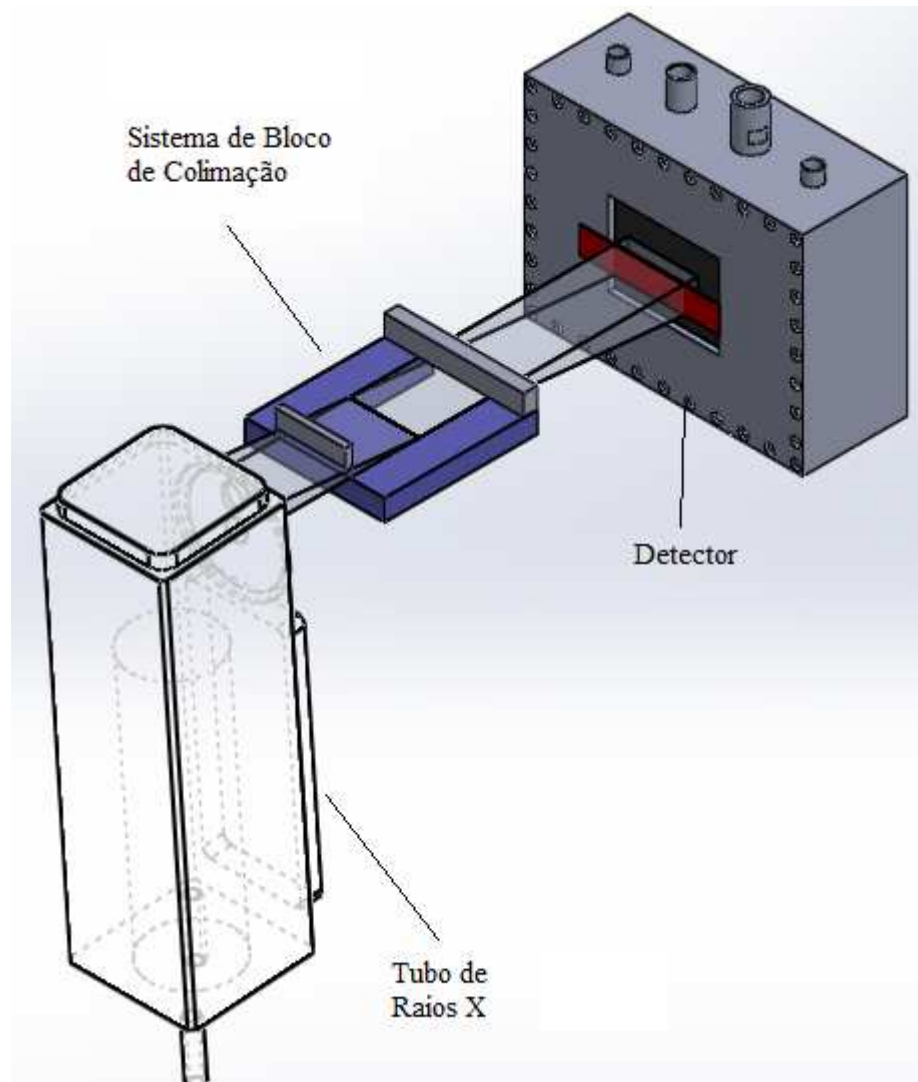


Figura 32 - Conjunto composto pelo tubo de raios X, sistema de colimação linear e detector. Desenho esquemático mostrando a disposição dos componentes. (O autor)

O arranjo mostrado segue exatamente a ordem de disposição exigida, com o feixe sendo gerado no tubo de raios X, passando pelo sistema de colimação linear e atingindo o detector bidimensional. Os sinais observados nos eletrodos do detector, gerados pela passagem de uma radiação ionizante são principalmente devido ao movimento de cargas elétricas no seu campo eletrostático [22]. Estes sinais que chegam ao detector são convertidos em pulsos elétricos, e posteriormente registrados e analisados por softwares especializados. Os detectores empregados neste trabalho são desenvolvidos e fabricados pelo CBPF, que tem o domínio desta tecnologia. Este conjunto é aparafusado no equipamento base, juntamente com a câmara de vácuo, que abriga o sistema de colimação em bloco por inteiro.



## **2.3. Projeto e Construção**

Todo o projeto de construção foi desenvolvido em software de CAD 3D e 2D. Estas ferramentas foram utilizadas para a elaboração de desenhos técnicos e simulações dimensionais. A fabricação das peças que foram utilizadas na conversão do equipamento de difração em um equipamento de SAXS foram realizadas no Laboratório de Instrumentação e Tecnologia Mecânica (LITMec) do CBPF e no LNA (Laboratório Nacional de Astrofísica).

### 2.3.1. Materiais de Fabricação

Foram utilizadas chapas grossas de aço inox 304 de 10 até 20 mm de espessura, e barras circulares na construção do equipamento devido a sua maior estabilidade a ambientes diversos e facilidade na descontaminação devido ao manuseio. Ao mesmo tempo, este material contribui na proteção radiológica quando comparado a materiais mais leves e de fácil usinagem. Este tipo de material é largamente utilizado em equipamentos similares encontrado no mercado, tanto na construção do corpo do equipamento quanto no sistema óptico.

### 2.3.2. Processo de Fabricação

Os processos de fabricação industrial que foram empregados para a transformação das chapas de aço inoxidável em um produto acabado foram os mais avançados utilizados na produção de componentes mecânicos atualmente. Máquinas que dispõem de sistemas de controle por comando numérico computadorizado (CNC) integrado com sistemas de gerenciamento CAM (Manufatura Assistida por Computador) foram utilizadas para confeccionar as várias peças que um equipamento de SAXS dispõe. Alguns processos de usinagem como corte, furação e fresamento com máquinas CNC foram realizados no LNA. No LITMec do CBPF foram realizados operações de usinagem como rebaixos, furações, abertura de roscas, soldagem, retífica e montagem dos componentes.

#### 2.3.2.1. Corte por Eletroerosão a Fio

As chapas de aço foram cortadas pelo processo de eletroerosão a fio, que é um processo de usinagem por meio de descargas elétricas [23]. Este processo foi usado devido a algumas

limitações encontradas nos processos de usinagem convencional como, por exemplo, as fresadoras e furadeiras de bancada. Esse processo permite a obtenção de perfis vazados com alta complexidade e com cantos vivos, algo que não seria tão trivial de ser realizado na maioria das vezes utilizando ferramentas de corte rotatórias comuns. Inicialmente, faz-se um furo guia na peça obra com o objetivo de transpassar o fio de corte de onde começa a usinagem da geometria desejada. A Figura 35 é um exemplo de uma usinagem feita em umas das janelas de passagem do feixe de raios X do projeto SAXS, que mostra o furo quadrado passante obtido através desse tipo processo de fabricação.



Figura 33 – Janela quadrada traseira para passagem de radiação onde é acoplado o detector de raios X.

A Figura 36 mostra a máquina de eletroerosão a fio CNC que foi utilizada no processo de corte das chapas de aço inoxidável. Esta máquina tem uma capacidade de corte de 400 mm de espessura de chapa com precisão de 0,4 mm oferecendo um acabamento com rugosidade superficial máxima de aproximadamente 1,2  $\mu\text{m}$ .



Figura 34 – Eletroerosão a Fio CNC Veker Electrocut Novik modelo AR 2300. (Bener Veker)

Este processo foi utilizado tanto no corte das chapas brutas quanto na usinagem das peças com geometrias complexas, como mostra a Figura 37.



Figura 35 – Suporte de ajuste da Câmara com o Tubo de Raios X.

### 2.3.2.2. Usinagem

Após o corte na máquina de eletroerosão a fio, as chapas de aço passaram pelo processo de usinagem em um centro de usinagem, que é uma máquina operatriz CNC gerenciada por sistema CAM. A Figura 38 mostra o Centro de Usinagem Petrus DPT-80130R utilizado para usinar peças de maior complexidade, onde não era possível empregar máquinas operatrizes convencionais devida sua limitação em usinar geometrias simples e em um eixo de cada vez X, Y ou Z.



Figura 36 – Centro de Usinagem Petrus DPT-80130R do Laboratório de Usinagem do LNA.

A Figura 39 mostra em destaque, indicado pelas setas, o caminho usinado (rebaixo) para a colocação do O’Ring que permite a estanqueidade interna da câmara, permitindo assim, que ela possa ser evacuada. Como pode ser observado na imagem, o rebaixo usinado tem uma geometria retangular com cantos arredondados, para facilitar a montagem do O’Ring e evitar que ele seja estrangulado ou crie um ponto de alta concentração de tensão na borracha, causando o mau funcionamento do componente vedante ou até mesmo a sua falha [24]. Este tipo de geometria com arredondamento executada como rebaixo nos vértices é de extrema complexidade para ser realizada em uma máquina convencional que não possui um comando automatizado dos dois eixos X e Y simultaneamente. Como um centro de usinagem é totalmente automatizado e opera todos os eixos simultaneamente, a execução de um rebaixo interno com cantos arredondados é perfeitamente possível e simples.



Figura 37 – Câmara de Raios X para colocação da amostra em ambiente evacuado. As setas indicam o rebaixo usinado para o encaixe do O'Ring de Borracha.

### 3.3.2.3. Roscamento Interno

O processo de roscamento interno foi realizado utilizando-se machos de roscar manual (Figura 40). Este processo consiste em usar três ferramentas sequencialmente, as duas primeiras para desbaste, apresentam uma parte cônica maior e permite a abertura da rosca retirando o cavaco do furo previamente realizado e a terceira para acabamento interno da rosca.



Figura 38 – Macho de Roscar. (Direct Industry)

#### 2.3.2.4. Parafusos de Ajustes Roscamento Externo

Para o ajuste do alinhamento correto da câmara são necessários três parafusos de ajuste fino como mostra a Figura 41. Um parafuso garante o alinhamento do feixe que sai do tubo de raios X com a fenda de entrada da câmara e os outros dois ajustam a inclinação da câmara adequadamente com relação ao feixe primário. São parafusos de ajuste de rosca fina 18 x 1,5 de grande diâmetro permitindo uma maior precisão no posicionamento. Os perfis das roscas dos parafusos foram usinados e as laterais da cabeça do parafuso recartilhados em um torno mecânico convencional.



Figura 39 – Parafusos de Ajustes de Alinhamento do Feixe de Raios X e para Inclinação da Câmara.

#### 2.3.2.5. Soldagem dos Componentes

Alguns componentes que compõem o sistema SAXS necessitaram ser soldados com o objetivo de ser mais produtivo e economicamente adequado. A Figura 42 mostra um dos componentes do suporte do tubo de raios X, que devido às características de funcionalidade, permitiu o emprego do processo de soldagem TIG.



Figura 40 – Suporte do Tubo de Raios X Soldado na Base pelo Processo TIG.

#### 2.3.2.6. Usinagem e Acabamento Superficial do Bloco de Colimação

O bloco de colimação é o componente mais importante do sistema de colimação para este tipo de equipamento SAXS. Portanto, foram utilizadas ferramentas de usinagem com pastilhas intercambiáveis em um sistema porta pinça como mostra a Figura 43. Este sistema garante menores vibrações, maior precisão e melhor acabamento superficial na peça devido ao alinhamento da ferramenta de corte.



Figura 41 – Fresa de Topo de Dupla Pastilha com Sistema Porta Pinça. (Direct Industry)

O bloco de colimação mostrado na Figura 44 é um componente que exige técnicas apuradas no acabamento de superfícies e precisões mecânicas altíssimas, tornando-o uma peça de difícil fabricação. Devido a sua funcionalidade, os acabamentos superficiais exigidos, e principalmente a sua tolerância de forma, foram da ordem de angströms, pois há interação entre a superfície usinada com o feixe de raios X. Entretanto, precisões mecânicas tão altas em peças com dadas dimensões são impossíveis de serem atingidas, restando então, empregar o máximo de cuidado na execução da usinagem e nas várias etapas de acabamento superficial realizada.



Figura 42 – Bloco de Colimação do Sistema SAXS.

O bloco médio (ponte) mostrado na Figura 45 é outra parte importantíssima que também requer os mesmos cuidados dispensados ao bloco de colimação. Este componente integra a geometria óptica do equipamento, tendo suas arestas como principais na colimação do feixe de raios X.



Figura 43 – Bloco Médio (Ponte)



### 2.3.2.7. Verificação da Variação da Geometria

No processo de usinagem deste item, foi conferida a planicidade com precisão de centésimos de milímetro na verificação da variação de forma como mostra a Figura 46.



Figura 44 – Verificação da Variação da Geometria do Bloco de Colimação com um relógio comparador.

Colocando-se a peça em um desempenho de ferro fundido com um relógio comparador de base magnética sobre ele, a peça é então posicionada abaixo da ponta do relógio comparador e logo após faz-se o ajuste da escala do instrumento para a posição zero. Feito isso, desliza-se a peça sobre a superfície do desempenho observando o deslocamento do ponteiro do relógio que indica a variação da geometria superficial mostrando as distorções geradas nos processos de usinagem e de acabamento. Foi observada uma variação de 0,04 mm entre as extremidades opostas onde as pontas do bloco médio apóiam.

### 2.3.2.8. Flange

A câmara do equipamento de SAXS é conectada a uma bomba de vácuo mecânica para a geração de baixo vácuo. Esta interligação é feita através de um flange de inox padrão ISO KF DN25 como mostra a Figura 47, e a fixação é feita por abraçadeiras especiais (clamp), onde a junta é vedada usando O'ring e anel centralizador. O flange foi fabricado em um torno

convencional e inserido em um furo na câmara onde foi soldado internamente pelo processo TIG.



Figura 45 – Flange Padrão KF DN25 para Evacuação da Câmara.

### 3. RESULTADOS E DISCUSSÕES

Este capítulo se dedicará a apresentação e discussão dos resultados obtidos em relação ao modelo matemático dos componentes e aos cálculos das medidas do sistema óptico. A elaboração dos modelos matemáticos do projeto de construção e a confecção dos desenhos técnicos que permitiram a construção do equipamento foram desenvolvidos em software de CAD especializados.

#### 3.1 Projeto e Dimensionamento dos Componentes

De acordo com o que foi exposto no capítulo 2, e tomando como base a geometria das Figuras 5 e 18 que definem a óptica aplicada no equipamento projetado neste trabalho, temos que considerar primeiramente a variável  $C$  que define o comprimento da óptica e estabelece as medidas dos componentes que compõem o sistema de colimação.

##### 3.1.1 Bloco de colimação

A Figura 48 apresenta o esquema de colimação de um bloco com as indicações das referências entre as distâncias das arestas efetivas.

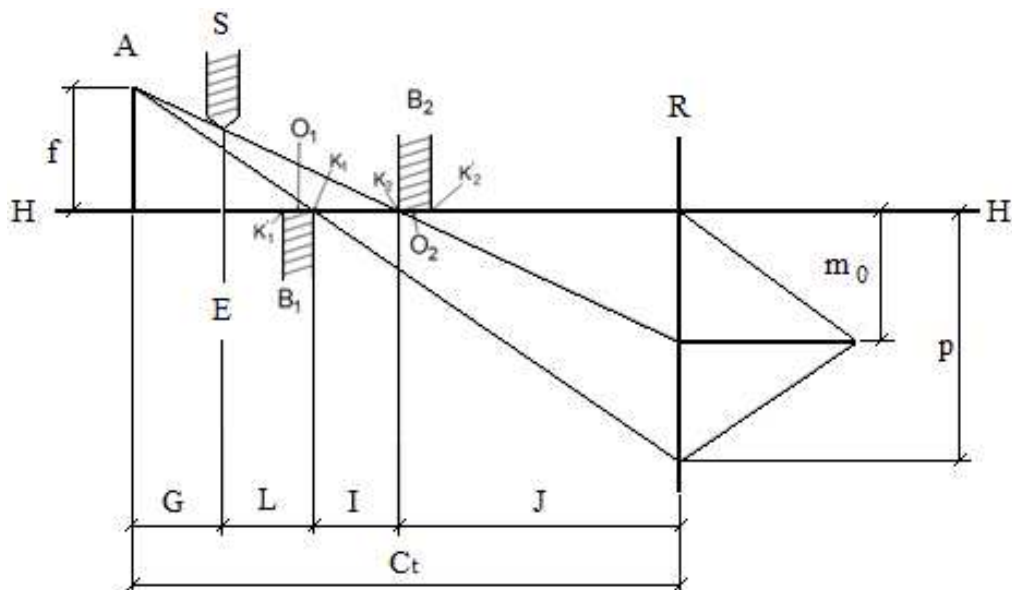


Figura 46 – Referência Entre as Distâncias das Cotas das Arestas Efetivas. (O autor)

$G$  é a distância entre a projeção do foco e a aresta da fenda.

$L$  é a distância entre a aresta da fenda e a aresta  $K_1$  do bloco médio.

$I$  é a distância entre a aresta  $K_1$  do bloco médio até a aresta  $K_2$  do bloco principal.

$J$  é a distância entre a aresta  $K_2$  do bloco principal ao plano de registro do detector.

$C_1$  é o comprimento total da geometria do sistema de colimação.

Um dos problemas no dimensionamento do sistema de colimação para este projeto, é saber quais as dimensões das peças que compõem o sistema onde é acoplado o tubo de raios X e a posição do anodo no interior do tubo [25]. A Figura 49a mostra a imagem do tubo de raios X Seifert do difratômetro Seifert HZG 4 e a Figura 49b é um esquemático indicando a posição do anodo e as dimensões fundamentais do tubo.

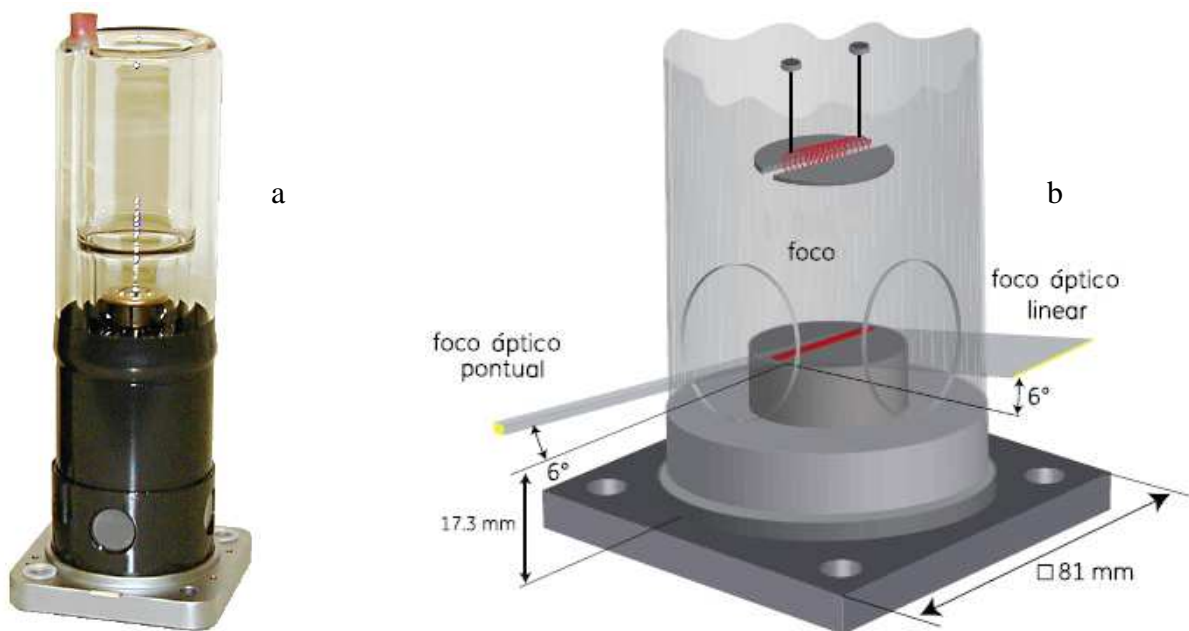


Figura 47 - a) Tubo de Raios X Seifert. b) Esquemático do Tubo de Raios X Seifert e suas Respectivas Medidas.  
(GE Measurement)

Para resolver este problema, é necessário saber qual é a distância real entre a projeção do foco linear e a aresta da fenda de entrada do feixe de raios X. Analisando a Figura 49b, observa-se que a projeção do foco óptico linear pode ser considerada como centralizada com relação à base do tubo. Como mostra a Figura 48, G é indicado na Figura 50 como a distância entre a projeção do foco e a aresta da fenda. Como todas as outras cotas estão vinculadas a dimensão da cota G, é imprescindível defini-la para se obter as dimensões de todo o sistema.

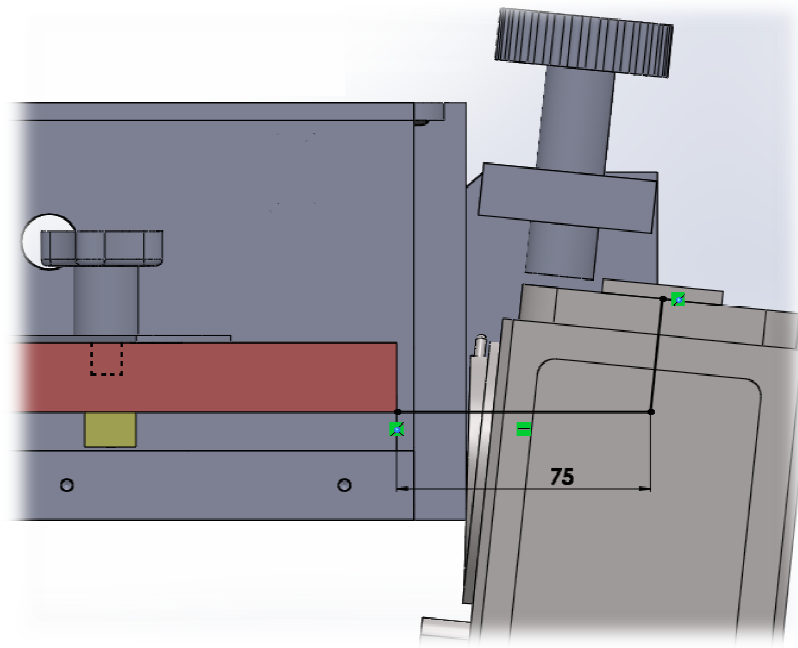


Figura 48 – Distância Entre a Projeção do Foco e a Aresta da Fenda G. (O autor)

Como o tubo de raios X é encapsulado por um invólucro de metal, deve-se definir as medidas reais dos componentes relacionados e introduzi-los no modelo matemático. O tubo de raios X e o invólucro de metal são peças já existentes. Desta forma, deve-se inseri-las no projeto gráfico e medir, por meio do modelo projetado no software 3D a cota desejada. Através das medições das peças reais, e com as peças previamente concebidas em um pré-projeto, obtém-se uma distância de 75 mm conforme mostra a Figura 50.

Como a distância entre as partes dos componentes é de 75 mm, então:

$$\frac{C}{2} = 75 \quad \Rightarrow \quad C = 150 \quad (8)$$

No entanto, pela Figura 18 nota-se que o comprimento total do sistema óptico é dado por

$$(9)$$

$$C_t = 3C$$

Substituindo o resultado encontrado na expressão 9 obtém-se o comprimento total do sistema óptico, que é de  $C_t = 450$  mm.

A Figura 51 mostra a vista de corte do equipamento onde o comprimento total do sistema óptico parte do anodo (projeção do foco óptico linear) até o plano de registro do detector (plano de fios onde ocorrem os eventos de captura dos elétrons).

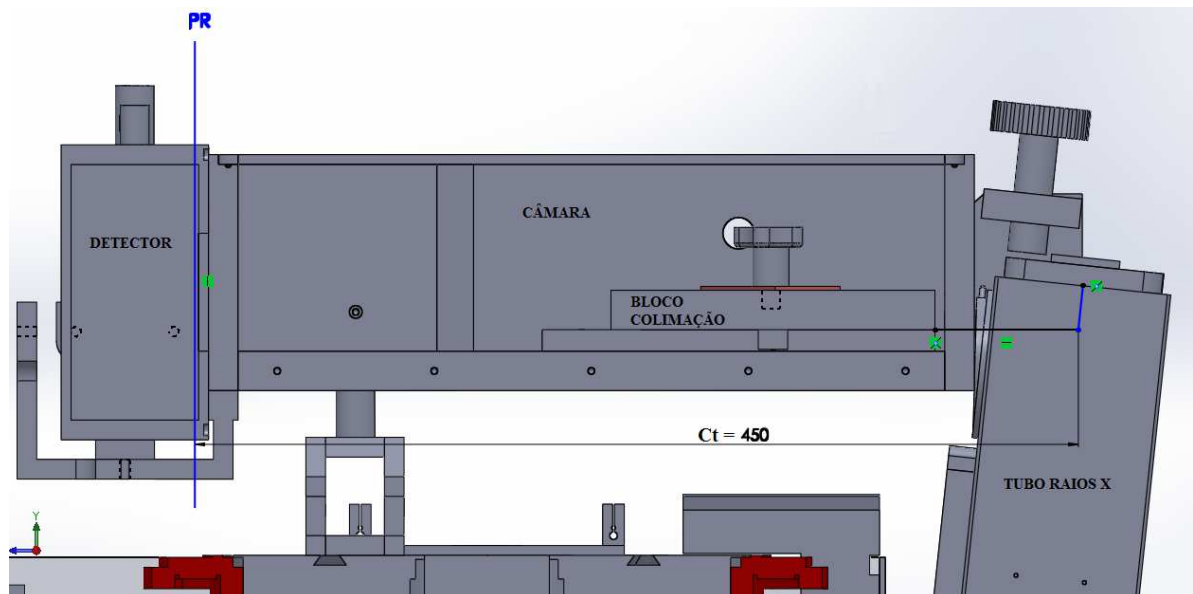


Figura 49 – Vista de Corte Longitudinal na Direção de Propagação do Feixe de Raios X com Indicação do Comprimento Total da Óptica do Sistema. (O autor)

Este resultado mostra que o comprimento do sistema é muito reduzido quando comparado com outros sistemas ópticos mencionados no capítulo 2 podendo chegar a dezenas de metros.

As dimensões das distâncias entre as arestas do bloco de colimação e do bloco médio são dadas pelas cotas L e I (Fig. 48) onde cada uma mede 75 mm. Portanto, sabe-se que o comprimento do bloco de colimação deve ser maior que 150 mm.

A Figura 52 mostra o bloco de colimação projetado no e a peça real usinada.



Figura 50 – Bloco de Colimação Projetado e a Peça. (O autor)

A cota da dimensão entre a aresta do bloco de colimação  $k_2$  e  $R$  (plano de registro) é dada por  $J$  que, por sua vez, tem como expressão:

$$J = \frac{3C}{2} \quad \Rightarrow \quad J = 225 \text{ mm.} \quad (10)$$

O espaço entre a aresta  $k_2$  e  $R$  compreende o porta amostra, que é posicionado logo após o bloco de colimação e o anteparo do feixe primário que fica mais próximo a janela do detector de raios X.

### 3.1.2. Câmara de Vácuo

O dimensionamento da câmara de vácuo tomou como referência as dimensões do sistema óptico de colimação e também considera um ângulo máximo de espalhamento da amostra de  $10^\circ$  na vertical. A câmara deve comportar o máximo do caminho óptico do sistema, a fim de diminuir distorções no sinal.

### 3.1.3. Janela de Saída do Feixe

A determinação das dimensões da janela de saída do feixe está relacionada com o ângulo máximo de espalhamento registrado nos ensaios de SAXS que comumente tem um máximo de  $10^\circ$  e que, para este caso, toma-se como referência a posição zero do feixe primário ou o plano principal do bloco de colimação.

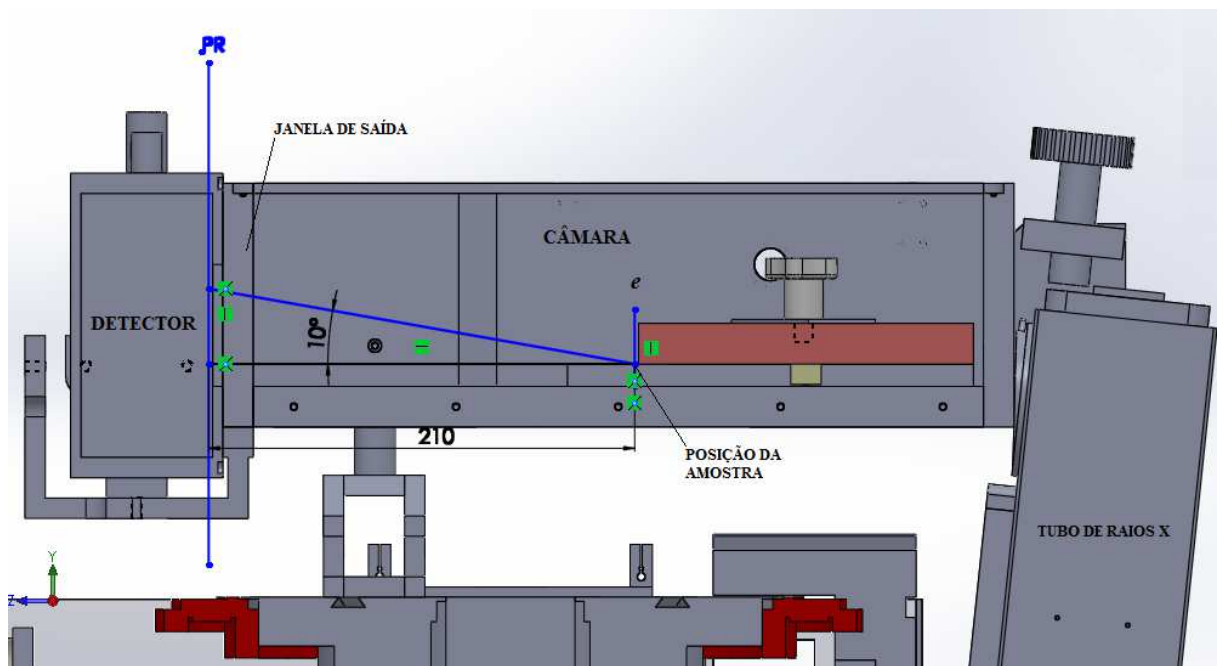


Figura 51 – Vista de Corte Longitudinal na Direção de Propagação do Feixe de Raios X com Indicação do Comprimento do Ângulo de Espalhamento Máximo. (O autor)

Com a configuração mostrada na Figura 53, obtém-se o tamanho da abertura da janela que é de:

$$W = \tan(10) \cdot 210 \quad (11)$$

Onde  $W = 37 \text{ mm}$

Para efeito de arredondamento foi considerado uma janela com 40 mm de altura e de largura como mostra o desenho técnico de fabricação da Figura 54.



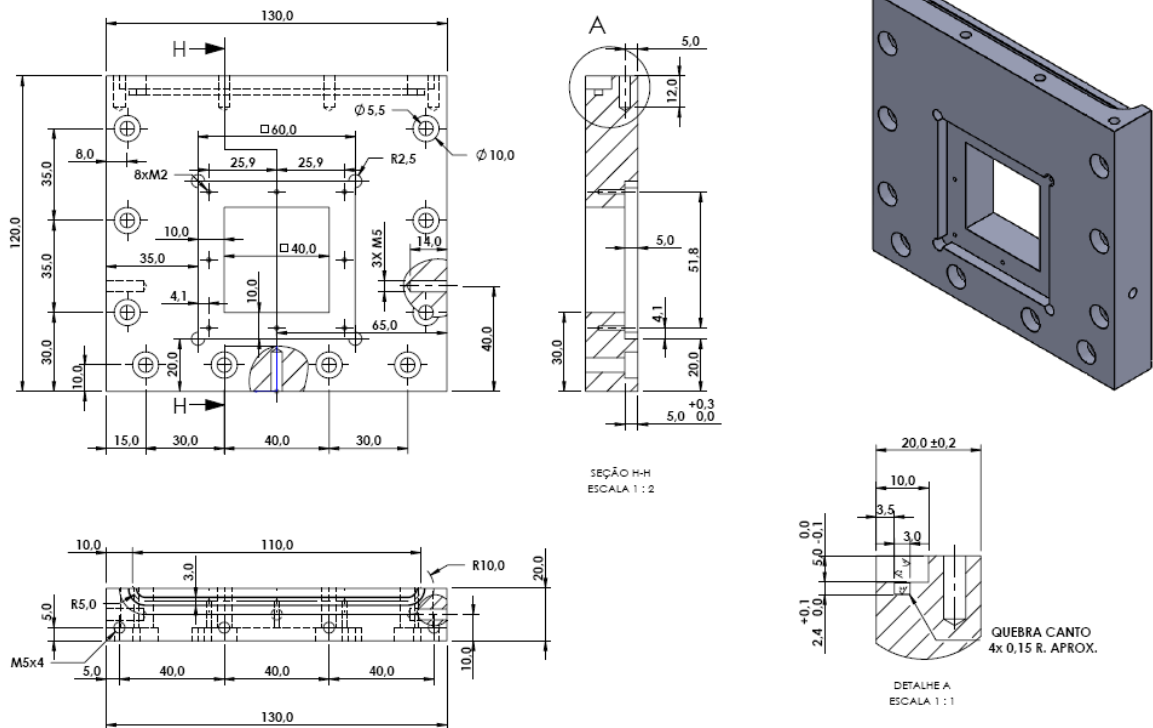


Figura 52 - Desenho Técnico com as Dimensões da Janela de Saída do Feixe de Raios X. (O autor)

A Figura 55 mostra a imagem real da janela de saída do feixe como resultado do projeto de dimensionamento.

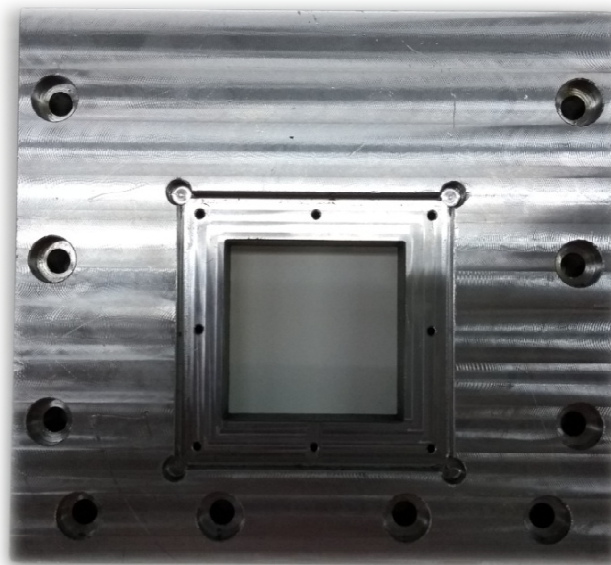


Figura 53 –Janela de Saída do Feixe de Raios X.

#### 3.1.4. Janela de Entrada do Feixe

O que define o dimensionamento da janela de entrada do feixe de raios X é a própria janela de saída do feixe do invólucro do tubo. A janela pode ser dimensionada de forma que o limite mínimo de suas medidas devem ser iguais ou superiores as medidas da janela do invólucro do tubo de raios X.

### **3.2. Montagem das Peças**

Os componentes fabricados pelos processos apresentados devem ser montados compondo as partes funcionais do equipamento. A precisão dos métodos utilizados garantem o encaixe e o alinhamento perfeito dos componentes.

#### 3.2.1. Montagem da Câmara

A Figura 56 mostra a vista explodida da câmara projetada em software 3D. Já a Figura 57 apresenta a imagem dos componentes fabricados no laboratório do LNA e do LITMec nas suas respectivas posições de montagem. Os desenhos técnicos detalhados da câmara são apresentados no apêndice A. Estes desenhos mostram os elementos fabricados que compõem a câmara de vácuo para que se estabeleça um vácuo de trabalho de  $6 \times 10^{-3}$  mbar [26], que é compatível com a técnica de SAXS.

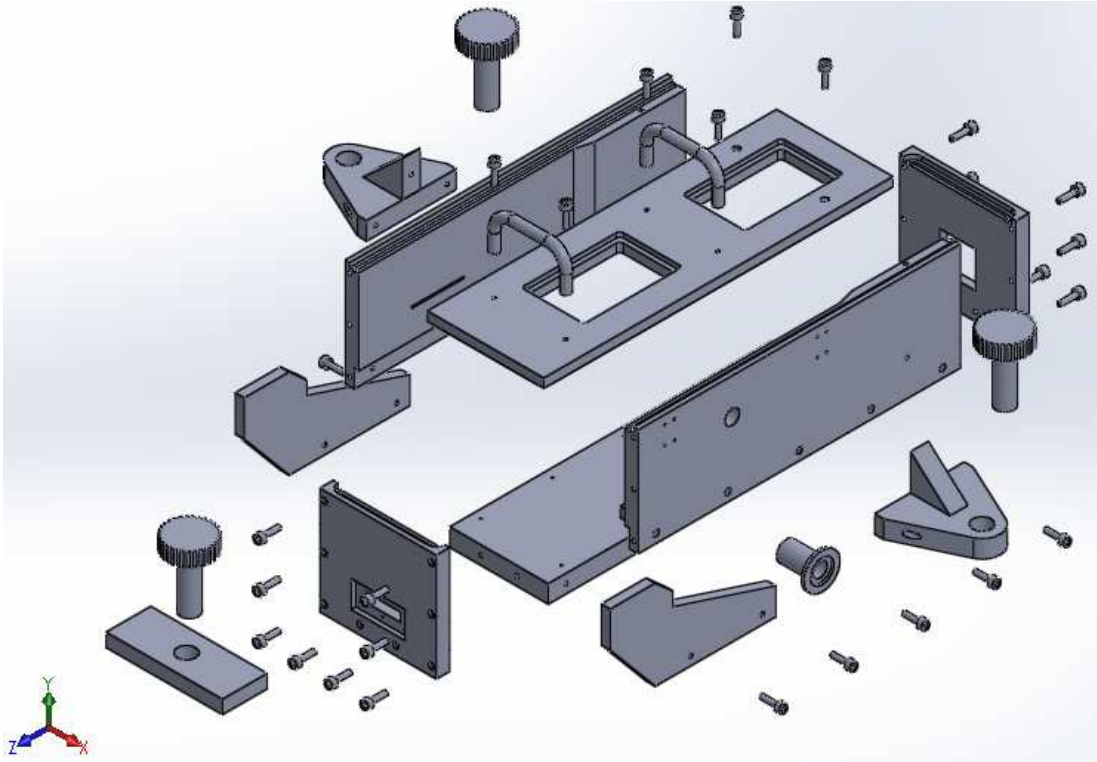


Figura 54 – Vista Explodida da Câmara Projetada em software 3D. (O autor)

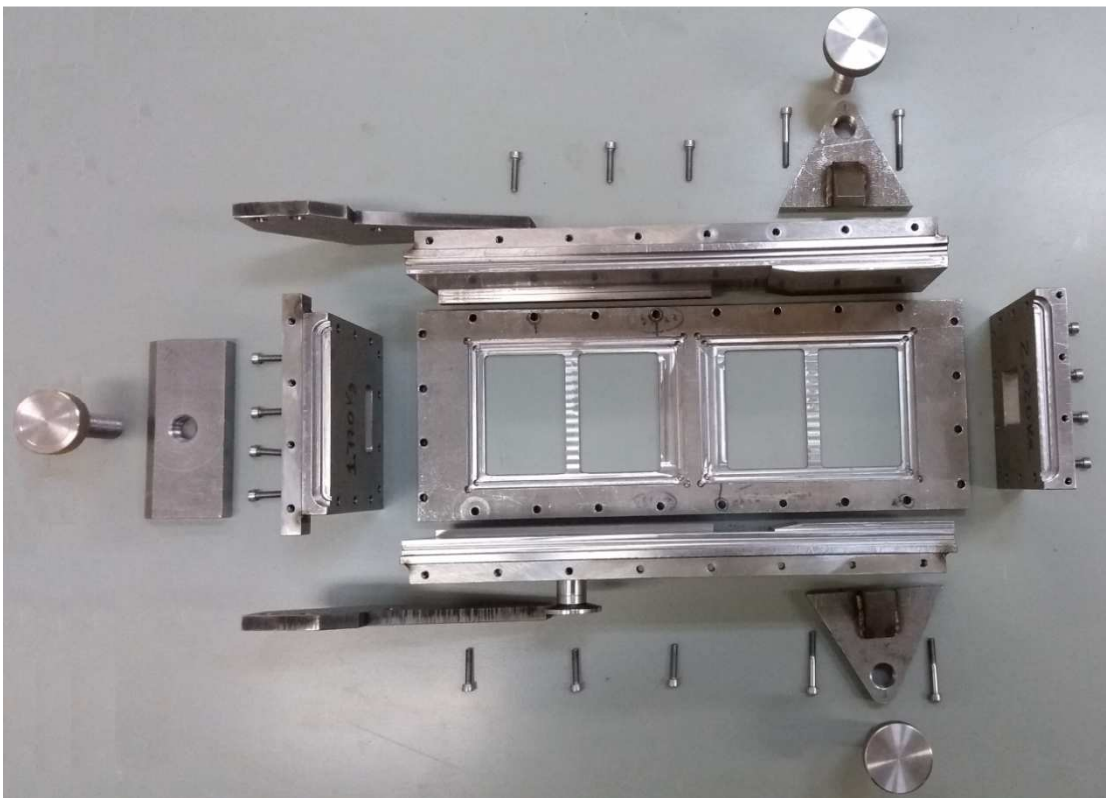


Figura 55 – Vista Explodida da Câmara Fabricada.

### 3.2.2. Montagem do Bloco de colimação

A localização do bloco médio no conjunto que compõe o bloco de colimação pode ser observada melhor na Figura 58. Como foi apresentado no capítulo anterior, a localização do bloco médio está relacionada à tecnologia de construção do tubo de raios X, onde a posição muda conforme a variação do ângulo de saída do feixe primário do anodo.

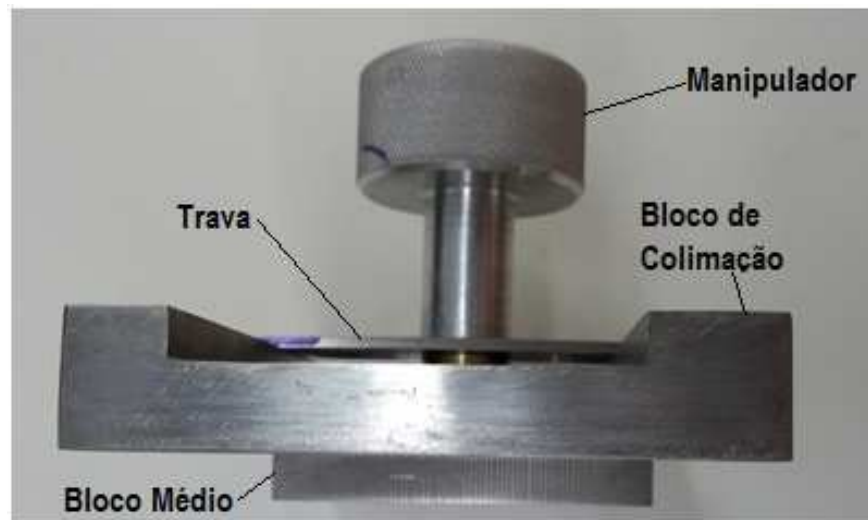


Figura 56 – Conjunto do Bloco de Colimação.

O manipulador tem a função de que se evite o contato direto com o bloco de colimação evitando qualquer tipo de contaminação nas partes ativas do conjunto (arestas onde é bloqueada parte da radiação com função de colimar) por gordura ou suor produzido pelo corpo. A trava permite a fixação do conjunto do bloco na câmara, evitando o deslocamento e o conseqüente desalinhamento óptico do sistema.

### 3.2.3. Montagem do Bloco de colimação na Câmara

A Figura 59 mostra como é montado o bloco de colimação no interior da câmara. Com o conjunto do bloco de colimação montado, o sistema é apoiado sobre os ressalto internos existentes nas laterais da câmara, logo depois da janela de entrada do feixe de raios X. Acima dos ressalto nas laterais da câmara, existem cavidades onde é introduzida a trava para

garantir que o sistema não saia da posição estabelecida. Feito isso, gira-se o manipulador, onde este pressiona a trava para baixo, flexionando-a contra a abertura e fixando o conjunto do bloco. Devido a flexão exercida, a trava é pressionada contra as cavidades internas causando o travamento do bloco de colimação.

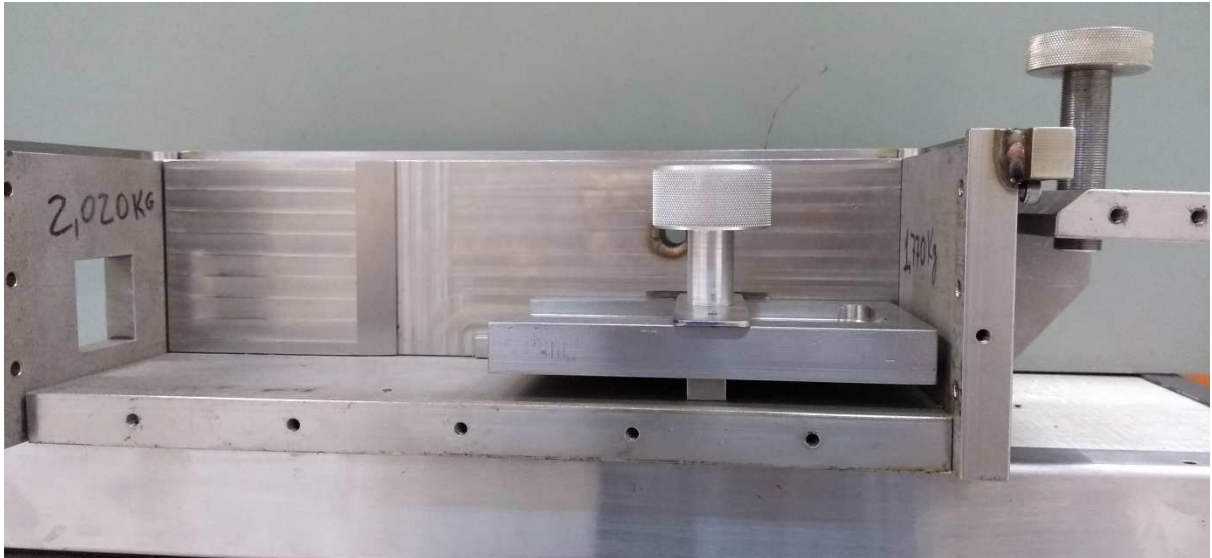


Figura 57 – Montagem do Bloco de Colimação na Câmara Vista Interna Sem a Lateral.

### 3.3. Metodologia Experimental

Para a realização dos testes que comprovarão a funcionalidade do sistema de colimação, foram utilizados um detector unidimensional sensível a posição e uma fonte de raios X de  $^{55}\text{Fe}$  com linha de emissão de fótons com energia de 5,9 KeV atrelado a uma interface de um sistema de aquisição de dados.

#### 3.3.1. Caracterização do Detector

A caracterização do detector unidimensional foi realizada para uma mistura gasosa Ar –  $\text{C}_2\text{H}_6$  (75/25) operando a uma pressão de 2,5 atm acima da pressão atmosférica e utilizando uma fonte de  $^{55}\text{Fe}$ . Este detector opera baseado na técnica da linha de retardo para a determinação da posição de incidência dos fótons. A Figura 60 mostra a curva de ganho do detector para estas condições.

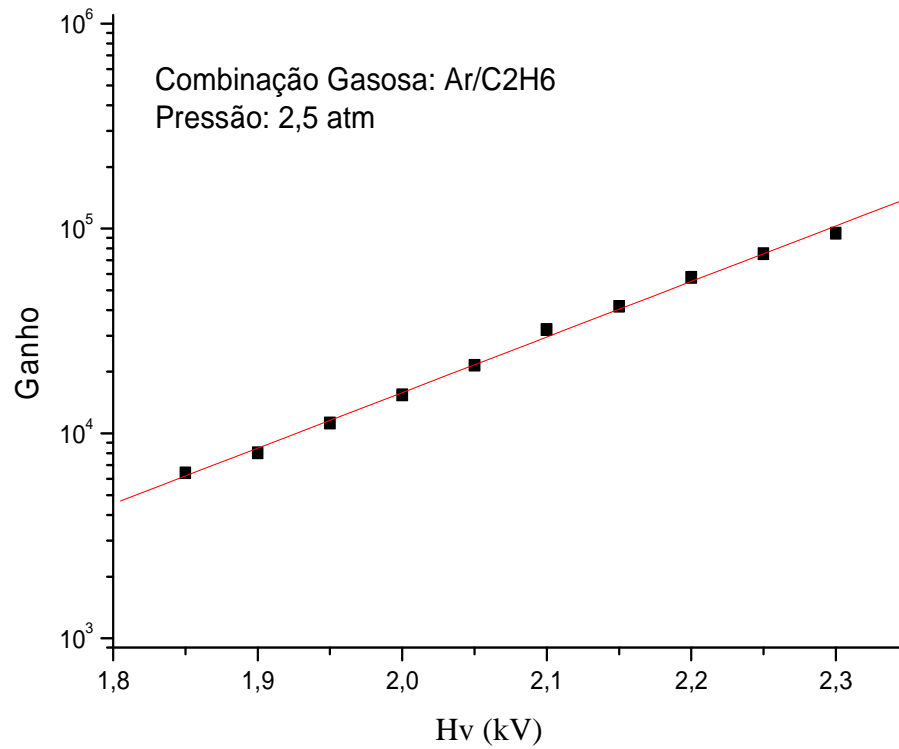


Figura 58 – Ganho Medido com Mistura Gasosa Ar – C<sub>2</sub>H<sub>6</sub> (75/25) a Pressão de 2,5 atm com Fonte de <sup>55</sup>Fe.

Após o levantamento do ganho, foi definida a faixa de operação do detector, tensão de operação HV = 2300 V e Ganho = 10<sup>5</sup>. O levantamento da resposta em homogeneidade do detector à iluminação direta de sua janela por uma fonte de <sup>55</sup>Fe, conforme diagrama experimental mostrado na Figura 61, é apresentada na Figura 62.

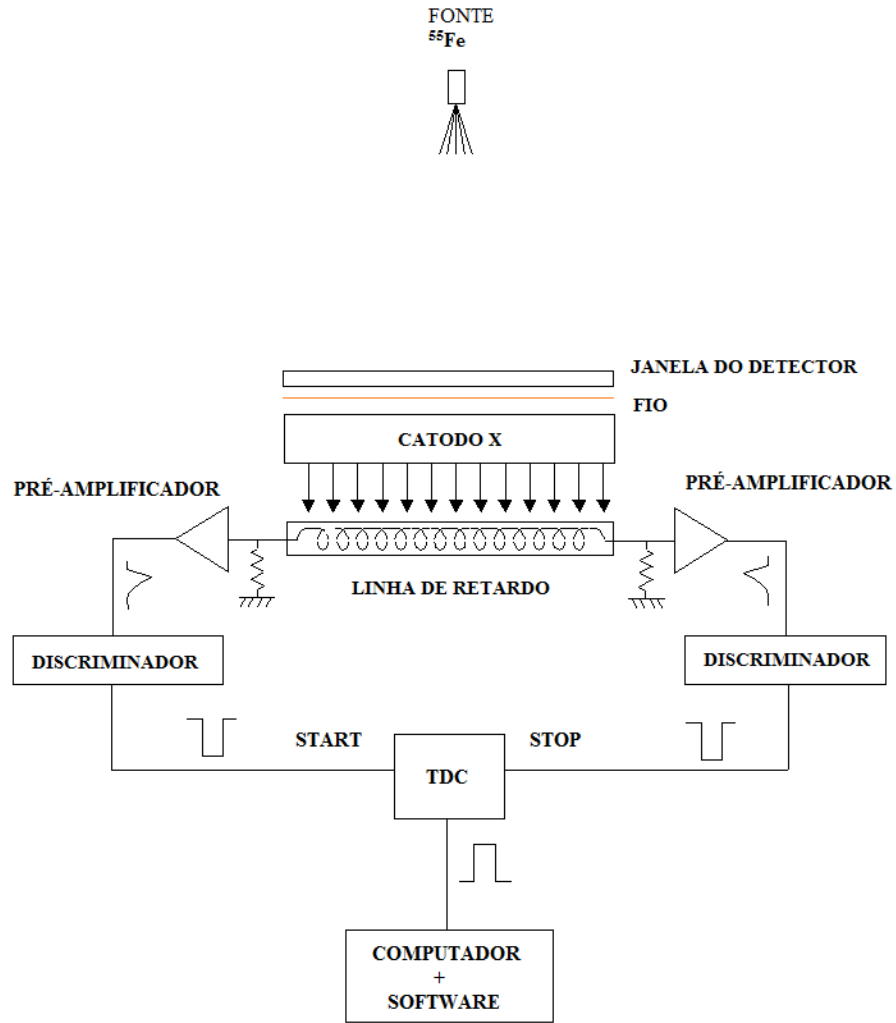


Figura 59 – Diagrama da Eletrônica Associada ao Método de Localização Unidimensional.

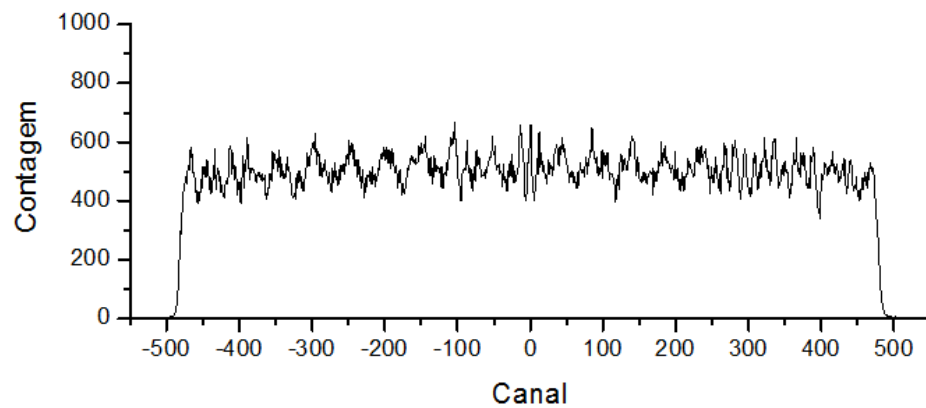


Figura 60 – Espectro da Homogeneidade do Detector.

Para definir a linearidade do detector, é colocado um dispositivo de múltiplas fendas (Figura 63) na janela ativa do detector, onde a abertura de cada fenda vale 300  $\mu\text{m}$  espaçadas de 2 mm.



Figura 61 – Barramento de múltiplas fendas.

A Figura 64 mostra o espectro das fendas duplas igualmente espaçadas iluminadas por uma fonte de  $^{55}\text{Fe}$ , colocada a uma distância de 15 cm da janela do detector.

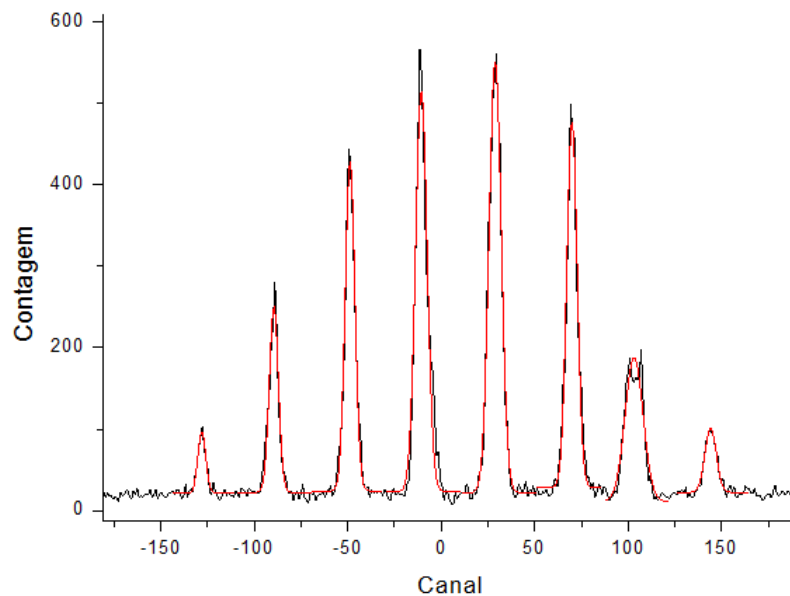


Figura 62 – Espectro Para o Barramento de Múltiplas Fendas com Larguras de 300  $\mu\text{m}$  e Espaçamento de 2 mm.

Com o auxílio do software Origin, traça-se uma curva Gaussiana para definir o centro de cada pico. Como as fendas são igualmente espaçadas, plota-se a curva de conversão que mostra a linearidade entre o sistema de aquisição e o de detecção conforme observado na Figura 65.



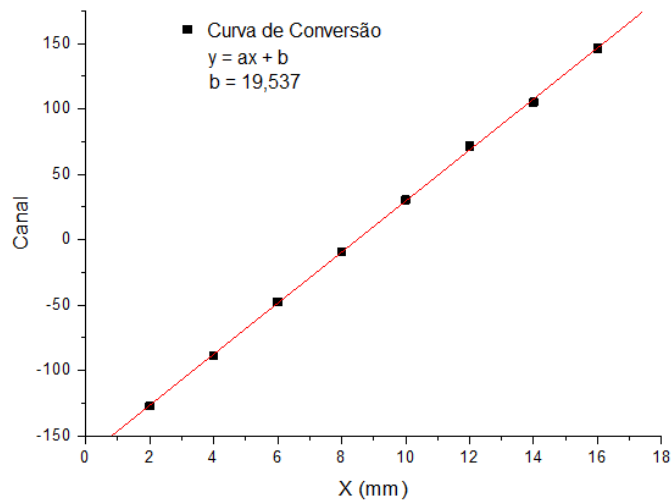


Figura 63 – Curva de Conversão Mostrando a Linearidade do Sistema.

Para o cálculo da resolução em posição intrínseca do detector deve-se montar um esquema experimental conforme mostra a Figura 66.

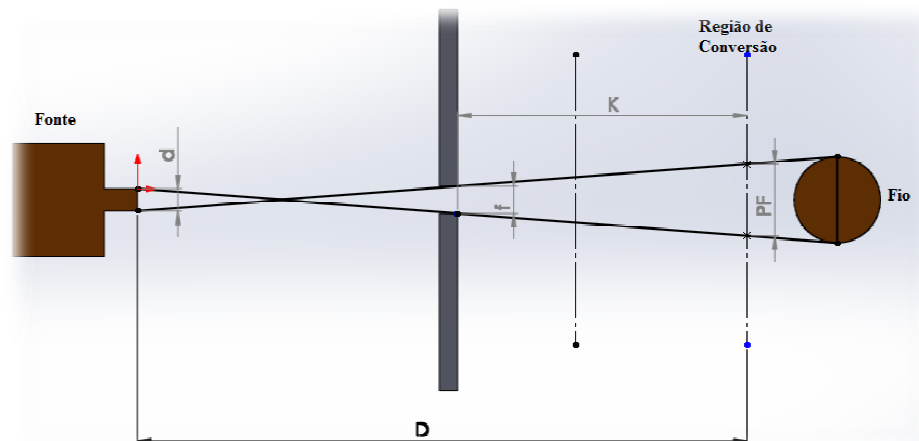


Figura 64 – Parâmetros Geométricos para o Cálculo da Largura a Meia Altura do Feixe Divergente. (Adaptado de Marinho, P. R.)

Colocando uma fenda de  $75 \mu\text{m}$  na frente da janela do detector e uma fonte de  $^{55}\text{Fe}$  a 15 cm iluminando a abertura, obtém-se o espectro para a fenda mostrada na Figura 67.

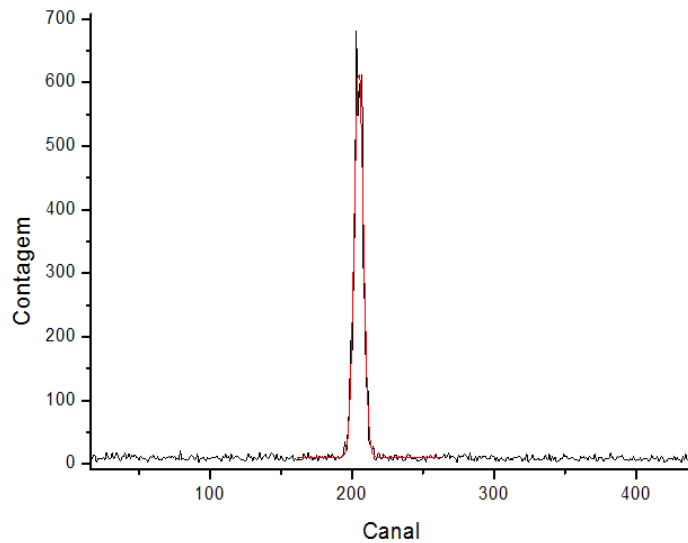


Figura 65 – Espectro Para Uma Fenda de 75  $\mu\text{m}$  Iluminada por Uma Fonte de  $^{55}\text{Fe}$  a 15 cm de Distância do Detector.

A resolução em posição intrínseca do detector é então calculada obtendo-se a largura a meia altura  $W$  da distribuição observada, com  $W = 487,46 \mu\text{m}$ . Este valor é corrigido pelo coeficiente  $b$  da reta de conversão.

Para definir a resolução em posição intrínseca do detector, utiliza-se a expressão [27]:

$$RES = \sqrt{FWHM^2 - PF^2} \quad (12)$$

onde RES é a resolução do detector, PF é a largura a meia altura do feixe divergente e FWHM é a largura a meia altura do feixe efetivamente observado.

Deste modo a largura a meia altura do feixe divergente PF é dado por:

$$PF = \frac{Df + Kd}{D - K} \quad (13)$$

Onde os parâmetros estão relacionados com a Figura 66 para a correção de PF.

Sendo D a distância entre a fonte e o centro da região de conversão ( $D = 175 \text{ mm}$ ), f o diâmetro da fenda ( $f = 0,075 \text{ mm}$ ), K é a distância do centro da fenda ao centro da distribuição (25 mm) e d é o diâmetro da fonte radioativa ( $d = 5 \text{ mm}$ ), onde:

$$PF = 0,921 \text{ mm}$$

FWHM é dado por:

$$\text{FWHM} = 2,355 \cdot W$$

Então, estabelece-se  $\text{FWHM} = 1,147 \text{ mm}$ .

Com estes resultados em mãos, calcula-se a resolução em posição intrínseca do detector dado pela expressão 12. Obtém-se a resolução do detector  $\text{RES} = 0,683 \text{ mm}$ .

### 3.3.2. Determinação da Largura do Feixe Colimado pelo Bloco de Colimação

Com os parâmetros determinados na caracterização do detector estabelecidos, pode-se então definir a largura do feixe que atravessa o bloco de colimação que chega ao detector. Para a realização deste experimento, foi necessário posicionar o detector na vertical, de modo que a largura do feixe pudesse ser medida. A Figura 68 mostra o esquema montado para a realização dos testes.

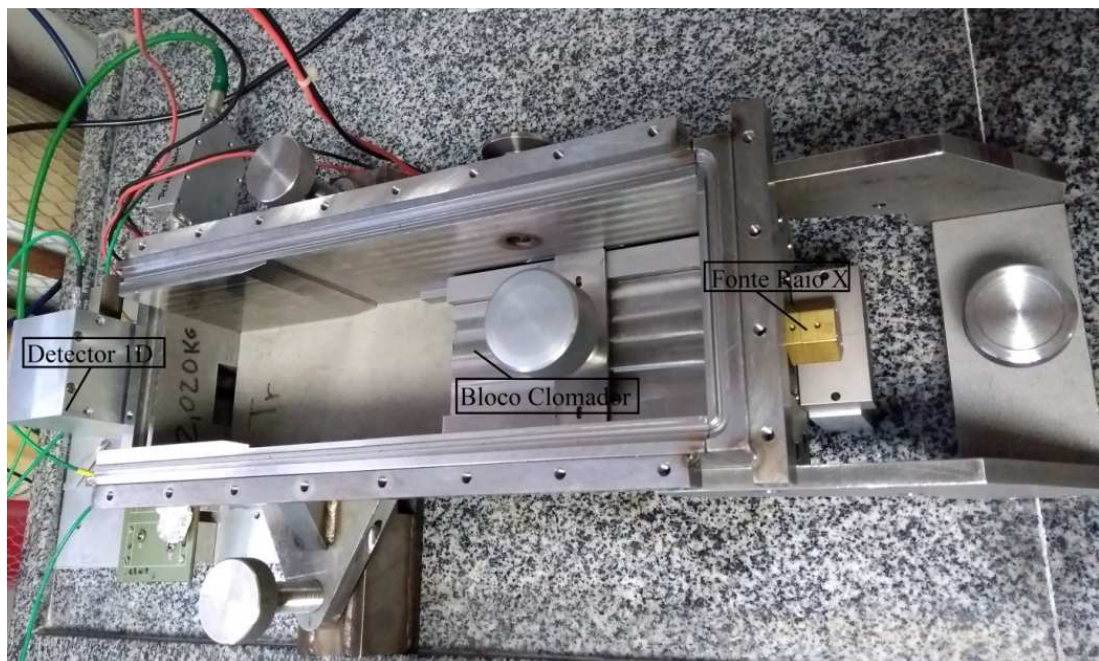


Figura 66 – Esquema de Teste com a Câmara de Bloco Mostrando a Fonte  $^{55}\text{Fe}$ , Bloco Colimador e o Detector.

Todo o sistema foi alinhado, centralizado e nivelado para garantir que a radiação ilumine a janela do detector perpendicularmente.

Feito isso, a abertura da fenda do bloco colimador foi ajustada para 1 mm e iniciado o sistema de aquisição de dados, onde a Figura 69 mostra o espectro para esta configuração com um tempo de coleta de 40 h. Devido ao enfraquecimento da fonte e a restrição imposta pela abertura, a taxa de eventos foi de aproximadamente 0,5 por segundo, ou seja, 1 evento ocorrido a cada 2 segundos. Com uma taxa de contagem baixa e tempo de coleta considerado alto, houve a necessidade do controle das condições de operacionalidade do laboratório e adequações como: estabilização da temperatura, sinalizações no ambiente para evitar o manuseio de equipamentos que pudessem causar interferência na aquisição e instalação de nobreak para estabilizar flutuações na rede ou até mesmo falta de energia, garantido então a continuidade e confiabilidade do experimento. As condições de montagem do sistema de aquisição exigiram uma boa estabilização do conjunto devido ao aterramento dos componentes e cabos de conexão. Um aterramento deficitário provoca severa alteração no padrão dos dados coletados, mascarando os resultados obtidos.

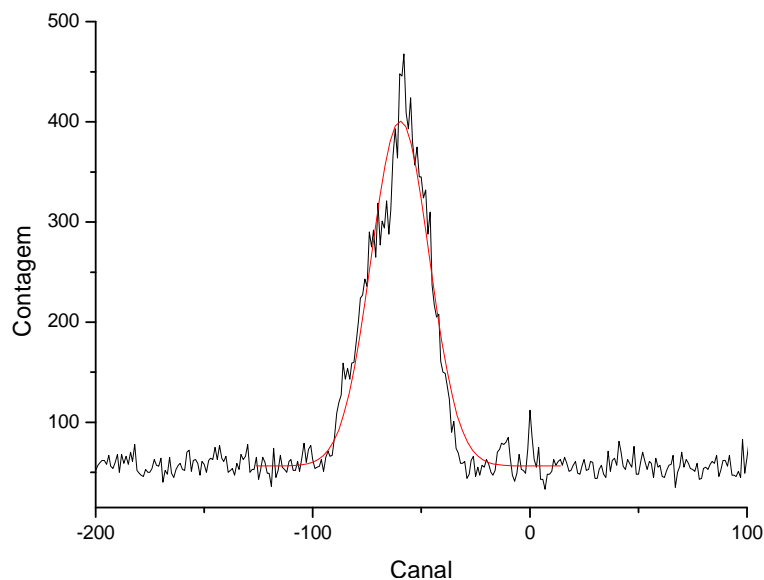


Figura 67 – Espectro para uma Fenda de 1 mm de Abertura para o Sistema de Bloco de Colimação.

Fazendo a análise gráfica do espectro da Figura 69, observam-se picos secundários emergindo do lado esquerdo do gráfico juntamente com o pico principal, chegando a uma contagem de aproximadamente 150 e 300 respectivamente. Estes picos secundários são originados devido ao efeito de sombra (que é indesejável neste tipo de experimento). Isto ocorre, pois o diâmetro da fonte é consideravelmente grande (diâmetro da fonte radioativa  $d = 5$  mm). Na ocasião da utilização de tubos de raios X convencionais espera-se que este fenômeno deva desaparecer, pois o comprimento do foco é muito menor que o diâmetro da fonte como mencionado anteriormente.

O objetivo agora é encontrar a largura a meia altura do feixe divergente (PF) que indica a largura do feixe que atinge a janela ativa do detector. Fazendo a correção por  $b$  (dividindo o valor encontrado por  $b$ ) obtém-se o valor da largura a meia altura  $W = 1,369$  mm. Como já se sabe a resolução intrínseca do detector e que  $\text{FWHM} = 3,225$  mm, então, pela expressão 13:

$$\text{PF} = 3,09 \text{ mm}$$

Comparando com a análise teórica dos parâmetros geométricos estabelecidos no software de CAD para esta configuração do sistema, a largura a meia altura do feixe divergente foi de 3,17 mm como mostra a Figura 70.

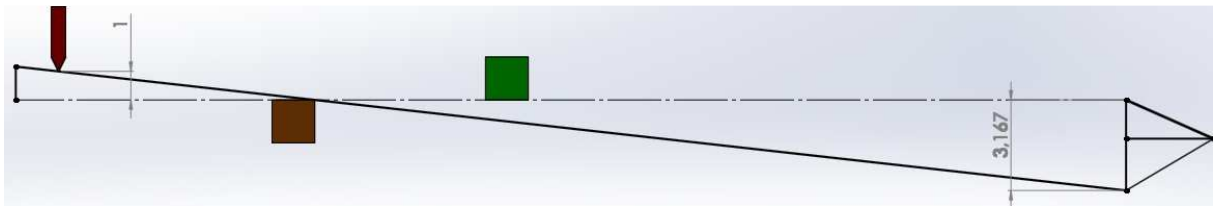


Figura 68 – Análise Geométrica da Largura do Feixe na Condição de Teste Teórico para Fenda de 1 mm. Escala Vertical Ampliada em 10 Vezes. (O autor)

Avaliando os resultados do modelo teórico com o modelo experimental, observa-se que os valores encontrados são compatíveis, apresentando uma discrepância de cerca de 2,5% que por sua vez pode estar associada a exatidão da abertura da fenda.

Para uma abertura máxima de 5 mm o espectro resultante é mostrado na Figura 71 para um tempo de aquisição de 12 h.

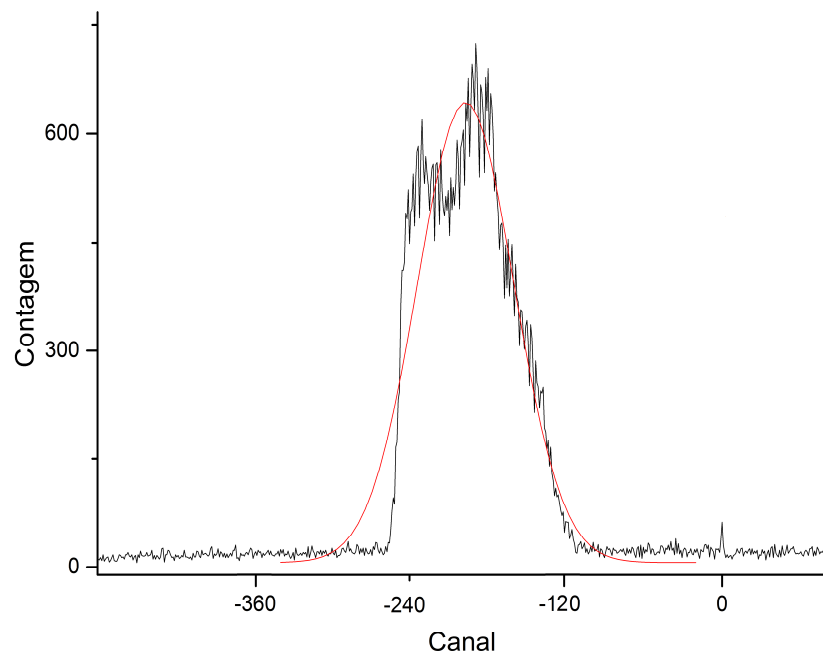


Figura 69 – Espectro de uma Abertura máxima de 5 mm para o Sistema de Bloco de Colimação.

Fazendo a análise gráfica do espectro da Figura 71 nota-se a formação de dois picos distintos. Esta anomalia ocorre devido ao grande diâmetro da fonte. Comparando o espectro em análise com o anterior, observa-se que os picos secundários para uma fenda de 1 mm são menos proeminentes do que para uma fenda com 5 mm de abertura. Inferindo que, quanto menor for a abertura da fenda menor é o efeito de sombra registrado. Isso indica que para fendas micrométricas este efeito indesejável desapareça.

Para encontrar o valor PF, faz-se a correção por  $b$  para obter o valor da largura a meia altura  $W = 4,139$  mm. Com a resolução intrínseca do detector calculada e calculando  $FWHM = 9,747$  mm, então, pela expressão 13:

$$PF = 9,75 \text{ mm}$$

Pela análise dos parâmetros geométricos estabelecidos no software CAD para esta configuração do sistema, a largura a meia altura do feixe divergente foi de 10,62 mm como mostra a Figura 72. Devido ao tamanho da abertura ser muito grande, o feixe incide sobre o fundo da câmara, limitando sua largura.

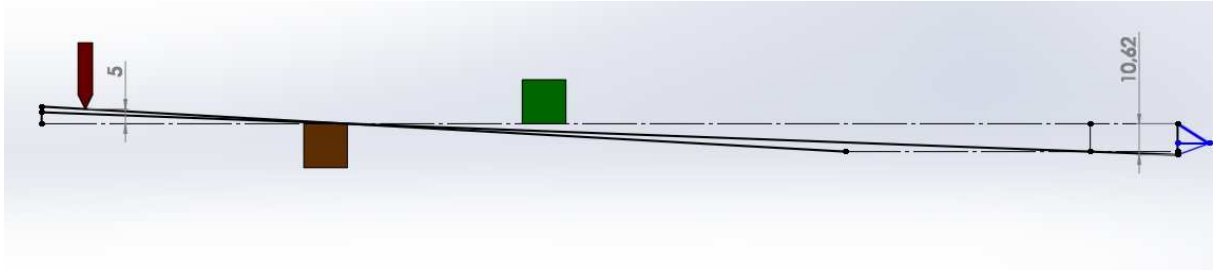


Figura 70 – Análise Geométrica da Largura do Feixe na Condição de Teste Teórico com uma Abertura de 5 mm (máxima do sistema). Escala Vertical Ampliada em 2 Vezes. (O autor)

Avaliando os resultados do modelo teórico com o experimental, observa-se que os valores encontrados são relativamente próximos como se esperava, apresentando uma discrepância de cerca de 8,9% que por sua vez também pode estar associada a exatidão da abertura da fenda.

Correlacionando os dois resultados encontrados, observa-se um aumento na discrepância quanto maior for a abertura da fenda. Esta análise nos revela que, quanto menor a abertura da fenda, menor é a discrepância entre os resultados teóricos e experimentais, diminuindo o erro e aumentando a exatidão do experimento. Espera-se que para testes com tubos de raios X convencionais e fendas da ordem de dezenas de microns obtenham-se menores discrepâncias e feixes mais estreitos e precisos, pois quanto menor a discrepância maior exatidão dos resultados.

## CONCLUSÕES

O estudo bibliográfico mostrou que este projeto se adapta ao desenvolvimento de uma óptica de colimação linear de raios X para o sistema de SAXS, visto que as características do difratômetro base, como: dimensões compactas e tipo de tubo favorecem a escolha deste tipo de colimação.

O sistema de bloco de colimação escolhido neste projeto atende as condições dimensionais. Este bloco de colimação possui menores dimensões quando comparados a outros possíveis e permitiu a diminuição do sistema com um aumento da resolução.

A fabricação dos componentes realizada no LNA e no LITMec apresentaram excelente montagem e nível de acabamento elevado, com encaixes adequados, sem apresentar nenhum tipo de interferência.

Testes realizados no sistema de bloco de colimação fazendo o uso de um detector com localização unidimensional iluminado por uma fonte de  $^{55}\text{Fe}$  com fótons de energia de 5,9 KeV, e com variação da fenda de 5 mm e 1 mm, apresentaram erro de 8,9% e 2,5% respectivamente, em comparação com as análises teóricas realizadas em software 3D. A diminuição do erro conforme se diminui a fenda é absolutamente favorável, visto que a resolução do equipamento é inversamente proporcional a diminuição da abertura da fenda. Em medidas de SAXS, são utilizadas fendas muito menores do que as que foram configuradas para este teste, e estes resultados apontam que nestas condições serão obtidas variações ainda menores comparado com o modelo teórico.



## **SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS**

Para trabalhos futuros sugere-se:

1. Levantamento da curva de dispersão de amostras padrão para teste comprobatório de funcionamento da câmara.
2. Utilização do goniômetro para rotação de amostras.
3. Utilização do goniômetro para varredura de ângulos maiores, transformando o equipamento em WAXS.

**REFERÊNCIAS**

1. Schnablegger, H.; Singh, Y. *The SAXS Guide. Getting acquainted with the principles.* 3<sup>o</sup> edition, p. 9-49, 2013.
2. CULLITY, B. D., *Elements of X-Ray Diffraction.* Addison-Wesley Publishing Company Inc., 2<sup>a</sup> Edição, p. 81-143, 1978.
3. A. Guinier; G. Fournet, *Small-Angle Scattering of X-rays,* Wiley, New York, p. 83-125, 1955.
4. Anderegg, J. W., Beeman, W. W., Shulman, S.; Kaesberg, P. J. *An Investigation of the Size, Shape and Hydration of Serum Albumin by Small-angle X-Ray Scattering.* *J. Amer. Chem. Soc.* 77, 2927, 1955.
5. O. Glatter; O. Kratky. *Small-Angle X-ray Scattering,* Academic, London, p. 54-102, 1982.
6. Todo, A., Hashimoto, T.; Kawai, H. *Small-angle X-ray scattering from block copolymers as an ideal model system for a pseudo two-phase solid texture.* *J. Appl. Cryst.* 11, 558, 1978.
7. Kratky, O.; Stabinger, H., *X-ray small angle camera with block-collimation system an instrument of colloid research.* *Colloid and Polymer Science,* Vol. 262:345-360, No. 5, 1984.
8. Kratky, O. *Neues Verfahren zur Herstellung von blendenstreuungsfreien Röntgen-Kleinwinkelaufnahmen.* *Z. Elektrochemic.* 58, 49, 1954.
9. Kratky, O.; Skala, Z. *Neues Verfahren zur Herstellung von blendenstreuungsfreien Röntgen-Kleinwinkelaufnahmen.* *Z. Elektrochemic.* 62, 73, 1958.
10. Kratky, O., Pilz, I.; Schmidt, P. J. *Absolute intensity measurement of small angle X-ray scattering by means of a standard sample.* *J. Colloid Interface Sci.* 21, 24, 1966.
11. Henke, J.; Schulze, G. E. R. *Eine verbesserte Rahmenkammer für Röntgen-Strahl-Kleinwinkelstreuung.* *Z. Naturforschg.* 12a, 346, 1957.
12. Henke, J. and Schulze, G. E. R. *Exp. Techn. Phys.* 5, 180, 1958.
13. Stabinger, H.; Kratky, O. *Erhöhung der Primärenergie bei Röntgenkleinwinkelmessungen durch Modifikation des Blockkollimationssystems.* *Makromol. Chem.* 180, 2995, 1979.

14. Bonse, U.; Hart, M. In *Small Angle X-Ray Scattering*. H. Brumberger, ed. 121 pp. Gordon & Breach, New York.
15. Deutsch, M. The Asymmetrically Cut Bonse-Hart X-ray Diffractometer. I. Design Principles and Performance. *J. Appl. Cryst.* 13, 252, 256, 1980.
16. Schnabel, E., Hasemann, R.; Rode, B. New Small-Angle X-Ray Camera with Two Glass Blocks. *J. Appl. Phys.* 43, 3237, 1972.
17. Kratky, O. Eine von parasitärer Streuung und Längsverschmierung freie Röntgen-Kleinwinkelkamera. *Mh. Chem.* 100, 376, 1788, 1969.
18. Kratky, O. Stabinger, H. Wrentschur, E. and Zipper, R. X-Ray Camera Free from Parasitic Scattering and Slit-Length Smearing for Measurements in Tail End Region of Small Angle. *Acta Phys. Austr.* 44, 173, 1976.
19. Hendricks R.W. Two Modifications of the Kratky Small-Angle X-ray Camera. *J. Appl. Cryst.* 3:348, 1970.
20. Padilha, A. F. e Ambrozio, F. F. *Técnicas de Análise Microestrutural*. São Paulo: Hermus, p 45-60, 1985.
21. Alexander Bergmann, Doris Orthaber, Günther Scherf and Otto Glatter. Improvement of SAXS measurements on Kratky slit systems by Göbel mirrors and imaging-plate detectors. *Journal of Applied Crystallography*, 2000.
22. A. F. Barbosa. Use of a multilayer printed circuit board as the position sensing electrode in an MWPC. *Nucl. Instrum. and Meth. in Physics Research A* 371, 368-374, 1996.
23. M. Cuendet e R. Meroz. *As Estampas: A Eletroerosão – Os Moldes*. São Paulo, Hermus 1997.
24. Parker Hannifin Ind. Com. Ltda. *Manual de O'Ring*. Catálogo 5700 BR, Maio, 1997.
25. GE Measurement. X-Ray Tube. [https://www.gemeasurement.com/sites/gemc.dev/files/x-ray\\_diffraction\\_tubes\\_brochure\\_english\\_0.pdf](https://www.gemeasurement.com/sites/gemc.dev/files/x-ray_diffraction_tubes_brochure_english_0.pdf)bgfxxxxczdfggggh\cv.wbbb
26. Zhen Wang, Xiaowei Chen, Lingpu Meng, Kunpeng Cui, Lihui Wu, and Liangbin Li. A small-angle x-ray scattering system with a vertical layout. *Review of Scientific Instruments*. 85, 125110, 2014.
27. Marinho, P. R. B. *Desenvolvimento de Detectores Sensíveis à Posição Multifilares e Multi-GEM para Obtenção de Imagens de Raios X*. Tese de Doutorado, CBPF, p. 102-140, 2006.

## APÊNDICE A - Desenhos Técnicos da Câmara

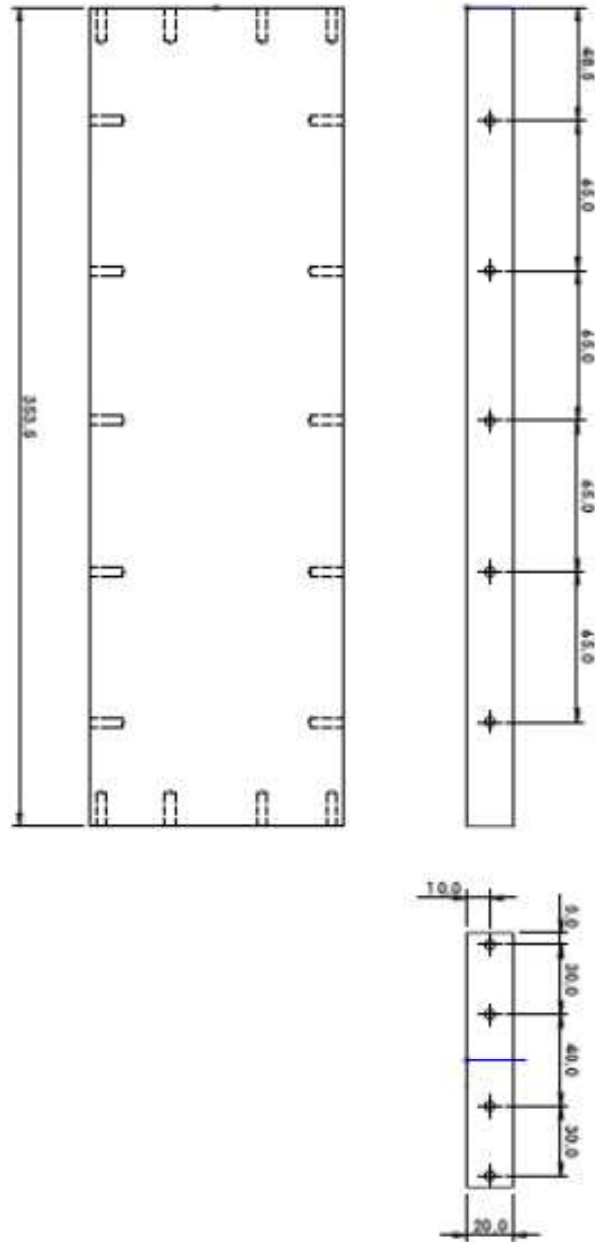


Figura 71 – Fundo da Câmara.



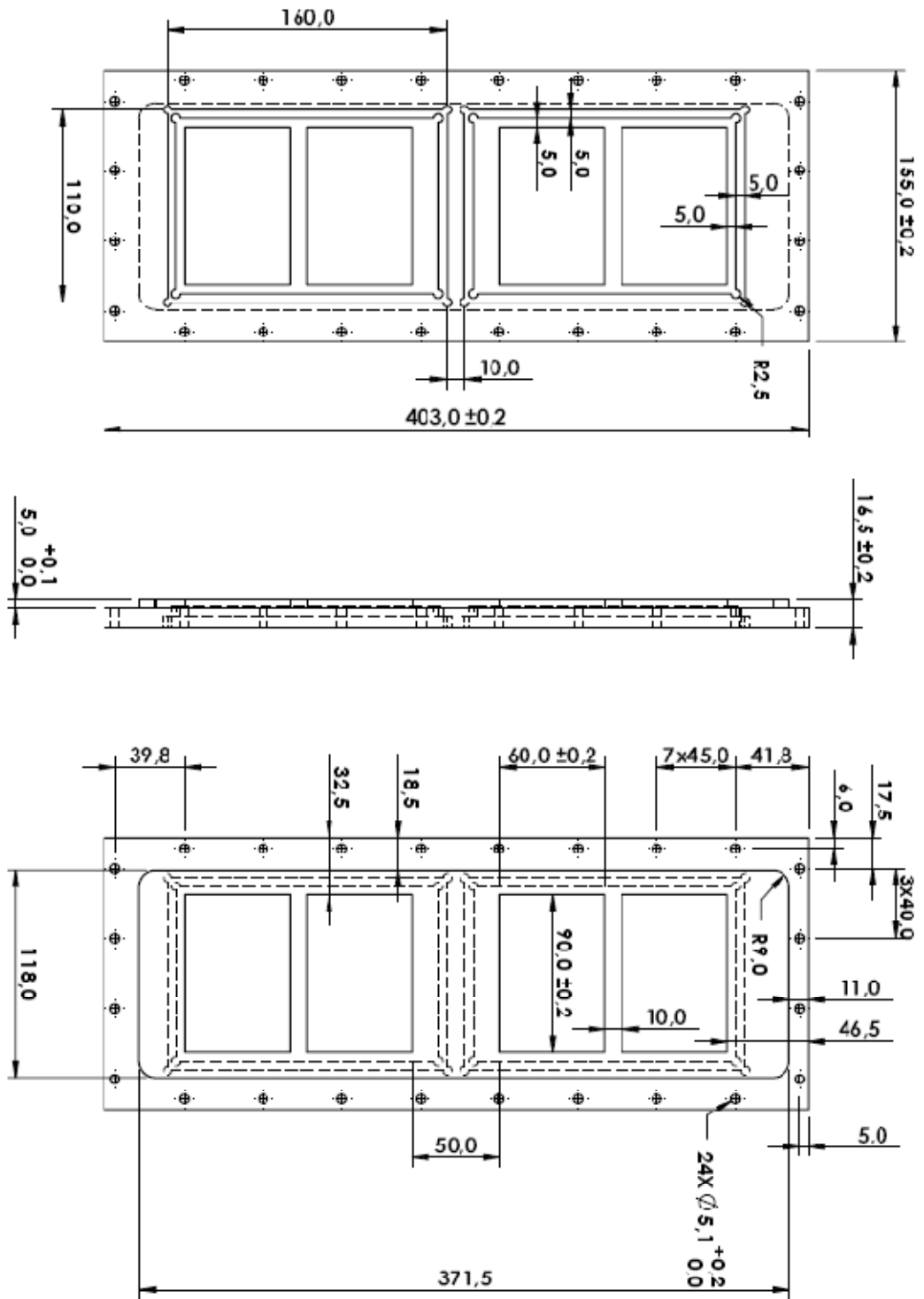


Figura 74 – Tampa da Câmara.

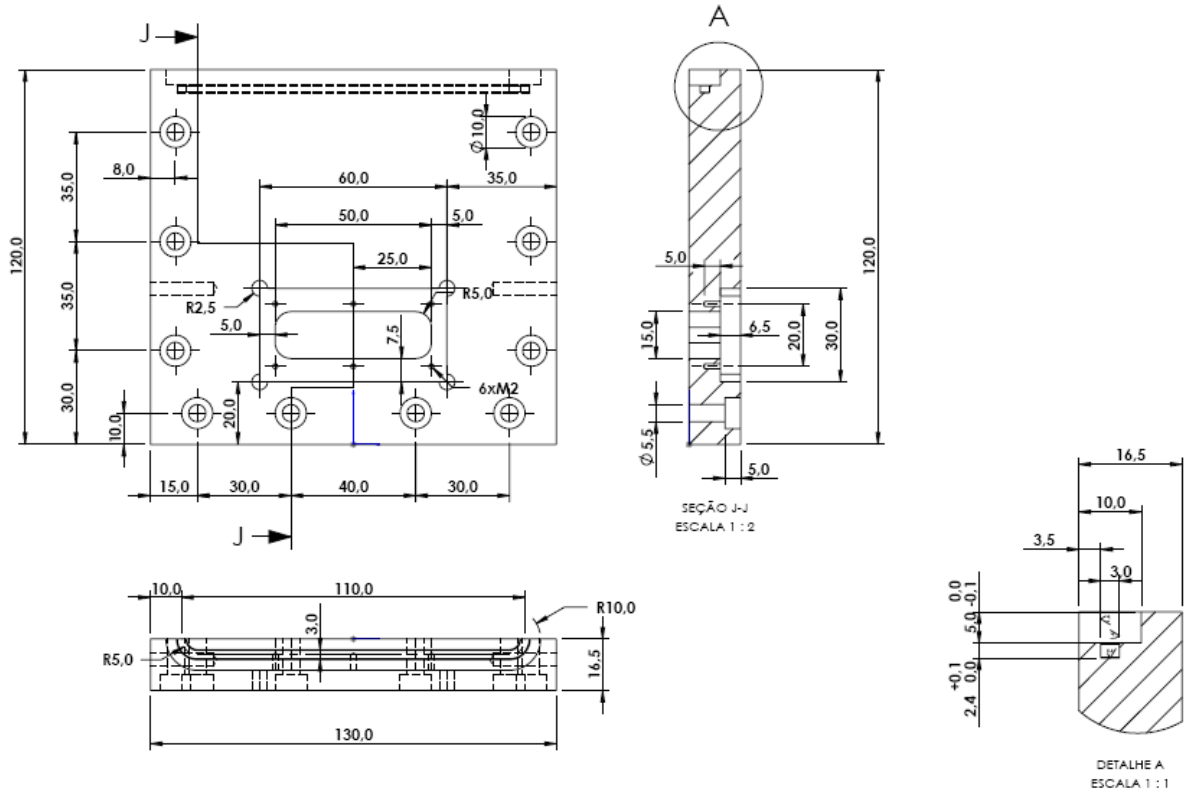


Figura 75 – Tampa Frontal.