

DESENVOLVIMENTO DE UM SISTEMA DE COLIMAÇÃO DE RAIOS X PARA UM EQUIPAMENTO DE SAXS*

Rauni Coelho da Costa¹
José Brant de Campos²
Paulo Renato Barbosa Marinho³
Herman Pessoa Lima Júnior⁴
Rodrigo Felix de Araujo Cardoso⁵

Resumo

A técnica de SAXS é um método analítico que possibilita a determinação de diversas propriedades em nanomateriais, onde o colimador é a parte mais importante da óptica deste tipo de equipamento, sendo sua fabricação um desafio. Software de CAD 3D e 2D foram utilizados no desenvolvimento e fabricação de um bloco de colimação e testes comparativos foram realizados com fontes de raios X. Os testes mostraram que a geometria do feixe colimado é condizente com os modelos geométricos previamente resolvidos.

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

DEVELOPMENT OF AN X-RAY COLLIMATION SYSTEM FOR SAXS

Abstract

SAXS technique is an analytical method that allows the determination of several properties in nanomaterials, and the collimator is the most important part of the optics this type of equipment, and its manufacturing is a challenge. 3D and 2D CAD software were used in the development and manufacture of a collimation block and comparative tests were performed using X-ray sources. Tests showed that the geometry of the collimated beam is consistent with the previously resolved geometric models.

Keywords: SAXS; X-ray optics; Collimation.

¹ Bacharel em Engenharia Mecânica, Mestre em Engenharia Mecânica, Doutorando em Engenharia Mecânica, Engenharia Mecânica, Universidade do Estado do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

² Bacharel em Engenharia Metalúrgica, Mestre em Engenharia Metalúrgica, Doutor em Engenharia Metalúrgica, Professor, Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade do Estado do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

³ Bacharel em Física, Mestre em Física, Doutor em Física, Tecnologista Sênior, Coordenação de Instalações Nucleares/Diretoria de Radioproteção e Segurança Nuclear, Comissão Nacional de Energia Nuclear, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

⁴ Bacharel em Engenharia Elétrica, Mestre em Engenharia Elétrica, Doutor em Engenharia Elétrica, Tecnologista Pleno, Coordenação de Matéria Condensada Física Aplicada e Nanociência, Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

⁵ Bacharel em Engenharia Mecânica, Mestre em Ciências dos Materiais, Doutor em Ciências dos Materiais, Tecnologista Pleno, Coordenação de Desenvolvimento Tecnológico, Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

1 INTRODUÇÃO

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, morfologia e etc. 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. A técnica de SAXS abrange uma vasta gama de aplicações e vem ganhando notoriedade entre os pesquisadores, tornando-se uma ferramenta essencial. 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 se obter êxito na criação de nanomateriais com as características e propriedades desejadas.

Duas formas principais se destacam em como os raios X interagem ao incidir sobre um objeto. Os raios X podem ser absorvidos e/ou espalhados de forma distinta ao atingir um objeto, dependendo do elemento em que este é constituído [2]. Sem estes fenômenos não seria possível analisar as características observáveis de cada material. Os espalhamentos provocados pela interação com a matéria estão correlacionados com a densidade de elétrons que esta possui.

Existem vários equipamentos que utilizam câmaras com fenda de colimação, onde o feixe primário utilizado é linear [3]. 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 instrumentação de colimação pontual [4]. 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.

Um sistema de colimação linear consiste basicamente em duas aberturas distanciadas uma da outra e alinhadas paralelamente entre si [5]. Já o sistema de bloco de colimação bloqueia parte do feixe e é conseguida por três elementos de construção [6]. Dois blocos B_1 e B_2 e a aresta E , onde se projetam perpendicularmente para fora do plano do papel, como apresentado na figura 1. É fundamental que o plano F_1 definido pelo bloco B_1 coincida exatamente com o plano F_2 do bloco B_2 [7].

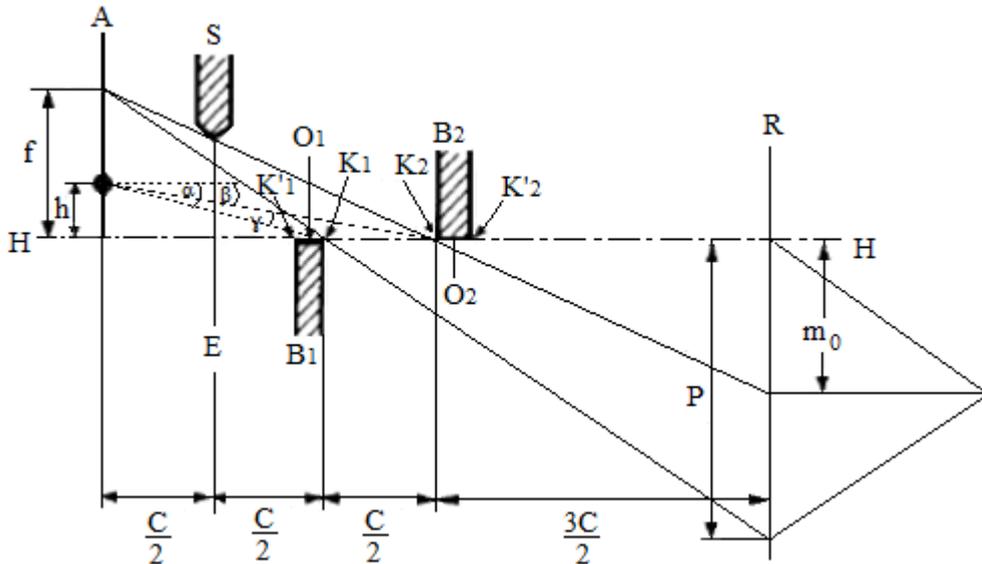


Figura 1. Seção do sistema de colimação em bloco mostrando o arranjo das partes [2].

2 DESENVOLVIMENTO

Na fabricação do sistema de bloco de colimação, foram utilizadas chapas grossas de aço inox 304 de 10 até 20 mm de espessura e barras circulares. Este material é bastante estável a ambientes diversos e apresenta facilidade na descontaminação devido ao manuseio do equipamento e amostras. 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.

2.1 Processos de Fabricação

Máquinas que dispõem de sistemas de controle por comando numérico computadorizado (CNC) integrado com sistemas de gerenciamento CAM (Manufatura Assistida por Computador) foram utilizadas na usinagem do bloco de colimação. Os processos de usinagem como furação, corte por eletroerosão a frio [8] e fresamento foram realizados no LNA (Laboratório Nacional de Astrofísica).

2.2 Bloco de Colimação

A figura 2 apresenta o bloco de colimação projetado utilizando-se software 3D e a peça real usinada. Este componente exige técnicas apuradas no acabamento de superfícies e precisões mecânicas altíssimas, tornando-a uma peça de difícil fabricação. Devido a sua funcionalidade, os acabamentos superficiais exigidos, e principalmente a sua tolerância de forma, devem ser da ordem do comprimento de onda dos 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.

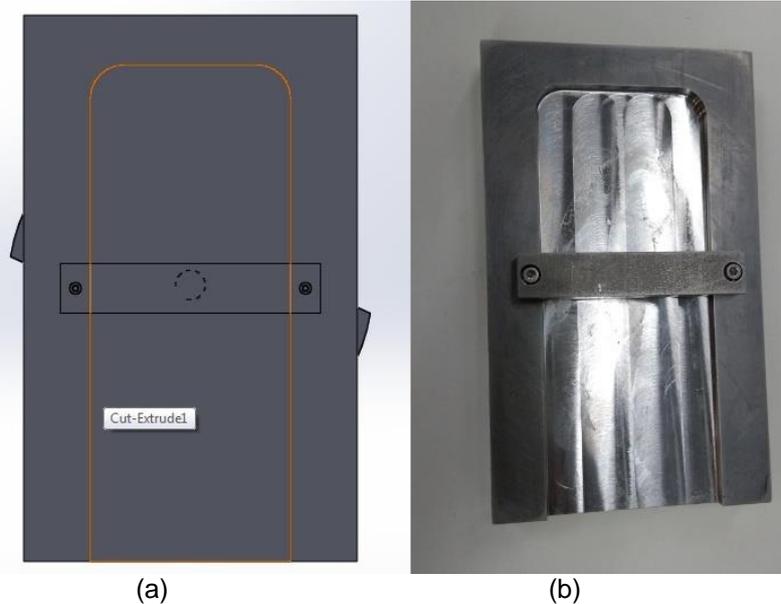


Figura 2. (a) Bloco de Colimação Projetado e (b) a Peça Real Usinada.

2.2.1 Bloco Médio

O bloco médio (ponte) mostrado na Figura 3 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. Esta peça é aparafusada no bloco de colimação conforme a posição estabelecida na figura 1 (B_1).



Figura 3. Bloco Médio ou Ponte.

2.3 Dimensionamento

O dimensionamento do bloco colimador tomou como base os parâmetros geométricos apresentados na figura 1.

2.4 Metodologia Experimental

Para a realização dos testes comprobatórios do sistema de colimação, foram utilizados um detector unidimensional sensível a posição e uma fonte de raios X de ^{55}Fe com linha de emissão de fótons com energia de 5,9 KeV atrelado a uma interface de um sistema de aquisição de dados. A caracterização do detector foi realizada para uma mistura gasosa Ar – C₂H₆ (75/25) operando a uma pressão de 2,5 atm acima da pressão atmosférica. O detector opera baseado na técnica da linha

de retardo para a determinação da posição de incidência dos fótons. Após o levantamento da curva de ganho, foi definida a faixa de operação do detector com uma tensão de operação $HV = 2300\text{ V}$ com Ganho = 10^5 . Foi levantada também a resposta em homogeneidade do detector à iluminação direta de sua janela, a linearidade (coeficiente da reta de conversão $b = 19,537$) e feito o cálculo da resolução em posição intrínseca do detector ($RES = 0,683\text{ mm}$) [9].

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 Determinação da Largura do Feixe Colimado

Com os parâmetros determinados na caracterização do detector estabelecidos, define-se a largura do feixe que atravessa o bloco de colimação até o detector [10]. Para a realização deste experimento, posiciona-se o detector na vertical, de modo que a largura do feixe possa ser medida. Todo o sistema foi alinhado, centralizado e nivelado para garantir que a radiação ilumine a janela do detector perpendicularmente. A Figura 4 mostra o esquema montado para a realização dos testes.

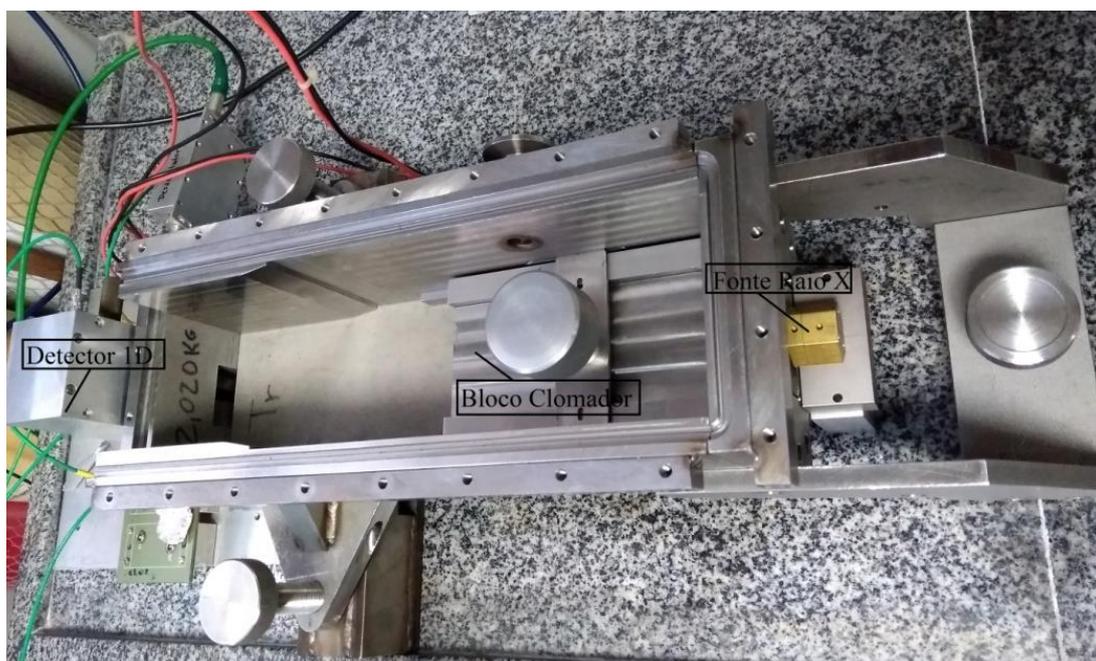


Figura 4. Esquema de Teste com a Câmara de Bloco Mostrando a Fonte ^{55}Fe , o Bloco Colimador e o Detector.

A abertura da fenda do bloco colimador foi ajustada para 1 mm e iniciado o sistema de aquisição de dados com tempo de coleta de 40 h

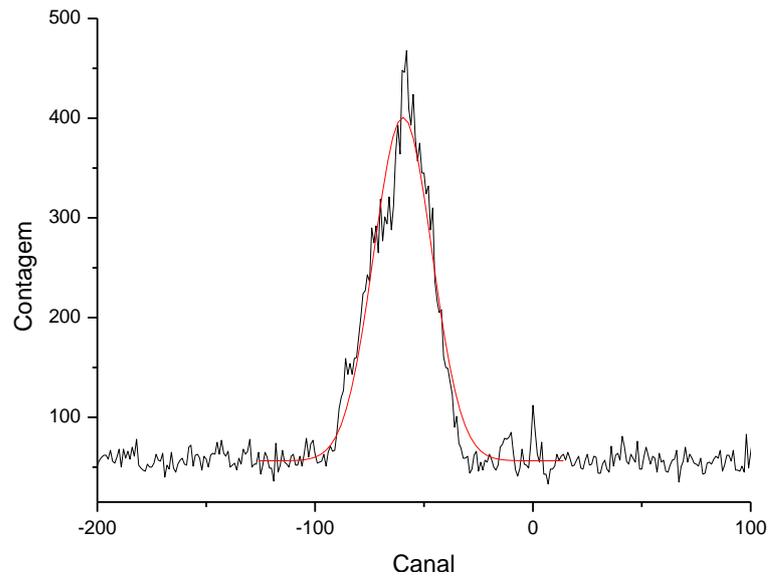


Figura 5. Espectro para Fenda de 1 mm de Abertura.

A figura 5 apresenta o espectro para a fenda de 1 mm de abertura. Fazendo a análise gráfica do espectro, 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 ^{55}Fe $d = 5$ mm).

A largura a meia altura do feixe divergente (**PF**) que indica a largura do feixe que atinge a janela ativa do detector pode ser encontrada fazendo a correção por **b** (dividindo o valor encontrado por **b**) obtendo $W = 1,369$ mm. Como a resolução intrínseca do detector é conhecida e que $FWHM = 3,225$ mm, então, pela equação 1 temos que $PF = 3,09$ mm

$$RES = \sqrt{FWHM^2 - PF^2} \quad (1)$$

Comparando com a análise teórica dos parâmetros geométricos estabelecidos no software de CAD para esta configuração do sistema, a largura do feixe foi de 3,17 mm como mostra a Figura 6.

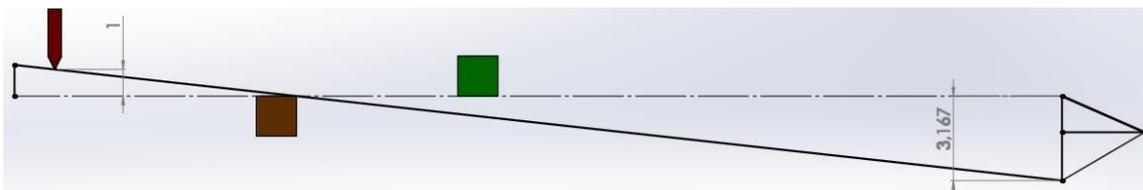


Figura 6. Análise Geométrica da Largura do Feixe na Condição de Teste Teórico para Fenda de 1 mm. Escala Vertical Ampliada em 10 Vezes.

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 precisão da abertura da fenda e das distâncias associadas ao sistema.

Para uma abertura máxima de 5 mm o espectro resultante é mostrado na Figura 7 para um tempo de aquisição de 12 h.

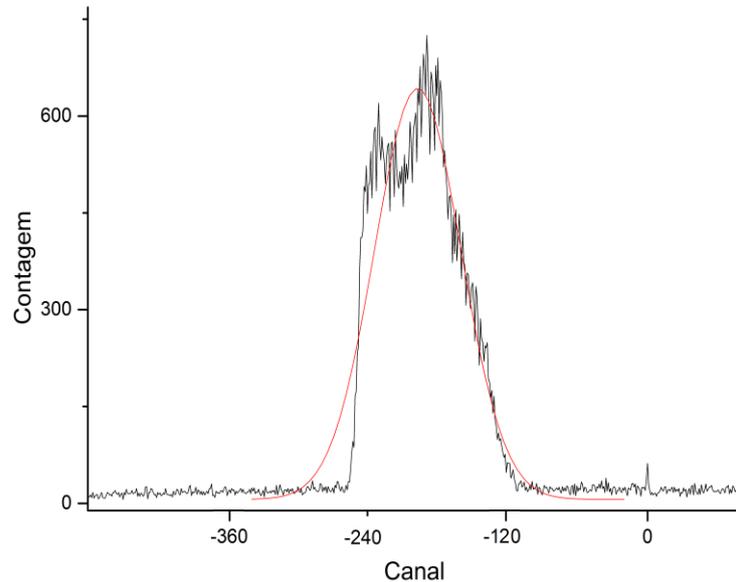


Figura 7. Espectro de uma Abertura de 5 mm para o Sistema de Bloco de Colimação.

Fazendo a análise gráfica do espectro da Figura 7 nota-se a formação de dois picos distintos. Esta anomalia ocorre devido ao diâmetro da fonte como constatado anteriormente. 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, que é o desejável, este efeito prejudicial tenda a desaparecer.

A largura a meia altura do feixe divergente (**PF**) pode ser encontrada fazendo a correção por **b** obtendo $W = 4,139$ mm e calculando $FWHM = 9,747$ mm, temos pela expressão 1 que $PF = 9,75$ mm.

Pela análise dos parâmetros geométricos estabelecidos no software de CAD para esta configuração do sistema, a largura do feixe foi de 10,62 mm como mostra a Figura 8. Devido ao tamanho da abertura ser muito grande, o feixe incide sobre o fundo da câmara, limitando sua largura.

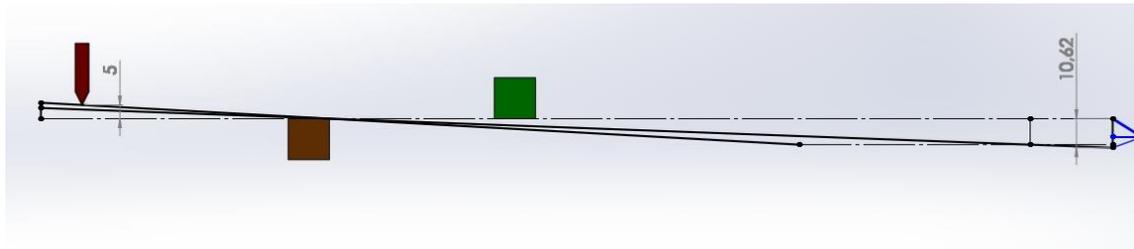


Figura 8. Análise Geométrica da Largura do Feixe na Condição de Teste Teórico com uma Abertura de 5 mm. Escala Vertical Ampliada em 2 Vezes.

4 CONCLUSÃO

Os testes realizados no sistema de bloco de colimação fazendo o uso de um detector com localização unidimensional iluminado por uma fonte de ^{55}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.

Agradecimentos

Os autores agradecem a CAPES e a FAPERJ pelo apoio financeiro.

REFERÊNCIAS

- 1 Schnablegger, H.; Singh, Y. The SAXS Guide. Getting acquainted with the principles. 3^o edition; 2013.
- 2 Cullity, B. D., Elements of X-Ray Diffraction. 2^a Edição. Massachusetts: Addison-Wesley Publishing Company Inc; 1978.
- 3 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; 33: 869-875
- 4 A. Guinier; G. Fournet, Small-Angle Scattering of X-rays, Wiley, New York, 1955.
- 5 O. Glatter; O. Kratky. Small-Angle X-ray Scattering, Academic, London, 1982.
- 6 Hendricks R.W. Two Modifications of the Kratky Small-Angle X-ray Camera, J. Appl. Cryst. 1970; 3: 348.
- 7 Kratky, O.; Stabinger, H., X-ray small angle camera with block-collimation system an instrument of colloid research. Colloid and Polymer Science. 1984; 262: 345-360.
- 8 M. Cuendent e R. Meroz. As Estampas: A Eletroerosão – Os Moldes. São Paulo, Hermus 1997.
- 9 Costa, R. C. Estudo e Desenvolvimento de um Sistema de Colimação de Raios X para um Equipamento de SAXS. Dissertação de Mestrado. UERJ; 2018: 75-95.
- 10 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; 2006: 102-140.