

## 5

### Discussão de resultados

Como esse trabalho se propôs a desenvolver um sistema de monocromatização sintonizável, o resultado esperado é que se consiga obter de fato um feixe de raios-X monocromático a partir de um feixe branco. A série de espectros que será mostrada nesse capítulo resume os resultados obtidos para a monocromatização de tal feixe. Para estudar esses resultados mais detalhadamente, separou-se o experimento em duas etapas. A primeira etapa diz respeito à difração e, portanto, monocromatização do feixe no primeiro cristal. A segunda etapa diz respeito à segunda difração que ocorre no segundo cristal após a primeira. Essa abordagem separada foi escolhida a fim de expor mais claramente o próprio procedimento experimental, pois primeiro procurou-se dominar a difração em apenas um cristal utilizando uma montagem com a posição do detector variável, somente a título de caracterização do feixe. Em seguida, com a primeira difração dominada, partiu-se para a difração com ambos os cristais e com a montagem experimental fixa, que é a proposta deste trabalho.

#### 5.1.

##### Primeira difração

Pode-se dizer que no primeiro cristal os resultados foram satisfatórios. As difrações responderam perfeitamente à lei de Bragg. Obviamente, como não se tinha muita precisão acerca do ângulo do detector em relação ao cristal - precisão estimada de pelo menos  $\pm 1^\circ$  devido a erros na confecção do suporte do detector, mais erros que podem ser atribuídos à acuidade visual pelo fato das escalas estarem muito próximas, a energia esperada correspondia a uma faixa estreita. E todos os valores se mostraram

bem caracterizados dentro de cada faixa. Para facilitar a análise dos resultados, gerou-se a Tabela 1 com as energias para cada ângulo de incidência segundo a lei de Bragg para  $n=1$ . Os outros valores de energia deverão, portanto, ser múltiplos inteiros de cada valor de energia descrita na tabela, já que  $n=1,2,3...$

Ângulo(°)	Energia(keV)
3	37,8
4	28,3
5	22,7
6	18,9
7	16,2
8	14,2
9	12,6
10	11,4
11	10,4
12	9,5
13	8,8
14	8,2
15	7,6
16	7,2
17	6,8
18	6,4
19	6,1
20	5,8

Tabela 1 - Tabela de energias para cada ângulo de incidência segundo a Lei de Bragg.

Assim sendo, ajustou-se o feixe de raios-X e a eletrônica do detector com os seguintes parâmetros:

- Energia: 40 kV.
- Corrente: 1,1 mA.
- Tempo de irradiação: 10 min.

- Detector: XR-100TR CdTe com colimador de 0,6 mm de diâmetro.
- Ganho do detector: 1,7.

Com esses parâmetros realizaram-se duas medições, uma com o cristal e outra sem o cristal, para 4 ângulos de incidência diferentes: 5°, 10°, 12° e 15°. As primeiras medidas foram realizadas dispondo o cristal em um porta-amostras para que obtivéssemos um espectro que fosse mais livre de picos de fluorescências dos elementos do aço inoxidável, material de que é composto o suporte para o cristal da Newport. Em seguida, tornou-se a posicionar o cristal em seu suporte definitivo e realizou-se a irradiação com os mesmo parâmetros, a fim de observar também a influência do suporte nas medidas. Os espectros serão mostrados a seguir.

Começamos com o espectro obtido para o ângulo de 5° e que se apresenta na Figura 1. Da Tabela 1, pode-se perceber que para este ângulo a difração deveria ocorrer sob a energia de 22,7 keV. Contudo, devido à imprecisão comentada no parágrafo anterior, pode-se esperar que, para um ângulo de  $5^{\circ} \pm 1^{\circ}$ , obtenha-se um pico com energia dentro de uma faixa que vai de 18,9 a 28,3 keV. No espectro da Figura 1 pode-se ver claramente um pico bem definido na energia de 28,5 keV. Esse pico está muito próximo dos 28,3 keV, limite da faixa de energia dentro da precisão estimada. Ainda sobre o mesmo espectro, outro pico aparece na região em torno de 5,4 keV. Esse pico pode ser explicado se percebermos que um ângulo tão rasante quanto o de 5° é de difícil execução experimental e, por isso, o feixe pode vir a incidir na lateral do cristal formando outros ângulos que gerarão outras difrações. Para essa montagem a 5°, com a blenda, pode-se ver que o feixe ao incidir no cristal forma um desenho que se assemelha a uma listra horizontal - parte de uma elipse muito excêntrica, pois se a incidência fosse a 90° deveríamos ter um círculo. Essa tese do efeito da parede lateral é reforçada pelo fato de que tal pico some quando se muda o ângulo, impedindo o feixe de incidir na lateral do cristal.

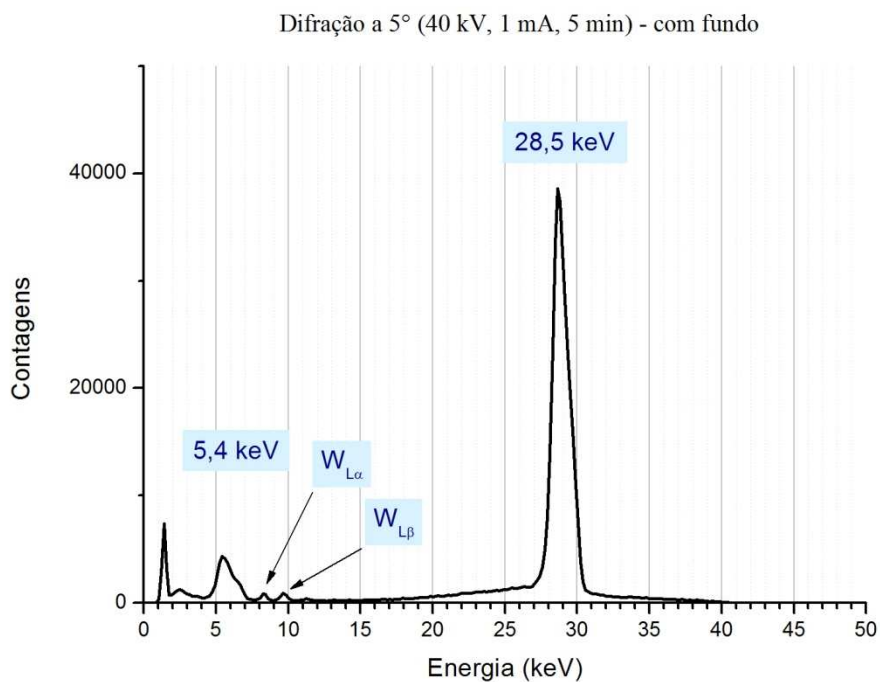


Figura 1 - Espectro total de difração de um feixe de raios-X incidindo a 5° no cristal de sílcio (111) posto no porta-amostra livre.

A Figura 2 mostra o espectro da incidência a 5° com cristal e sem cristal e a figura Figura 3 mostra a remoção do fundo que foi obtida fazendo a subtração desses espectros. Pode-se observar, nesta figura, que os picos relativos ao tungstênio do tubo desaparecem após a subtração do fundo.

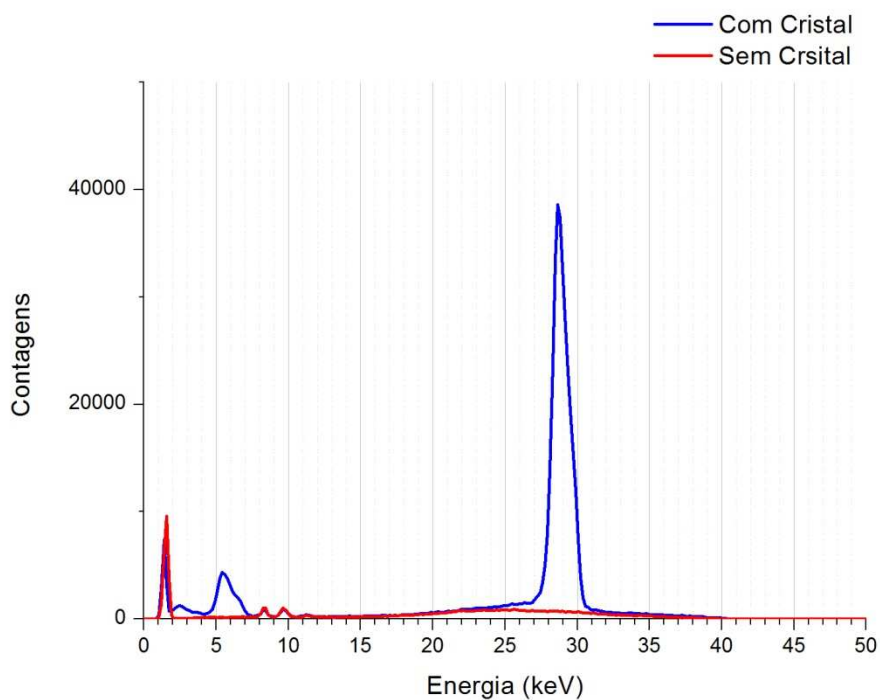


Figura 2 - Espectro de difração de um feixe de raios-X incidindo a 5° num cristal de silício (111) e espectro da radiação de fundo para a mesma montagem experimental obtido apenas retirando-se o cristal do porta-amostra.

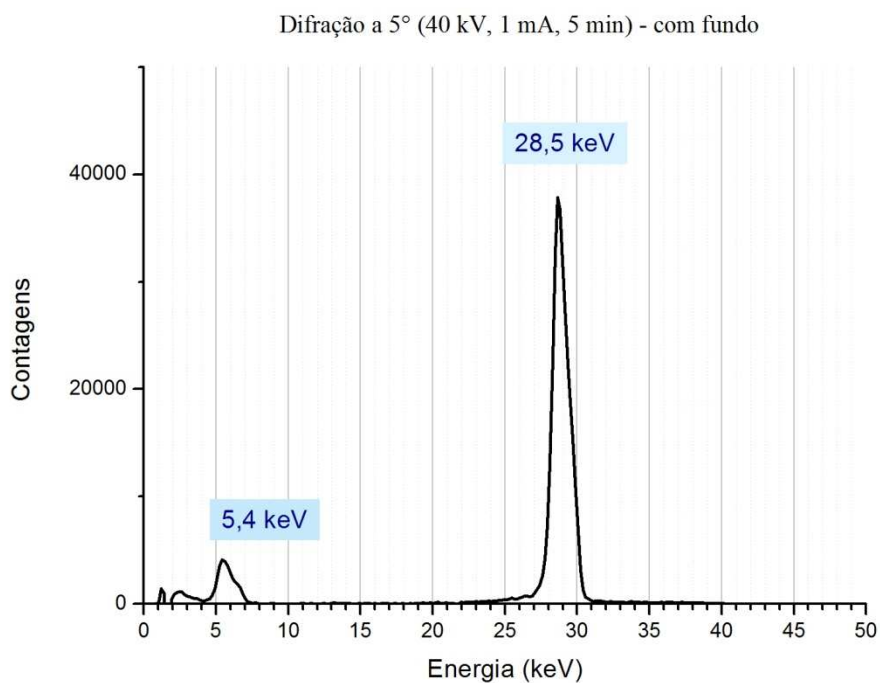


Figura 3 - Espectro de difração de um feixe de raios-X incidindo a 5° num cristal de silício (111) após a subtração do fundo.

O segundo grupo de medidas foi feito para um ângulo de incidência de  $10^\circ$ . O espectro obtido é o que se apresenta na Figura 4. Agora, para  $10^\circ$ , a faixa de energia esperada da difração varia de 10,4 a 12,6 keV e, para os exatos  $10^\circ$ , a energia esperada é de 11,4 keV. O que se observa na Figura 4 é um pico em 12,1 keV, perfeitamente dentro da faixa esperada. Além disso, podem-se ver também os múltiplos inteiros dessa energia. Se para  $n=1$  tem-se que  $E=12,1$  keV, então para  $n=2$ , espera-se  $E=24,2$  keV e para  $n=3$ , espera-se  $E=36,3$  keV. As demais energias não são possíveis de serem vistas porque ajustamos o tubo de raios-X para 40 kV; contudo, se aumentarmos a energia poderíamos ver os outros múltiplos. Para o espectro de  $5^\circ$  não foi possível ver esse efeito justamente porque, para  $n=2$  a energia do feixe difratado seria de 57 keV.

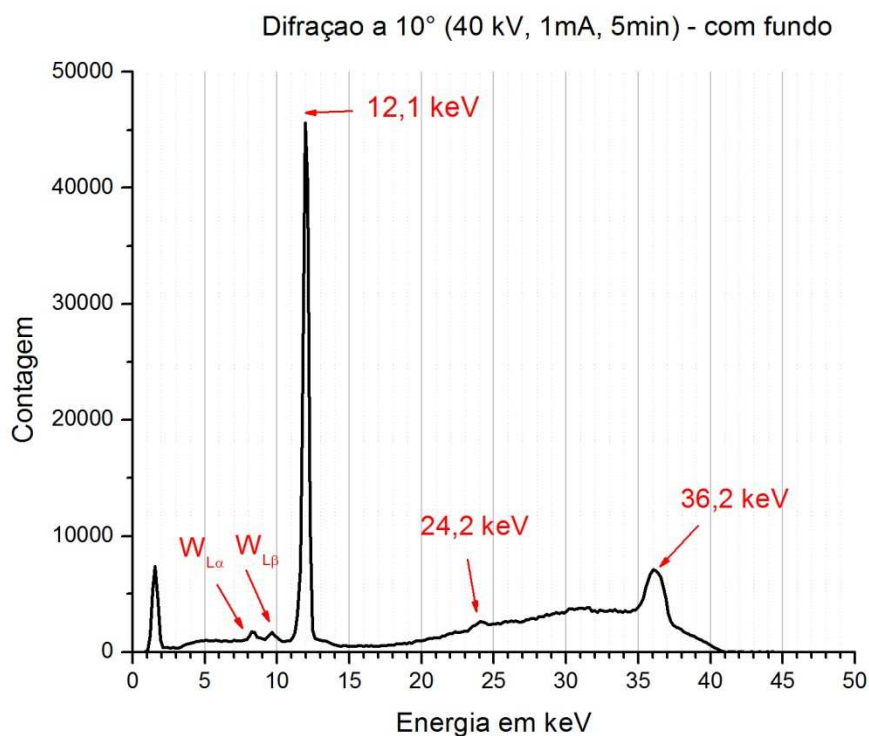


Figura 4 - Espectro total de difração de um feixe de raios-X incidindo a  $10^\circ$  no cristal de silício (111) posto no porta-amostra livre.

A Figura 5 mostra o espectro da incidência a  $10^\circ$  com cristal e sem cristal e a figura Figura 6 mostra a remoção do fundo que foi obtida fazendo a subtração desses espectros. Mais uma vez, observa-se o desaparecimento dos picos de W no espectro sem fundo.

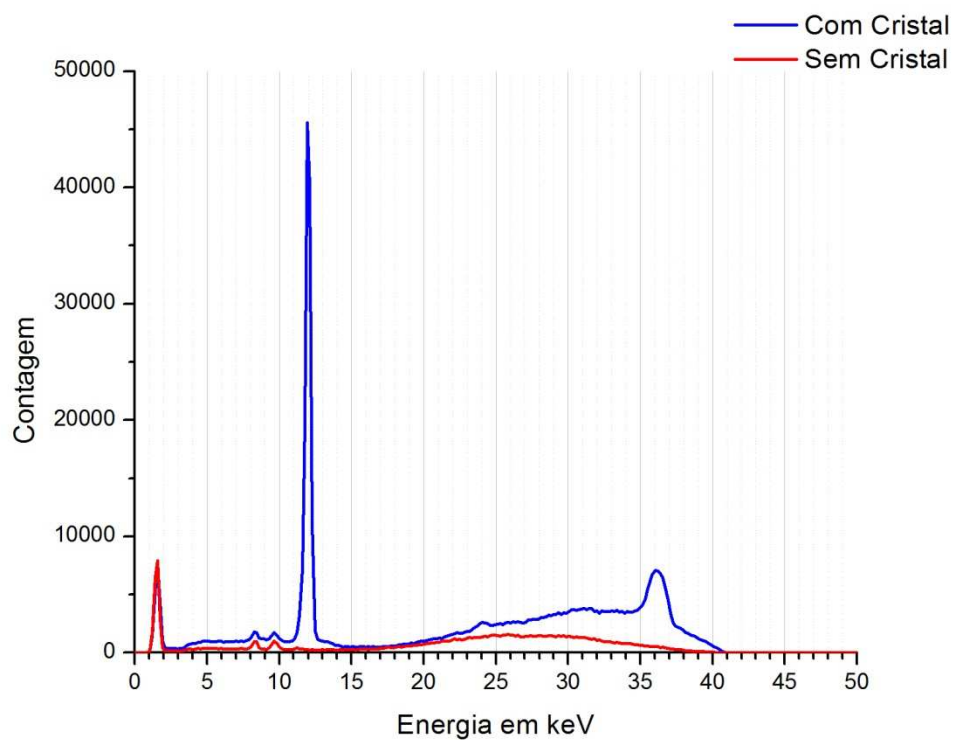


Figura 5 - Espectro de difração de um feixe de raios-X incidindo a 10° num cristal de silício (111) e espectro da radiação de fundo para a mesma montagem experimental obtido apenas retirando-se o cristal do porta-amostras.

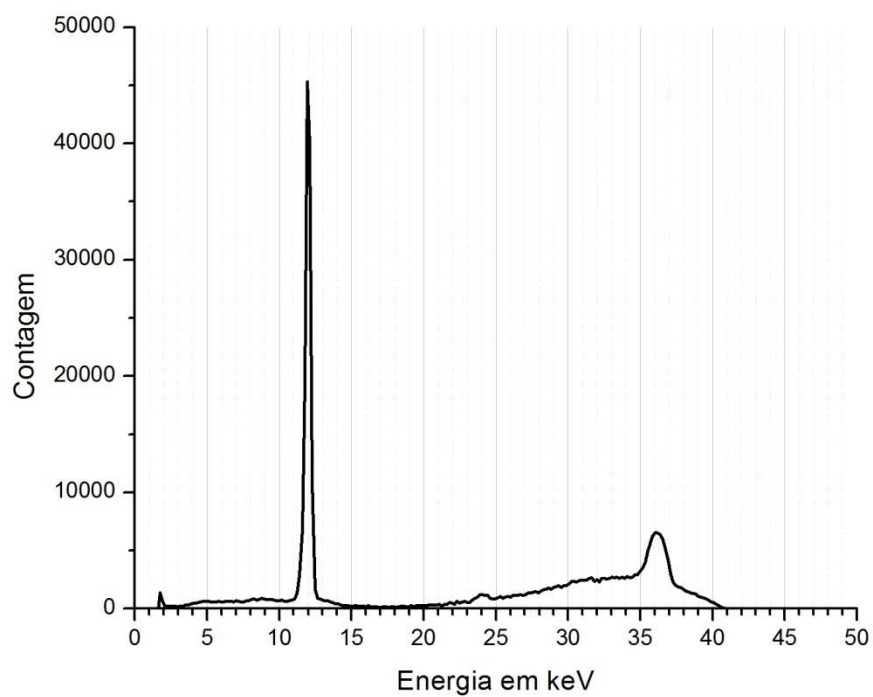


Figura 6 - Espectro de difração de um feixe de raios-X incidindo a 10° num cristal de silício (111) após a subtração do fundo.

O terceiro grupo de medidas foi feito para um ângulo de incidência de  $12^\circ$ . O espectro obtido é o que se apresenta na Figura 7. Agora, para  $12^\circ$  a faixa de energia esperada da difração varia de 8,8 a 10,4 keV e para os exatos  $12^\circ$  a energia esperada é de 9,5 keV. Observando o espectro da Figura 7 podemos perceber um pico bem pronunciado na energia de 10,2 keV, dentro da faixa de incerteza. Os seus múltiplos também aparecem no espectro; apesar do pico de 20,4 keV ser bem pequeno, o de 30,6 keV está bem representado.

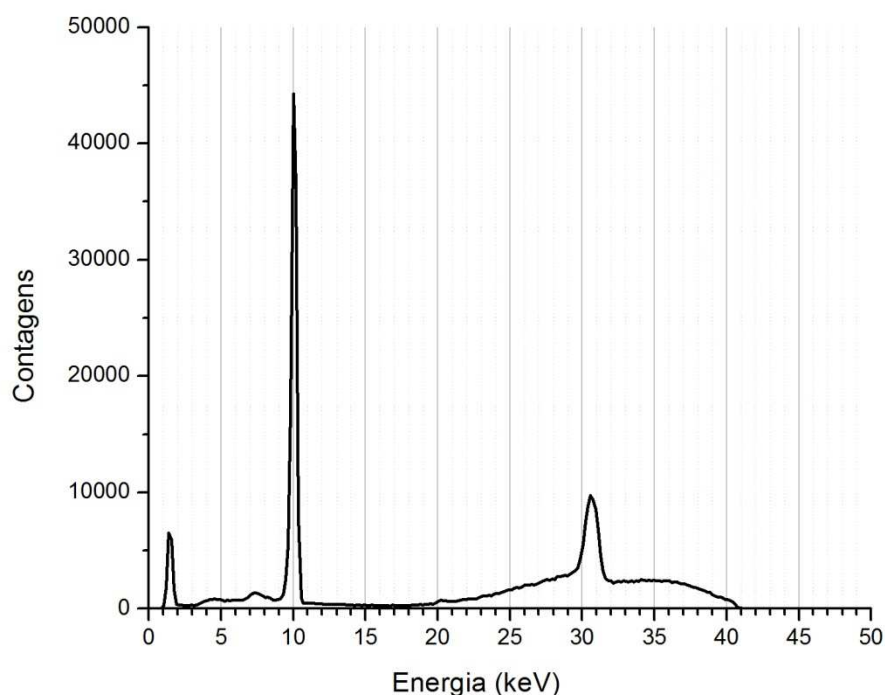


Figura 7 - Espectro total de difração de um feixe de raios-X incidindo a  $12^\circ$  no cristal de silício (111) posto no porta-amostra livre.

A Figura 8 mostra o espectro da incidência a  $12^\circ$  com cristal e sem cristal e a Figura 9 mostra a remoção do fundo que foi obtida fazendo a subtração desses espectros.



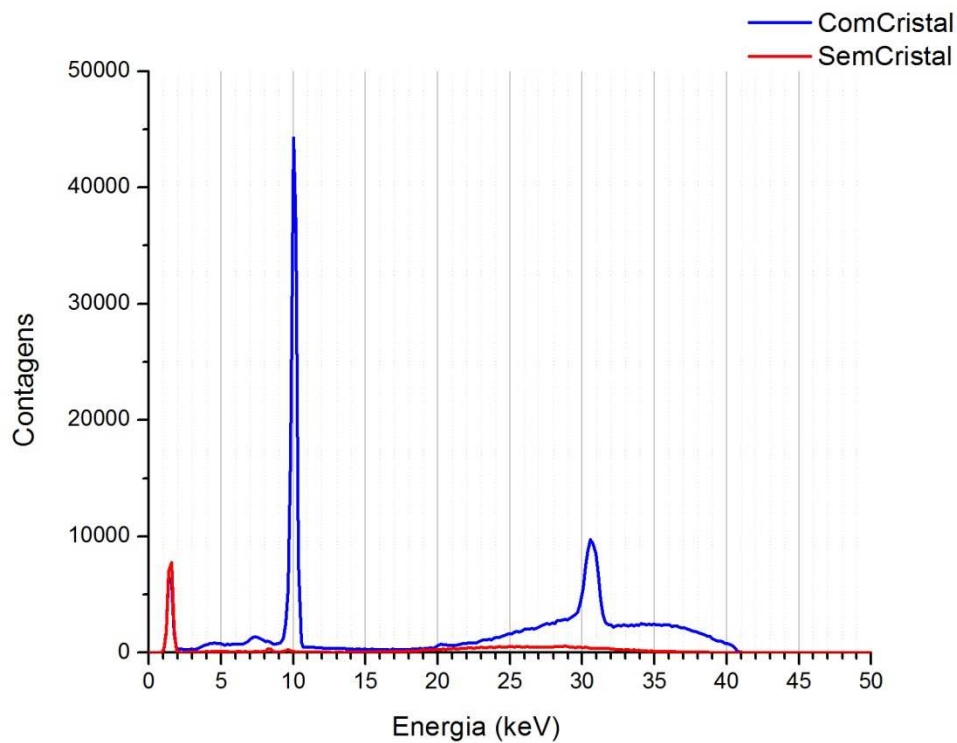


Figura 8 - Espectro de difração de um feixe de raios-X incidindo a 12° num cristal de silício (111) e espectro da radiação de fundo para a mesma montagem experimental obtido apenas retirando-se o cristal do porta-amostras.

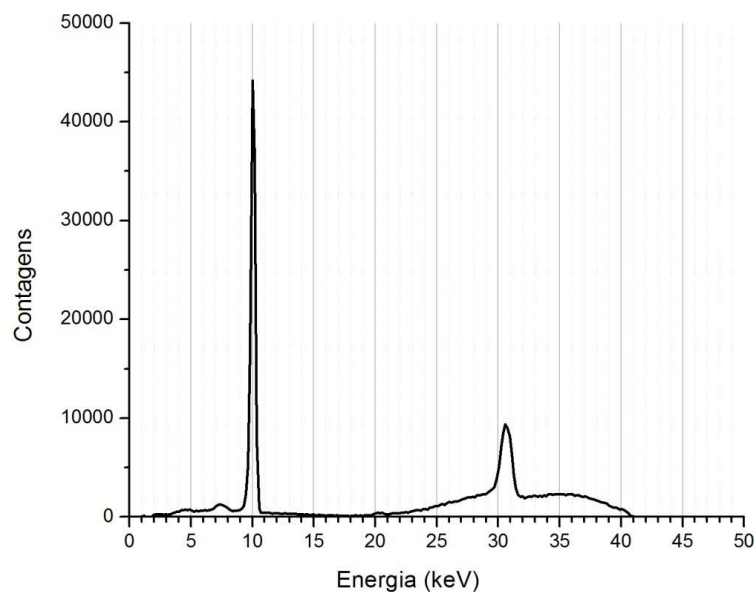


Figura 9 - Espectro de difração de um feixe de raios-X incidindo a 12° num cristal de silício (111) após a subtração do fundo.

Um resultado similar se obteve para o quarto grupo de medidas e obteve-se o espectro para a incidência a  $15^\circ$  como se pode ver na Figura 10. A energia esperada para este ângulo é de 7,6 keV. Levando em conta a imprecisão no ângulo, a faixa de energia esperada fica entre 7,2 keV e 8,2 keV. Novamente encontra-se o pico esperado. Observando o espectro da Figura 10, percebemos um pico em 7,8 keV e seus múltiplos 23,4 keV ( $n=3$ ) e 31,2 keV ( $n=4$ ).

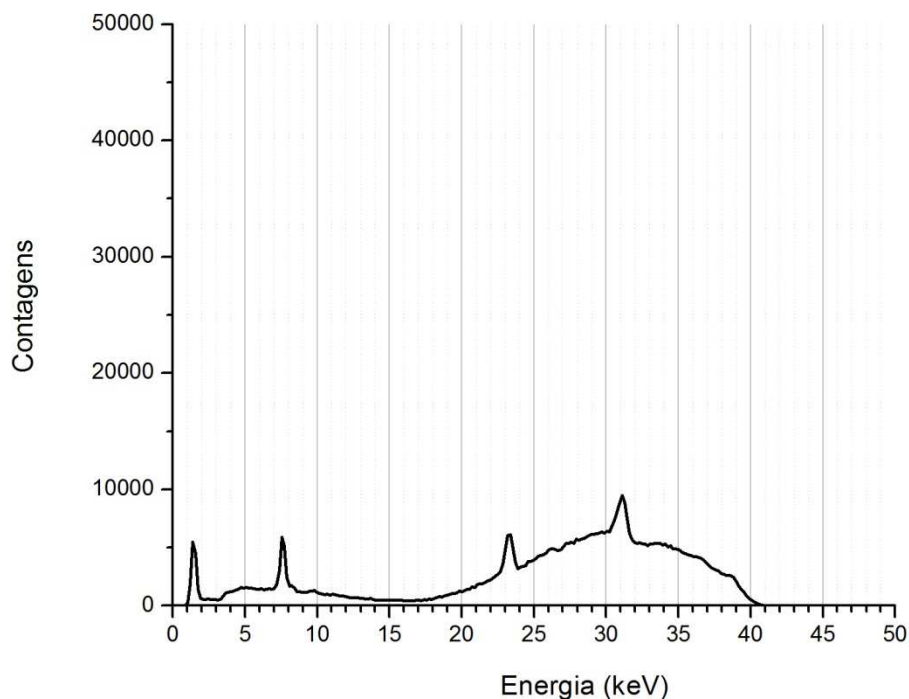


Figura 10 - Espectro total de difração de um feixe de raios-X incidindo a  $15^\circ$  no cristal de silício (111) posto no porta-amostra livre.

A Figura 11 mostra o espectro da incidência a  $15^\circ$  com cristal e sem cristal e a figura Figura 12 mostra a remoção do fundo que foi obtida fazendo a subtração desses espectros.

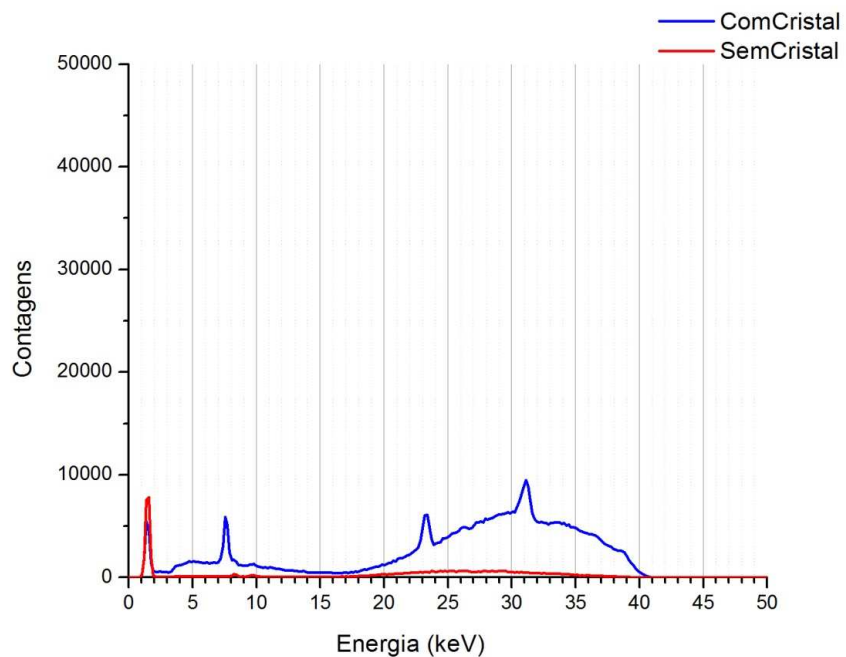


Figura 11 - Espectro de difração de um feixe de raios-X incidindo a 15° num cristal de sílcio (111) e espectro da radiação de fundo para a mesma montagem experimental obtido apenas retirando-se o cristal do porta-amostras.

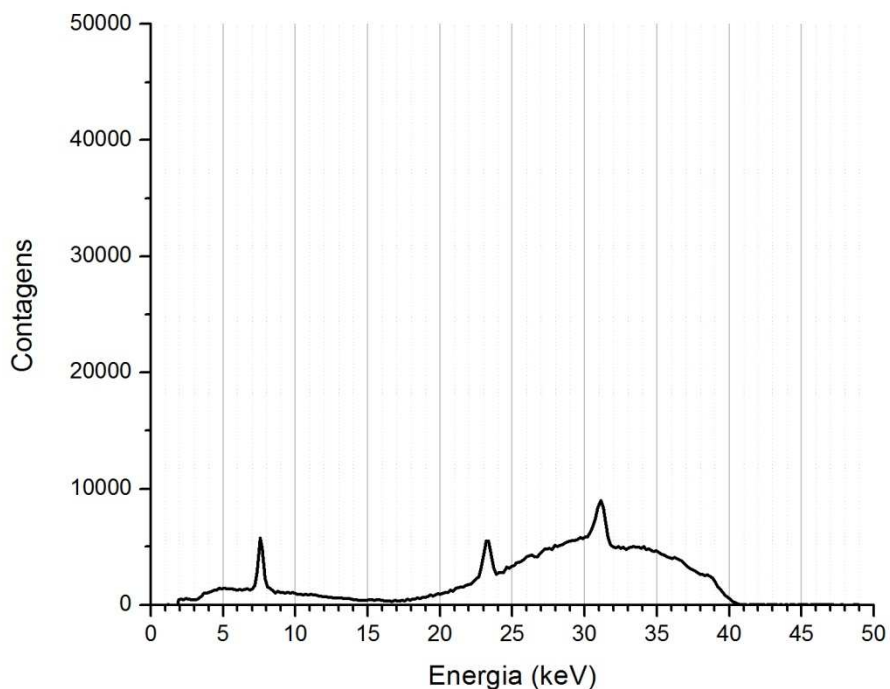


Figura 12 - Espectro de difração de um feixe de raios-x incidindo a 15° num cristal de sílcio (111) após a subtração do fundo.

Assim, finalizando a análise desses quatro grupos de medidas, pode-se concluir que a difração foi bem pronunciada e controlada para o primeiro cristal. Em outras palavras, pode-se perceber e, de certa forma, controlar o pico de monocromatização posicionando-o num local desejado de um espectro.

Apenas a título de comparação, também realizaram-se medidas para o ângulo de incidência de  $10^\circ$  com o cristal no suporte da Newport Corp. E, como podemos ver na Figura 13, de fato há uma transmissão da radiação pelo cristal que provoca uma fluorescência do material que compõe o suporte. O inox é uma liga composta basicamente de Cr, Fe e C. Conforme os dados encontrados no *X-ray Data Booklet*, as energias  $K_\alpha$  e  $K_\beta$  para estes átomos são: 5,414 keV e 5,946 keV, para o Cr; 6,403 keV e 7,053 keV, para o Fe e 0,277 keV para o C [18]. O carbono tem energia muito baixa, muito abaixo do limite de detecção do equipamento usado, pois sua energia se confunde com o ruído causado pela eletrônica do detector. Já os picos do Fe e do Cr podem ser vistos na Figura 13.

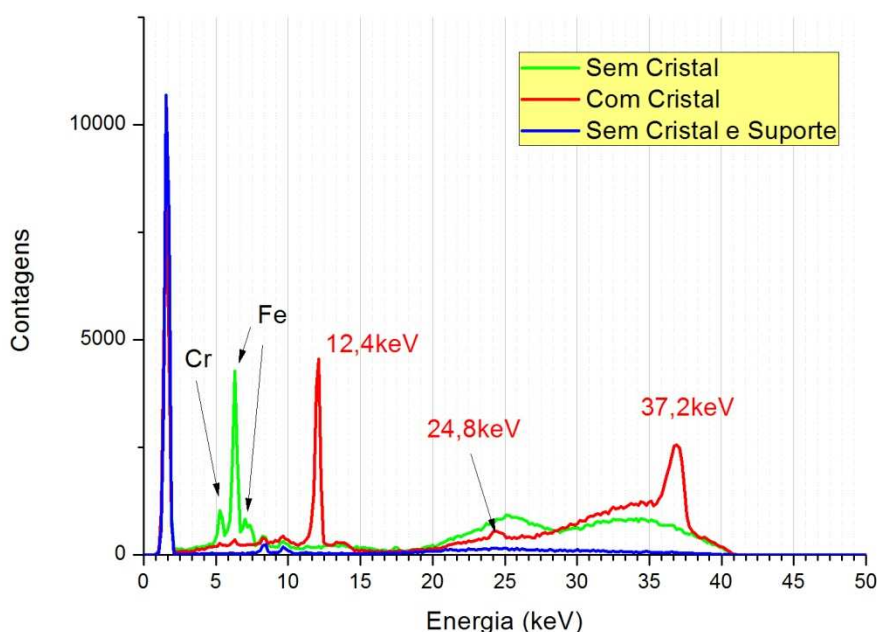


Figura 13 - Espectro de difração de um feixe de raios-x incidindo a  $10^\circ$  num cristal de silício (111). A curva em vermelho é o espectro para a irradiação no cristal, a verde é sem o cristal, irradiando o suporte da Newport Corp. e a curva em azul é o espectro de fundo, sem cristal e sem suporte.

## 5.2.

### Segunda difração

A segunda difração não foi tão simples de se observar quanto a primeira. Isso se deve muito à absorção no cristal e mais ainda à geometria. Contudo, uma medida extremamente imprecisa foi realizada bem no início desse trabalho, muito antes das últimas medidas serem feitas. Para essa medida mais antiga pôde-se perceber a monocromatização; entretanto, não se pôde reproduzir esse mesmo resultado até a fase final desse trabalho. E é neste ponto que nos encontramos agora. Visando uma reprodutibilidade confiável, atualmente, com o aparato mais preciso do que antes, porém com problemas ainda - que devem ser resolvidos -, não foi possível chegar aos resultados das medidas antigas.

A medida antiga mostrada no espectro da Figura 14 foi conseguida utilizando a montagem de dois cristais no suporte da Newport e com os seguintes parâmetros de feixe e eletrônica do detector:

- Energia: 40 kV.
- Corrente: 16mA.
- Tempo de irradiação: 2 min.
- Detector: XR-100CR Si(Li) sem colimador.
- Ganho do detector: 3,4

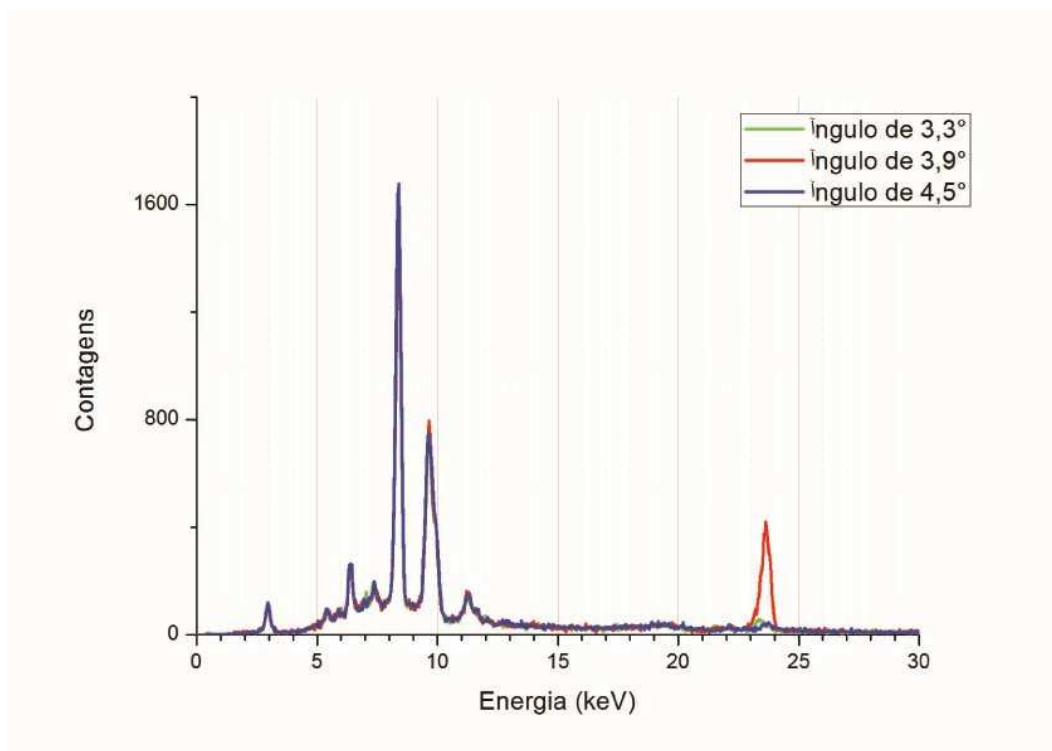


Figura 14 - Espectro de monocromatização com dois cristais para uma montagem fixa do detector. Os espectros verde, vermelho e azul se referem às difrações sob os ângulos de incidência de 3,3°, 3,9° e 3,4°, respectivamente.

Nota-se que os ângulos foram mudando e claramente um pico bem definido apareceu na energia correspondente a 23,5 keV. Usando a Tabela 1 percebemos que, para essa energia, o ângulo de incidência deveria estar entre 5° e 4° o que é extremamente possível, haja vista a imprecisão na montagem e na determinação desse ângulo.

Utilizando como referência o espectro de 4,5°, ou seja, supondo que ele possa ser considerado como o fundo para a monocromatização que ocorreu a 3,9°, pode-se obter o espectro que se observa na Figura 15, subtraindo-o do espectro obtido a 3,9°.

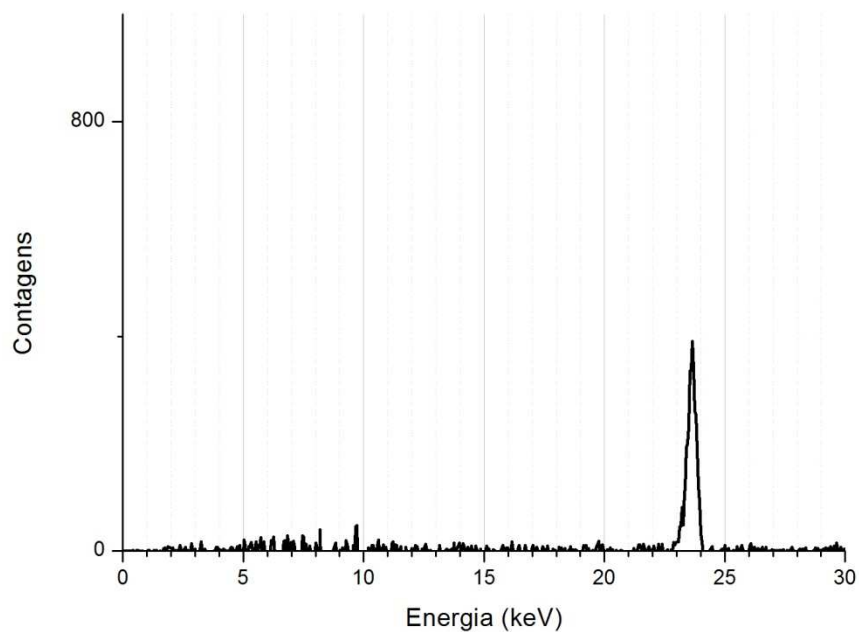


Figura 15 - Espectro de monocromatização com dois cristais para uma montagem fixa do detector.

Esse espectro mostra apenas o pico da monocromatização que ocorreu para o ângulo de  $3,9^\circ$ . É notório que todos os outros picos permaneceram praticamente inalterados à medida que o ângulo foi variando, e apenas a monocromatização foi surgindo.

Contudo, os resultados atuais não conseguem ainda reproduzir esta medida antiga. O resultado mais recente é o que se mostra no espectro da Figura 16.

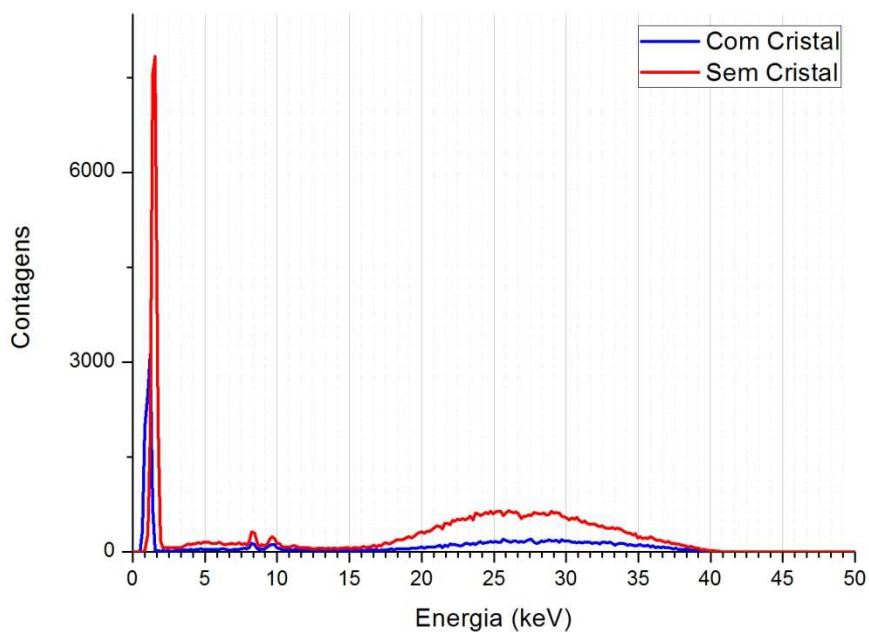


Figura 16 - Espectro de difração com dois cristais para uma montagem fixa do detector com feixe incidindo a  $15^\circ$ .

No espectro da Figura 16, vemos praticamente a absorção do cristal. Porém, o fato de ter-se percebido anteriormente a monocromatização com dois cristais, motiva a continuidade desse trabalho a fim de se realizarem ajustes finos, para que se consiga um sistema mais confiável, com reprodutibilidade experimental.