



**Marco Rogério Vieira**

**Desenvolvimento de um sistema de monocromatização  
versátil para Raios-X**

**Dissertação de Mestrado**

Dissertação apresentada como requisito parcial  
para obtenção do título de Mestre pelo Programa  
de Pós-Graduação em Física da PUC-Rio.

Orientador: Geraldo Monteiro Sigaud



**Marco Rogério Vieira**

## **Desenvolvimento de um sistema de monocromatização versátil para Raios-X**

Dissertação apresentada como requisito parcial para obtenção do título de Mestre pelo Programa de Pós-Graduação em Física da PUC-Rio. Aprovada pela Comissão Examinadora abaixo assinada.

**Prof. Geraldo Monteiro Sigaud**

Orientador

Departamento de Física - PUC-Rio

**Prof. Simone Coutinho Cardoso**

UFRJ

**Prof. Vitor Luiz Bastos de Jesus**

IFRJ

**José Eugenio Leal**

Coordenador Setorial do Centro Técnico Científico - PUC-Rio

Rio de Janeiro, 14 de setembro de 2009

Todos os direitos reservados. É proibida a reprodução total ou parcial do trabalho sem autorização da universidade, do autor e do orientador.

### **Marco Rogério Vieira**

Possui graduação em Engenharia Química pelo Instituto Militar de Engenharia (2004). Tem experiência na área de Engenharia de Processos, com ênfase nas áreas de tratamento de água. Também atuou na área de Modelagem Matemática para Risco de Crédito em instituições financeiras. Atualmente é aluno de doutorado da PUC-Rio.

#### Ficha Catalográfica

Vieira, Marco Rogério

Desenvolvimento de um sistema de monocromatização versátil para Raios-X/ Marco Vieira; orientador: Geraldo Monteiro Sigaud. — Rio de Janeiro : PUC, Departamento de Física, 2009.

85f. ; 30 cm

1. Dissertação (mestrado) - Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, Departamento de Física.

Inclui referências bibliográficas.

1. Física – Teses. 2. Monocromatização de Raios-X. 3. Raios-X. 4. Cristalografia. 5. Detectores de Raios-X. I. Sigaud, Geraldo M. II. Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro. Departamento de Física . III. Título.

CDD: 530

## Agradecimentos

Gostaria agradecer principalmente à minha excelente mãe, Sebastiana, pois ela sempre apostou nos meus sonhos desde quando eu era criança, incentivando-me sempre a insistir neles, mesmo que isso implicasse em ter seu único filho morando a 3500 km dela. Sem ela eu jamais teria chegado onde cheguei. Por isso dedico esse trabalho especialmente a ela pelo seu carinho e bondade. À minha tia e madrinha Julia (in memoriam) também por acreditar e nunca desistir de mim até nos últimos momentos de sua vida.

À família de Paula: Luciana, Wayne, Wellington, Nazaré, Moacir, Antônio, Lourdes, que me acolheram no momento mais importante da minha carreira: o início. Ao Wayne por toda a matemática que me ensinou e pela força que me deu e que me tem dado até hoje só pelo exemplo de pessoa que é, por isso ele permeia sempre a lista das minhas referências, das pessoas em quem devo me espelhar. Ao Wellington pela lealdade dos longos papos motivadores. À Luciana pelo seu carinho e incentivo. Ao tio Moacir e à tia Naza pelo exemplo de caridade, bondade e humildade, pois me acolheram em seu lar e trataram-me como se fosse um de seus filhos. Ao tio Jonas, meu modelo de perseverança. Ao meu padrinho José, pelo “vamos à luta” que escuto dele até hoje.

Aos meu queridos e inestimáveis professores de cursinho Daniel Lavouras e Matteo D'orio, que revolucionaram o ensino em Belém, por me ensinarem que nenhum sonho é impossível, pois com dedicação e empenho alcançamos todos eles. “Rumo a um país melhor, com base na educação”.

Ao Breno, Alex (Xela) e Violeta (in memoriam), pelo formidável grupo que formamos nos preparando para o vestibular, por alimentarem o meu desejo de me tornar um pesquisador.

Aos meus irmãos de IME. Alexandre Guerreiro, por sempre acreditar em mim e estar do meu lado nas horas em que nem eu acreditava que as coisas iam dar certo. Ao Ismael, por saber desde o início que eu me tornaria físico um dia. Ao Rafael, pelas músicas que compomos juntos, pelas longas horas de conversa sobre os assuntos mais profundos e banais, porque afinal de contas é pra isso que servem os amigos. Ao Marçal, por me ensinar ver tudo com humor. Ao Akira, meu grande amigo, pela força que me deu desde que nos conhecemos, dividindo as tarefas do IME e alimentando também meu sonho de me tornar pesquisador. Ao Anderson, pela admiração recíproca. À Carol e ao Watanabe, que me incentivaram a terminar minha graduação, quando, por muitas vezes, pensei em desistir de tudo e voltar pra casa. Ao Alexandre Safadi, pelo seu espiritualismo reconfortante que me ajudava nos momentos de decisões difíceis. Ao Pedro Vidal, e seus conselhos objetivos e muito acertados. Ao Jonas Sossai, por me ensinar a ter serenidade com as coisas da vida. Ao Mauro, pela aquela conversa antológica na Praia Vermelha sobre nossos futuros. Ao Iedo, que esteve ao meu lado desde as cadeiras de cursinho, sempre “levantando a bola” nos momentos que mais precisei.

Aos grandes mestres da graduação: Ardson, Antônio, Lin, Alcino e João, do departamento de Engenharia Química do IME, por me ensinarem toda a engenharia química que sei hoje.

Ao grande mestre Sigaud por ser o melhor orientador que eu poderia ter, ensinando-me a cada segundo como ser um físico experimental, mas principalmente por entender minhas capacidades e adequá-las, sempre perfeitamente, ao nosso trabalho. Também por ter me ensinado tudo dentro de um laboratório, desde de onde ficam os parafusos até como montar e desmontar um acelerador.

À professora Simone, responsável pelo LAFRAG da UFRJ, por ter acolhido esse “povo da PUC” e realizado de forma brilhante esse convênio PUC-UFRJ. Agradeço os conselhos e conversas muito construtivas.

Ao mecânico Pedrinho, pelo seu empenho ao atender meus pedidos de peças, consertos e afins, sempre com muito bom humor e cordialidade.

Aos meus amigos da COPPE, Marco, Dalton, Valmir, José Eduardo, André, Sarah, David e Juraci, pelo apoio e incentivo.

Ao meu mais recente amigo André da PUC, companheiro de jornada nessa pós e de almoço no “mestre-dos-magos”, por escutar meus choros, lamentações e também as alegrias desse trabalho, sempre de forma positiva me incentivando a continuar. Ao Lucas por me ajudar na minha adaptação na PUC, por se tornar esse amigo que é. À Natália, que me ajudou muito nessa dissertação, por me apresentar o “mundo LaTeX”, mas principalmente pelas conversas adoráveis, sempre bem humoradas. Ao Fernando, meu companheiro de corrida, por estar sempre disposto a me ouvir e a dividir os fardos psicológicos desse trabalho.

Ao Régis do LNLS e sua equipe brilhante que me auxiliaram em tudo que precisei durante minha estada lá. Sem vocês esse trabalho não teria os mesmos resultados.

Ao CNPq e a FAPERJ, pelos auxílios concedidos.

E a qualquer entidade sobrenatural que tenha me ajudado mesmo que eu não acredite nela, pois, como físico, não posso descartar nenhuma hipótese explicativa para o fato de eu ter chegado ao término do mestrado.

## Resumo

Vieira, Marco Rogério; Sigaud, Geraldo Monteiro. **Desenvolvimento de um sistema de monocromatização versátil para Raios-X.** Rio de Janeiro, 2010. 85p. Dissertação de Mestrado - Departamento de Física, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro.

A investigação da dinâmica da interação de raios-X de alta energia e moléculas de interesse biológico impõe que a energia dos raios-X seja bem definida, de modo que se possa estabelecer a dependência entre os padrões de ionização e fragmentação molecular com a energia do feixe incidente. Com este objetivo, um sistema versátil foi projetado, construído e caracterizado para ser utilizado como monocromador do feixe de amplo espectro produzido por um tubo de raios-X modelo ISOVOLT 160 M2. O sistema de monocromatização consiste de um par de cristais montados sobre duas mesas transladoras fixadas a um goniômetro de alta precisão, fabricados pela Newport Corporation. Esta configuração permite movimentos de translação independentes para os dois cristais, associados a um movimento de rotação do sistema como um todo com respeito à direção de incidência do feixe de raios-X. Estes movimentos, juntamente com uma escolha conveniente do par de cristais para uma dada faixa de energia – o que depende do material e da orientação dos cristais –, permitirão a cobertura de uma região muito extensa de energias de raios-X, de alguns até cerca de 100 kV. Quando este sistema se encontrar totalmente operacional, será possível realizar uma grande variedade de experiências nos campos da Física de Colisões e das Radiações, tais como, fragmentação molecular induzida por raios-X, fluorescência e difração seletivas em cristais, avaliação em tempo real de danos induzidos por raios-X em tecidos biológicos, testes não destrutivos em materiais, dentre muitas outras aplicações.

## Palavras-chave

Monocromatização de Raios-X; Cristalografia; Difração; Raios-X; Detetores de Raio-X

## Abstract

Vieira, Marco Rogério; Sigaud, Geraldo Monteiro (Advisor). **Developing a versatile monochromatization system for X-Rays**. Rio de Janeiro, 2010. 85p. MSc. Dissertation - Departamento de Física, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro.

The investigation of the dynamics of the interaction of high-energy X-rays and molecules of biological interest requires the energy of the X-rays to be well defined, so that one can establish the dependence of the molecular ionization and fragmentation patterns as functions of the incident beam energy. For this purpose, a versatile system for the monochromatization of the broadband beams produced by an ISOVOLT 160M2 X-ray tube has been designed, constructed and characterized. The monochromator consists of a pair of crystals mounted on two translator tables fixed on a high-precision goniometer, all manufactured by Newport Corp. This configuration allows independent translational motions for the two crystals, associated to a rotational motion of the whole system in respect to the direction of the incident X-ray beam. These motions, together with a convenient choice of the pair of crystals for a given energy range – which depends on the material and orientation of the crystals –, will allow us to cover a wide range of X-rays energies, roughly from few to around 100 keV. However, it has not yet been possible to distinguish energy-defined X-ray peaks with the complete two-crystal system. Some of the possible causes may be related to the large angular dispersion of the incident beam and to the need of more accurate adjustments of the parallelism between both crystals. When this system is fully operational, it will be possible to perform a large variety of experiments in the fields of collision and radiation physics, such as, molecular fragmentation by X-rays, selective fluorescence and diffraction in crystals, real-time evaluation of X-ray-induced damage in biological tissues, non-destructive testing of materials, among many other applications.

## Keywords

X-Raios monochromatization; Cristalography; Diffraction; X-Rays; X-Rays detectors



## Sumário

1. Introdução	15
2. A física da monocromatização	18
2.1. Raios-X	18
2.1.1. Produção de vacâncias em camadas atômicas internas	21
2.1.2. Reorganização atômica	22
2.1.3. Lei de Moseley	24
2.1.4. Detectores de raios-X	26
2.2. Espectro de raios-X	28
2.2.1. Espectro contínuo de raios X	28
2.2.2. Espectro característico de raios X	30
2.2.3. Absorção da radiação X	31
2.3. O fenômeno da difração de raios-X	33
3. Fundamentos teóricos para a montagem experimental	39
3.1. Disposição geométrica	39
4. Materiais e métodos: A engenharia do experimento	46
4.1. Projeto e montagem das peças	46
4.2. Tubo de raios-X	59
4.3. Alinhamento do feixe	60
5. Discussão de resultados	65
5.1. Primeira difração	65
5.2. Segunda difração	77
6. Conclusões	81

## Lista de figuras

Figura 1 - O espectro eletromagnético em comprimento de onda e frequência e uma comparação entre as ordens de grandeza.	19
Figura 2- Radiação de freamento.	20
Figura 3 - Espectro de <i>bremsstrahlung</i> .	21
Figura 4 - Reorganização atômica e processo de emissão de radiação X.	22
Figura 5 - Processo de emissão do elétron Auger.	23
Figura 6 - Diagrama de Moseley.	24
Figura 7 - Detector de estado sólido CdTe, modelo XR-100T e seu respectivo amplificador, modelo PX4, ambos fabricados pela AmpTek.	27
Figura 8 - Produção do espectro contínuo de raios-X.	28
Figura 9 - Processo de emissão radiativa de frenamento.	29
Figura 10 - Espectro de Bremsstrahlung e de radiação característica para um anodo de tungstênio com um tubo de raio-X operando a 80, 100, 120, and 140 kV e com mesma corrente.	31
Figura 11- Lâmina de material absorvedor.	32
Figura 12 - Efeito da diferença de caminho na relação de fase.	34
Figura 13 - Difração de raios-X por um cristal.	35
Figura 14 - Eixos de referências do experimento.	40
Figura 15 - Geometria da difração.	41
Figura 16 - Esquema da difração considerando a abertura do feixe primário.	43
Figura 17 - Configuração geométrica da irradiação.	44
Figura 18 - Teste de esforço realizado sobre peça virtual utilizando o software Inventor. O ponto amarelo representa o centro de gravidade e as setas escuras o esforço solicitado. A caixa de diálogo aberta são mostrados os controles da intensidade da força e ponto de aplicação. A peça é uma mesa transladora UTS50PP da Newport	

Corp.	47
Figura 19 - Modelo virtual de uma das mesas transladoras UTS50PP da Newport Corp.	48
Figura 20 - Modelo virtual do goniômetro URS150BPP da Newport Corp. Detalhe das medidas de dimensão que podem ser feitas no Inventor e que, ao serem alteradas, modificam todos os arquivos que estejam correlacionados com a peça alterada.	49
Figura 21 - Acima: foto do modelo UTS50PP da Newport. Abaixo: diagrama das propriedades e características fornecidas pelo fabricante.	50
Figura 22- Abaixo: diagrama das propriedades e características fornecidas pelo fabricante. Acima: foto do modelo URS150BPP da Newport Corp.	51
Figura 23 - Foto do modelo AG-M100L da Newport.	53
Figura 24 - Ferramenta de visualização do interior das peças do <i>software Inventor</i> .	54
Figura 25 - O eixo de rotação do goniômetro passando pelo plano da face do cristal. Condição para melhor reprodutibilidade de rotação dada ao sistema.	55
Figura 26 - Da esquerda para a direita: Goniômetro, as duas mesas transladoras e a mesa conectora prontas para serem montadas no ambiente virtual do <i>Inventor</i> .	55
Figura 27 - Disposição das peças para compor o sistema de monocromatização.	56
Figura 28 - Ferramenta <i>constraint</i> sendo usada para juntar duas peças do arranjo virtual. As setas representam os vetores áreas a serem conectadas.	56
Figura 29 - Disposição dos furos e detalhes dos interiores das peças podem ser facilmente visualizados na ferramenta <i>visualização do corpo 3D</i> .	57
Figura 30 - Janela da Biblioteca de conectores do Inventor.	58
Figura 31 - Foto da montagem experimental já na posição de uso.	59
Figura 32 - Laser sendo usado para o alinhamento do experimento.	62

Figura 33 - Vista superior do sistema de monocromatização. À esquerda, o detector e à direita, o laser posicionado na saída do tubo de raios-X.	62
Figura 34 - Espectro total de difração de um feixe de raios-X incidindo a 5° no cristal de silício (111) posto no porta-amostra livre.	68
Figura 35 - 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.	69
Figura 36 - Espectro de difração de um feixe de raios-X incidindo a 5° num cristal de silício (111) após a subtração do fundo.	69
Figura 37 - Espectro total de difração de um feixe de raios-X incidindo a 10° no cristal de silício (111) posto no porta-amostra livre.	70
Figura 38 - 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.	71
Figura 39 - Espectro de difração de um feixe de raios-X incidindo a 10° num cristal de silício (111) após a subtração do fundo.	71
Figura 40 - Espectro total de difração de um feixe de raios-X incidindo a 12° no cristal de silício (111) posto no porta-amostra livre.	72
Figura 41 - 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.	73
Figura 42 - Espectro de difração de um feixe de raios-X incidindo a 12° num cristal de silício (111) após a subtração do fundo.	73
Figura 43 - Espectro total de difração de um feixe de raios-X incidindo a 15° no cristal de silício (111) posto no porta-amostra livre.	74
Figura 44 - Espectro de difração de um feixe de raios-X incidindo a 15° 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.	75

- Figura 45 - Espectro de difração de um feixe de raios-x incidindo a  $15^\circ$  num cristal de silício (111) após a subtração do fundo. 75
- Figura 46 - 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. 76
- Figura 47 - 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  $3,3^\circ$ ,  $3,9^\circ$  e  $3,4^\circ$ , respectivamente. 78
- Figura 48 - Espectro de monocromatização com dois cristais para uma montagem fixa do detector. 79
- Figura 49 - Espectro de difração com dois cristais para uma montagem fixa do detector com feixe incidindo a  $15^\circ$ . 80

## Lista de figuras

Tabela 1 - Especificações do motor UTS50PP.	50
Tabela 2 - Capacidades de carga.	51
Tabela 3 - Especificações do motor URS150BPP.	52
Tabela 4 - Capacidades de carga e demais parâmetros.	52
Tabela 5 - Especificações do motor AG-M100L.	53
Tabela 6 - Tabela de energias para cada ângulo de incidência segundo a Lei de Bragg.	66