

com uma cola especial e praticamente todo os movimentos necessários (rotação e translação) dos monocromadores para o alinhamento do monocromador assimétrico num arranjo topográfico de raios-X de duplo cristal quando será comandado por um motor de passo controlado por um microcontrolador.

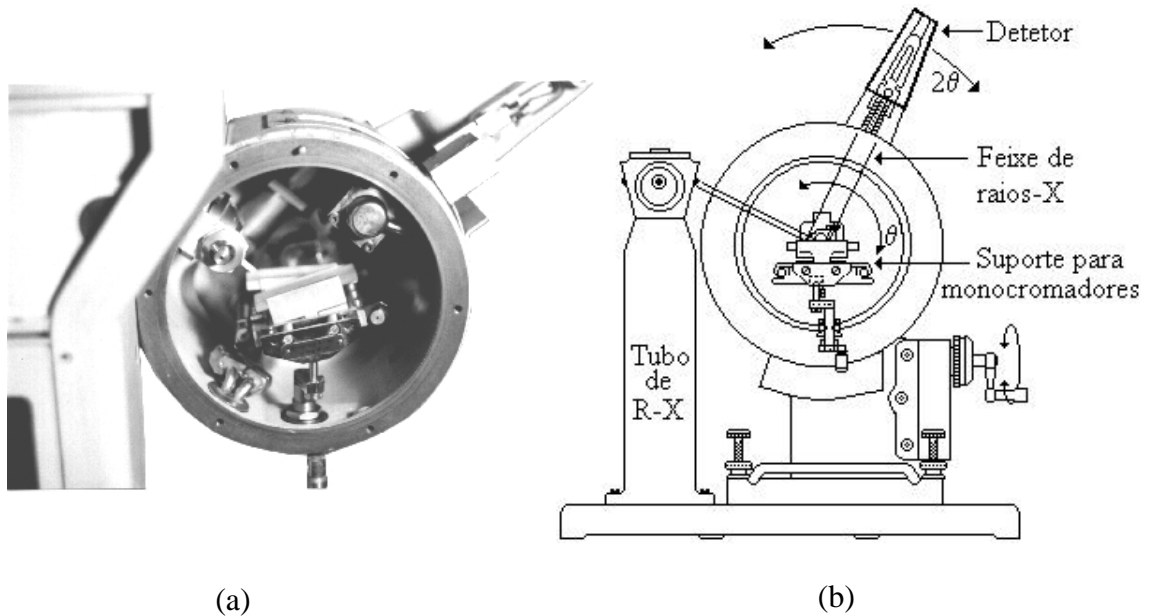
## 6. AGRADECIMENTOS

O autor CSFM, RFCA agradecem o apoio financeiro através da bolsa de iniciação científica do PIBIC/CNPq e da bolsa de mestrado da CAPES, respectivamente.

## 7. REFERÊNCIAS

- Bowen, D.K. and Tanner, B.K., 1998, “High Resolution X-Ray Diffractometry and Topography”, Ed. Taylor & Francis, Inc., USA.
- Cullity, B. D., 1978, “Elements of x-ray difraction” second edition. Ed Addison-Wesley Publishing Company, inc 547p.
- Kohra, K, Hashizume, H. and Yoshimura, J., 1970, “X-Ray Topography Utilizing Double-Crystal Arrangement of (+,+) or Non-Parallel (+,-) Setting”, Japanese Journal of Applied Physics, vol.9 (9), pp.1029-1934.
- Lang, A R., 1970, “Modern Diffraction and Imaging Techniques for Materials Science”, S.Amelincks Eds. North Holland Publishing Co., Amsterdam, pp.407.
- Manual Philips, 1961, “Vacuum spectrometer attachment PW 1540”.
- Matsushita, T. and Hiroo Hashizume, 1983 “X-ray Monochromators” Handbook Synchrotron Radiation, Vol.1, cap.4, edited by eE.E Koch, 606p
- Shinohara, A.H., Kamo, M., Suzuki, C.K., 1998, “A uniformly cleaved epitaxially grown diamond crystal for synchrotron radiation” J. Synchrotron Rad., v.5, pp.654-656.
- Tanner, B. K., 1976, “X-ray Diffraction Topography”, Ed. Pergamon Press, Oxford, Inglaterra, 174p.

possível obter precisão satisfatória quanto deslocamento angular do monocromador. O detector, por sua vez, está associado a um PC interligado por uma interface para o monitoramento da intensidade de raios-X, que juntamente com o goniômetro possibilita monitorar e posicionar o monocromador na posição de máxima intensidade. Para realizar o movimento  $\theta$ - $2\theta$  de rotação do suporte de monocromadores com o goniômetro, será utilizado um sistema automatizado, com um motor de passo associado a um motor *driver* e um microcontrolador, conectado ao eixo de giro do suporte. Por questão de segurança, no sistema mecânico desenvolvido o monocromador assimétrico fica no interior de uma câmara revestida internamente com chumbo.



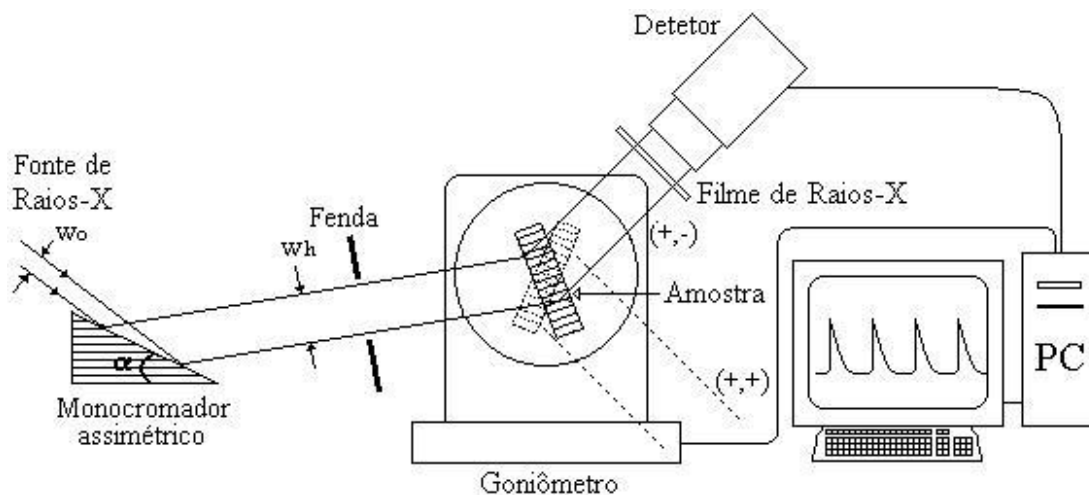
**Figura2.** (a) Foto da base de monocromadores acoplado ao goniômetro  $\theta$ - $2\theta$ . (b) Esquema da vista frontal do sistema formado pelo tubo de raios-X, goniômetro, detetor e suporte de monocromadores.

No processo de alinhamento do monocromador manualmente, realizado ainda hoje no Brasil, as dificuldades na obtenção das condições de difração de Bragg tornam um processo extremamente exaustivo, além de expor o operador às nocivas radiações ionizantes, já que o alinhamento é feito com o tubo de raios-X em operação. Por outro lado, o sistema mecânico apresentado neste trabalho, desenvolvido a partir de adaptações, o alinhamento pode ser realizado com a mínima exposição ao raios-X, de forma rápida e eficientemente.

## 5. CONCLUSÃO

Em comparação com sistema de alinhamento do monocromador assimétrico em um arranjo topográfico de raios-X de duplo cristal de forma manual, o presente sistema mecânico permite o alinhamento do monocromador assimétrico praticamente sem exposição aos raios-X proveniente de tubo de raios-X e difratados pelo próprio monocromador que é intenso e extremamente nocivo ao ser humano. Este sistema é robusto, mas versátil porque a base do monocromador permite acomodar até dois monocromadores sem a necessidade de fixá-los

No arranjo topográfico de duplo cristal, o monocromador assimétrico tem uma função vital para a obtenção de uma imagem dos defeitos em cristais.



**Figura1.** Esquema de um o sistema topográfico de raios-X duplo cristal

### 3. DISPOSITIVOS E INSTRUMENTAÇÃO

Na construção de um sistema mecânico para o suporte e alinhamento de um monocromador no arranjo topográfico de raios-X de duplo cristal, foram utilizadas com adaptações uma base para monocromadores que possibilita acomodar dois monocromadores fixados por meio pressão de molas, sem a necessidade do uso de colas, e possibilita selecionar o monocromador assimétrico desejado. Esta base é acoplada ao um goniômetro vertical da Philips  $\theta$ - $2\theta$  com precisão angular de  $1/100^\circ$  com um motor de passo controlado por um microcontrolador que proporciona movimentos necessários para obter o alinhamento do monocromador ao feixe de raios-X, um detector de raios-X para monitorar a intensidade de raios-X difratado. O monocromador assimétrico a ser utilizado neste sistema mecânico foi construído por nós utilizando os planos de difração (101) do cristal de quartzo sintético de alta perfeição cristalina contendo menos de 10 discordâncias por  $\text{cm}^2$ .

A Fig.2 mostra a foto e um esquema do sistema mecânico para o alinhamento do monocromador ao feixe de raios-X de um arranjo topográfico de duplo cristal. A qualidade da imagem obtida em topografia de raios-X varia em função da óptica utilizada. No arranjo topográfico de duplo cristal, o alinhamento do monocromador em relação ao feixe deve ser o mais preciso possível para garantir a máxima intensidade de raios-X. O alinhamento do monocromador consiste em ajustar o seu posicionamento em relação ao feixe incidente de raios-X. Isto pode ser obtido fazendo inicialmente o monocromador interceptar o feixe de raios-X e em seguida rotacioná-lo de modo que o ângulo entre o feixe incidente e os planos de difração do cristal monocromador satisfaça o ângulo de difração de Bragg ( $\theta_B$ ). Inicialmente, o feixe de raios-X proveniente do tubo de raios-X deverá ser interceptado pelo monocromador. Como o foco do raios-X possui um ângulo saída de  $6^\circ$ , é possível ajustar o posicionamento do suporte de monocromadores a fim de que o feixe primário (incidente) de raios-X intercepte o monocromador. Uma vez que o monocromador seja atingido pelo feixe, este deverá ser rotacionado pelo eixo- $\theta$ , do goniômetro, até atingir as condições de difração de Bragg, e o feixe de raios-X difratado pelo monocromador será detectado pelo detector acoplado ao eixo- $2\theta$ . Como o goniômetro possui uma precisão de um centésimo de grau é

na amostra em sua rede cristalina. Desta forma o feixe difratado é coletado em um filme, fornecendo a imagem topográfica. Embora o tempo de coleta da imagem seja relativamente longo e exista um certo grau de dificuldade para alinhar a amostra ao feixe de raios-X, a qualidade (resolução) da imagem topográfica está intimamente relacionada com o tipo de óptica utilizada e o sistema de detecção utilizado.

A óptica de um arranjo topográfico de raios-X de duplo cristal apresenta séries de vantagens em relação às outras técnicas topográficas (Bowen and Tanner, 1998). No entanto, uma parte laboriosa na construção de um arranjo topográfico é o alinhamento do monocromador assimétrico ao feixe de raios-X de uma fonte de raios-X em operação, onde o operador estará sujeito aos riscos da radiação ionizante dos raios-X, que pode causar séries de danos aos tecidos humanos e provocar efeitos biológicos como queimaduras, doenças quando há exposição generalizada por todo o corpo e pode provocar mutações genéticas aliadas as queimaduras de difícil cura quando é atingido por uma intensa radioativa (Cullity, 1978). O raios-X usados em medidas de difração são perigosos porque possuem comprimentos de ondas que são facilmente absorvidos pelo corpo. Desta forma, o processo de alinhamento do monocromador ao feixe de raios-X é uma etapa perigosa e que deve ser realizado com segurança por técnicos especializados, de modo que o operador não se exponha a radiação.

No presente trabalho, para contornar aos perigos no alinhamento de um monocromador apresentamos um sistema mecânico de alta precisão para alinhar o monocromador assimétrico ao feixe de raios-X em um arranjo topográfico de duplo cristal de forma rápida e segura.

## 2. TOPOGRAFIA DE RAIOS-X DE DUPLO CRISTAL

Arranjo topográfico de raios-X de duplo cristal utiliza duas reflexões sucessivas de Bragg. Basicamente, existe o arranjo paralelo onde os ângulos de Bragg dos dois cristais (monocromador e amostra) são paralelos e de mesmo espaçamento interplanar, e o arranjo não-paralelo onde os cristais possuem espaçamento interplanar diferentes (Tanner, 1976). A Fig.1 mostra esquema de um sistema topográfico de duplo cristal, onde o feixe de raios-X incide primeiramente no cristal monocromador assimétrico que monocromatiza após a difração pelo cristal e em seguida pelo segundo cristal, que é a amostra a ser analisada. O feixe de raios-X difratado pela amostra é coletado no filme de raios-X para obter a imagem topográfica.

De acordo com a utilização existem vários tipos de monocromadores (Matsushita, 1983, Shinohara, *et al.*, 1998). No sistema topográfico de duplo cristal é utilizado o monocromador assimétrico, que se caracteriza por sua superfície não ser paralela aos seus planos cristalinos ou (planos de difração) formando assim um ângulo  $\alpha$  entre eles [Fig.1]. Em função deste ângulo o monocromador assimétrico proporciona um alargamento da seção do feixe de raios-X incidente. Este alargamento está relacionado ao fator de assimetria,  $1/b$ , que depende do ângulo  $\alpha$  e do ângulo de difração Bragg,  $\theta_B$ , que está relacionado com o comprimento de onda do feixe de raios-X incidente  $\lambda$  e da distância interplanar  $d$  do cristal monocromador. O fator de assimetria é obtido através das seguinte equações (Matsushita, 1983):

$$\lambda = 2.d.\text{sen}\theta_B \quad (1)$$

$$\frac{1}{b} = \frac{\sin(\theta_B + \alpha)}{\sin(\theta_B - \alpha)} \quad (2)$$

Conhecido o ângulo de difração Bragg do cristal monocromador e o fator de assimetria pretendido, obtém-se o valor de  $\alpha$ .

# DESENVOLVIMENTO DE UM SISTEMA MECÂNICO DE ALTA-PRECISÃO PARA ALINHAMENTO DE MONOCROMADORES NO ARRANJO TOPOGRÁFICO DE RAIOS-X DE DUPLO CRISTAL

Cláudio Sérgio Francisco Mota  
Ricardo Ferreira Cavalcanti de Albuquerque  
Armando Hideki Shinohara

Universidade Federal de Pernambuco, Centro de Tecnologia e Geociências, Departamento de Engenharia Mecânica, Área de Materiais e Fabricação, Av. Acadêmico Hélio Ramos s/n, 50740-530, Cidade Universitária, Recife-PE, Brasil. E-mail: csfm@zipmail.com.br

## Resumo

No arranjo topográfico de raios-X de duplo cristal, monocromador assimétrico tem a importante função de monocromatizar e produzir um feixe de raios-X altamente paralelo, os quais são essenciais para a obtenção de imagens topográficas de alta definição. Na construção de uma óptica para o arranjo topográfico de duplo cristal, é desejável que o alinhamento do monocromador assimétrico seja seguro, rápido e preciso, vez que é realizado num ambiente de radiação ionizante e altamente prejudicial para o ser humano. Neste sentido, foi desenvolvido um sistema mecânico de alta-precisão controlado por um microcontrolador para alinhamento do monocromador assimétrico ao feixe de raios-X. O sistema mecânico consiste de uma base que permite acomodar dois monocromadores assimétricos, um goniômetro  $\theta$ - $2\theta$  vertical de alta precisão e um detector de raios-X para monitorar o posicionamento do monocromador.

**Palavras-chave:** sistema mecânico de alta-precisão, alinhamento de monocromadores assimétricos, topografia de raios-X de duplo cristal

## 1. INTRODUÇÃO

Em topografia de raios-X são obtidas imagens de difração que fornecem informações espaciais dos defeitos na rede cristalina tais como discordâncias e estrias de crescimento, que podem revelar sobre os processos de crescimento dos cristais natural e sintético (Bowen, and Tanner, 1998). Atualmente existem várias técnicas de topografia de raios-X, dentre elas temos como as mais representativas: o método de Lang ou de varredura (Lang, 1970) onde um feixe de raios-X colimado é difratado por uma amostra na geometria de transmissão (caso Laue), e o filme e a amostra sofrem simultaneamente um movimento sincronizado de translação em relação ao feixe incidente. A sensibilidade deste método é limitada e possui a desvantagem da impossibilidade de se realizar topografias na geometria de reflexão (caso Bragg) para analisar amostras espessas e cristais de baixa cristalinidade, e também de obter perfis de difração (*rocking curves*) para avaliar efeito de impurezas ou tensões no espaçamento interplanar. Método de Berg-Barret, que pode utilizar a geometria de reflexão ou de transmissão, (Tanner, 1976). No método topográfico de raios-X de duplo cristal, onde utilizam duas reflexões sucessivas de Bragg, permite obter imagens dos defeitos sem a necessidade de realizar varredura mecânica e oferece uma resolução superior à  $(\Delta d/d) > 10^{-5}$  (Kohra *et al*, 1970).

O princípio de formação da imagem topográfica consiste no contraste obtido a partir da difração de um feixe de raios-X incidente sobre uma amostra a ser analisada. Estes contrastes estão relacionados com irregularidades como discordâncias e estrias de crescimento existentes