

Universidade Federal do Rio Grande do Sul
Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Materiais

**MICROANÁLISE COM FEIXES DE ÍONS:
CARACTERIZAÇÃO DE ELEMENTOS LEVES EM
MATERIAIS VIA MICRO-NRA E MICRO-PIXE**

Liana Appel Bouffleur Niekraszewicz

Tese de Doutorado

Porto Alegre, outubro de 2014

Universidade Federal do Rio Grande do Sul
Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Materiais

**MICROANÁLISE COM FEIXES DE ÍONS:
CARACTERIZAÇÃO DE ELEMENTOS LEVES EM
MATERIAIS VIA MICRO-NRA E MICRO-PIXE**

Liana Appel Bouffleur Niekraszewicz

Tese de doutorado realizada sob a orientação do Prof. Dr. Livio Amaral e co-orientação do Prof. Dr. Johnny Ferraz Dias, apresentada ao Programa de Pós Graduação em Ciência dos Materiais da Universidade Federal do Rio Grande do Sul em preenchimento parcial dos requisitos para a obtenção do título de Doutora em Ciência dos Materiais.

Porto Alegre, outubro de 2014

Trabalho financiado pela Coordenação de Aperfeiçoamento Pessoal de Nível Superior

Dedico este trabalho aos grandes amores da minha vida:

meus filhos, Davi e Caio,

e ao meu marido,

Leonardo.

AGRADECIMENTOS

- ♣ Ao Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Materiais da UFRGS, pela oportunidade de realizar o doutorado e pelo auxílio financeiro para a participação em eventos científicos.
- ♣ À CAPES pela concessão de bolsa de doutorado.
- ♣ Aos professores: Dr. Livio Amaral e Dr. Johnny Ferraz Dias, pela orientação, atenção, amizade e grandes ensinamentos.
- ♣ Ao professor emérito Dr. Moni Behar que colaborou com este trabalho dividindo comigo a sua grande experiência na área.
- ♣ Aos amigos e colegas de trabalho e estudo, em especial: Cláudia, Elis, Carla e Maurício pelo apoio e companheirismo.
- ♣ Aos técnicos do Laboratório de Implantação Iônica, Paulo Borba, Paulo Kovalick e Clodomiro Castello, e ao Eng. Agostinho, pela constante disposição.
- ♣ Ao meu marido, Leonardo, pela paciência, companheirismo e carinho, sempre.
- ♣ Aos meus filhos, que me dão inspiração e força para me tornar uma pessoa melhor a cada dia que passa.
- ♣ Aos meus pais Fernando e Ellen, pelo amor, incentivo e apoio sem limites.
- ♣ A todas as demais pessoas que, direta ou indiretamente, contribuíram para a realização deste trabalho.

PUBLICAÇÕES

1. **Niekraszewicz, L.A.B.**, Souza, C. T., Stori, E. M., Duarte, A., Amaral, L., Dias, J.F., The role of micro-NRA and micro-PIXE in carbon mapping of organic tissues; *Nuclear Instruments & Methods in Physics Research. Section B, Beam Interactions with Materials and Atoms*, **2014**, submetido para publicação.
2. Duarte, A., Silva, L. R. M., Souza, C., Stori, E. M., **Bouffleur, L. A.**, Amaral, L., Dias, J. F.; Elemental Quantification of Large Gunshot Residues; *Nuclear Instruments & Methods in Physics Research. Section B, Beam Interactions with Materials and Atoms*, **2014**, submetido para publicação.
3. Rocha, M.L.F., Dias, J.F., **Bouffleur, L.A.**, Santos, C.E.I., Dias, J.F.; Metal concentration in muscle of two species of flatfish from Santos Bay, Southeastern Brazilian coast; *Nuclear Instruments & Methods in Physics Research. Section B, Beam Interactions with Materials and Atoms*, **2014**, 318 (A), 88-93.
4. Fernandez, W.S., Dias, J.F., **Bouffleur, L.A.**, Amaral, L., Yoneama, M.L., Dias, J.F.; Bioaccumulation of trace elements in hepatic and renal tissues of the white mullet *Mugil curema Valenciennes, 1836 (Actinopterygii, Mugilidae)* in two coastal systems in southeastern Brazil; *Nuclear Instruments & Methods in Physics Research. Section B, Beam Interactions with Materials and Atoms*, **2014**, 318 (A), 94-98.
5. **Bouffleur, L.A.**, Santos, C.E.I., Debastiani,R., Yoneama, M.L., Amaral, L., Dias, J.F., Elemental characterization of Brazilian canned tuna fish using particle induced X-ray emission (PIXE), *Journal of Food Composition and Analysis*, **2013**, 30, 19-25.

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	1
1.1 ORGANIZAÇÃO DO TRABALHO	3
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA E FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA	4
2.1 INTERAÇÕES DOS ÍONS COM A MATÉRIA	5
2.2 ESPECTROMETRIA DE RETROESPALHAMENTO – REAÇÕES NUCLEARES	6
2.2.1 Princípios Físicos	8
2.3 EMISSÃO DE RAIOS X INDUZIDA POR PARTÍCULAS – PIXE	12
2.3.1 Princípios Básicos	12
3. PARTE EXPERIMENTAL	14
3.1 ACELERADOR TANDETRON	14
3.2 A LINHA DE MICROFEIXE	15
3.3 A LINHA DE REAÇÃO NUCLEAR E RBS	19
4. RESULTADOS E DISCUSSÕES	20
4.1 SIMULAÇÕES	20
4.1.1 Variações Angulares	24
4.2 ANÁLISES POR REAÇÃO NUCLEAR – FEIXE CONVENCIONAL	25
4.2.1 Carbono	26
4.2.1.1 Prótons	26
4.2.1.2 Partículas Alfa	27
4.2.2 Nitrogênio	29
4.2.2.1 Prótons	29
4.2.3 Oxigênio	31
4.2.3.1 Prótons	31
4.2.3.2 Partículas Alfa	32
4.3 ANÁLISES POR REAÇÃO NUCLEAR – MICROFEIXE	33
4.3.1 Carbono	33
4.3.1.1 Prótons	33
4.3.1.2 Partículas Alfa	34
4.3.2 Nitrogênio	35
4.3.3 Oxigênio	36

5. APLICAÇÕES	37
6. CONCLUSÕES	44
7. ANEXOS	45
7.1 DETECTORES SEMICONDUTORES	45
7.2 TABELA DE ENERGIA DE EMISSÃO DE RAIOS X CARACTERÍSTICOS	47
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	49

RESUMO

O Laboratório de Implantação Iônica (LII) do IF-UFRGS possui uma linha de microfeixe instalada há poucos anos e que se encontra em fase de otimização e desenvolvimento. Esta é a primeira e única linha de microfeixe de íons instalada no Brasil e, portanto, é de grande interesse torná-la eficiente e disponibilizá-la para a comunidade científica.

Algumas técnicas já estão bem desenvolvidas na linha de microfeixe: micro-PIXE, STIM e PBW (*proton beam writing*). A grande variedade de técnicas baseadas em feixes de íons de grande dimensão estimula estudos para a operacionalização dessas mesmas para o caso de feixes micrométricos.

O estabelecimento e a operacionalização da técnica micro-NRA (reação nuclear) é importante para a consolidação de uma técnica capaz de determinar e mapear elementos leves que não são detectados com as técnicas atualmente em operação. Tais elementos, como por exemplo, carbono, nitrogênio e oxigênio, são os constituintes majoritários de grande parte dos materiais em estudo no LII.

Neste estudo, apresentamos os parâmetros experimentais utilizados, bem como os resultados analíticos obtidos com a técnica de micro-NRA. Uma primeira avaliação sugere que a técnica tem grandes potencialidades para caracterização e mapeamento do carbono, enquanto que os resultados para o oxigênio e nitrogênio indicam a necessidade de uma técnica complementar.

Adicionalmente, os resultados obtidos com micro-NRA foram comparados com os resultados provenientes de medidas com micro-PIXE utilizando um detector SDD com janela ultrafina, recentemente instalado na linha de microfeixe. Uma avaliação dos mapas elementares obtidos pelas duas técnicas indica que as medidas realizadas com micro-PIXE oferecem resultados com melhor estatística e mapas elementares de qualidade superior.

ABSTRACT

A couple of years ago, the Ion Implantation Laboratory (LII) at IF- UFRGS installed a microprobe station and ever since it has been under development. This is the first and unique ion microprobe station installed in Brazil and therefore it is of great interest to make it efficient and available to the scientific community.

Some techniques are well developed in the microbeam station: micro-PIXE, STIM and proton beam writing. A wide variety of techniques based on broad ion beams stimulates further work for the implementation of such techniques for the case where the beam spot size is of the order of few micrometers.

The study of the micro-NRA technique (Nuclear Reaction Analysis) is important since it can be used for the detection of light elements that are not detected with the techniques already in operation at the microprobe station. Such elements, such as carbon, nitrogen and oxygen are the major constituents of most materials under study in LII.

In this study, we present the experimental parameters as well as the analytical results obtained with the micro-NRA technique. A preliminary assessment suggests that the technique has a great potential for the characterization and mapping of carbon, while the results for oxygen and nitrogen indicate the need for a complementary technique.

Additionally, the results obtained with micro-NRA were compared with the results from measurements with micro-PIXE obtained with a SDD detector with ultra-thin window. An evaluation of the elemental maps obtained by the two techniques indicates that the measurements made with micro-PIXE provide results with better statistics and elemental maps with higher quality.

1. INTRODUÇÃO

Técnicas baseadas em feixes de íons são amplamente utilizadas para a modificação, caracterização e análise de materiais. Uma das motivações para o constante desenvolvimento e aplicação destas técnicas parte de uma característica muito relevante: a alta sensibilidade, que permite quantificar e mapear elementos presentes na amostra na ordem de partes por milhão (ppm).

A aplicação de técnicas de feixes de íons na análise de materiais tem uma grande vantagem se comparada com outras técnicas de análise: as amostras, em sua maioria, não necessitam de preparação ou diluição. Basta que sejam sólidas, auto-suportantes ou que possam ser fixadas em um suporte e levadas à câmara de vácuo. Outro ponto importante é que as análises são não-destrutivas, ou seja, uma amostra analisada com feixes de íons (PIXE, RBS, NRA) pode ser utilizada em análises posteriores.

Quando as amostras são homogêneas, o estudo multielementar via feixes de íons pode ser realizado através da combinação de duas técnicas, de uma forma complementar: *Particle Induced X-ray Emission* (PIXE) e *Rutherford Backscattering Spectrometry* (RBS). Em ambas as técnicas, a amostra é irradiada pontualmente com feixes iônicos estacionários (sem varredura sobre a amostra) com seção transversal da ordem de mm^2 . Usualmente, PIXE é realizada com feixes de prótons (H^+) e determina elementos-traço com $Z > 12$. RBS é realizada com feixes de partículas alfa (He^{2+}) e determina elementos leves, tais como carbono, nitrogênio e oxigênio, presentes de forma majoritária em amostras orgânicas.

No caso de amostras que apresentem estruturas micrométricas na sua superfície e, conseqüentemente, variações na sua composição elementar, a análise com feixes estacionários já não se aplica, pois a caracterização de um determinado ponto da amostra não é representativo do todo. Neste caso, o ideal é utilizar um sistema de microfeixe iônico (a área efetiva do feixe é reduzida para tamanhos da ordem de μm^2) associado a um sistema de varredura sobre a amostra, permitindo a caracterização de pequenas estruturas, sensível à posição. A associação entre as técnicas PIXE e RBS permanece a mesma, sendo que a diferença é que passam a se chamar micro-PIXE e micro-RBS.

No caso de micro-RBS, a seção de choque – que está associada à probabilidade da ocorrência de um evento de espalhamento – cresce com o quadrado do número atômico do elemento analisado. Sendo assim, os sinais de elementos leves em uma amostra multielementar estarão sobre um grande sinal de fundo (*background*). Uma alternativa para a análise de elementos leves, seria um caso específico de retroespalhamento, chamado de análise por reação nuclear (*Nuclear Reaction Analysis - NRA*). Quando realizada no sistema de microfeixe, a técnica é referida como micro-NRA.

O grande atrativo para a sua aplicação parte do fato de que a técnica é extremamente sensível ao elemento (particularmente ao isótopo) permitindo determinar a sua presença independente do substrato. Sua aplicação ainda é pequena se comparada à micro-PIXE e à micro-RBS, uma vez que pode gerar uma demanda maior de tempo e de número de medidas.

A definição dos parâmetros experimentais necessários para a obtenção do feixe de íons, bem como para a realização de cada técnica analítica, é fundamental para o sucesso na sua aplicação. Cada técnica requer a otimização dos parâmetros experimentais para que sua utilização seja eficaz na finalidade proposta. O presente estudo se insere nesse contexto.

O objetivo é realizar um estudo das potencialidades da técnica de reação nuclear no sistema de microfeixe e viabilizar a caracterização de amostras que contenham elementos leves na sua composição, com foco em materiais orgânicos. Este texto relata o trabalho desenvolvido para a operacionalização da técnica micro-NRA na linha de microfeixe de íons do Laboratório de Implantação Iônica, bem como os testes e aplicações realizados com o intuito de consolidar uma técnica capaz de determinar e mapear elementos leves que não são detectados com as técnicas atualmente em operação.

Posteriormente, os resultados obtidos com a técnica micro-NRA serão comparados com o novo sistema de detecção de raios X de baixa energia recentemente instalado na linha de microfeixe do LII. Esse sistema permite a detecção de elementos leves, a partir do carbono, através da técnica micro-PIXE.

Uma avaliação detalhada dos parâmetros experimentais, tais como: tempo de aquisição de dados, qualidade do espectro e resolução dos mapas elementares, permitirá que se defina o método mais adequado para a caracterização das amostras estudadas.

1.1 ORGANIZAÇÃO DO TRABALHO

Esta tese de doutorado está organizada em seis capítulos, além desta introdução.

O capítulo 2 é composto por uma revisão bibliográfica a respeito da tecnologia de microfeixe e utilização de reações nucleares para análise de materiais. Também neste capítulo é apresentada uma fundamentação teórica a respeito de interações de íons com a matéria, reações nucleares e os principais princípios físicos envolvidos. O capítulo se encerra com uma revisão dos principais fundamentos da técnica PIXE.

O arranjo experimental está descrito no capítulo 3. Informações a respeito do acelerador de íons e detalhamento da linha de microfeixe são apresentados.

O capítulo 4 corresponde aos resultados e discussões. É feito o detalhamento dos procedimentos de simulação e medida das amostras, bem como a discussão dos resultados qualitativos. Complementarmente, o capítulo 5 reúne as aplicações das técnicas de micro-NRA e micro-PIXE.

O capítulo 6 contém as conclusões relacionadas aos dados apresentados, bem como as perspectivas de aplicação da técnica consolidada.

O capítulo 7 é composto por dois anexos. O primeiro anexo descreve, de maneira mais aprofundada, os detectores utilizados para as medidas com micro-PIXE e micro-NRA. O segundo anexo contém uma tabela de raios X característicos que pode ser útil na interpretação dos resultados de micro-PIXE.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA E FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

O sistema de microfeixe para modificação e análise de materiais foi criado no final da década de 60 pelo grupo de Harwell (UK). Em 1979, Cookson¹ revisou os principais parâmetros para a produção de microfeixes e operacionalização de técnicas analíticas, bem como os problemas relacionados e as possíveis aplicações, sendo uma delas o estudo da presença de elementos leves em metais através de reações nucleares. As reações nucleares estão geralmente associadas às análises com micro-PIXE e micro-RBS com o intuito de melhorar a faixa de abrangência dos elementos analisados². Apesar da técnica NRA estar bem estabelecida quando se trata de feixes de dimensões milimétricas³, o uso desta técnica em sistemas de microfeixe de íons segue em desenvolvimento.

A escolha das reações nucleares utilizadas para uma determinada análise leva em conta três parâmetros fundamentais: seção de choque da reação, energia da partícula incidente e a posição angular do detector. Estes valores estão definidos e disponíveis em livros clássicos sobre de feixes de íons^{4,5}.

Mais recentemente, A. F. Gurbich publicou uma revisão das principais seções de choque para diversas reações nucleares. A partir destes dados, desenvolveu e disponibilizou para a comunidade o programa gratuito *SigmaCalc*⁶. O programa permite a simulação das reações variando parâmetros tais como partícula incidente e ângulo do detector dentre outros.

Um banco de dados contendo a maioria das seções de choque experimentais relevantes à análise com feixes de íons chamada IBANDL⁷ também está disponível na internet. Trocellier⁸ e colaboradores publicaram uma lista com as reações nucleares mais usadas, suas respectivas aplicações, a corrente e a área do feixe necessário para atingir o limite mínimo de detecção.

Uma revisão completa sobre a análise de elementos leves através de reações nucleares foi publicada por G. Demortier em 1995⁹. Informações básicas e exemplos de aplicação foram apresentados. Devido às baixas seções de choque, quando comparadas à micro-PIXE, poucos trabalhos utilizam microfeixe para realizar reações nucleares. O autor mostra que a análise de elementos leves por reação nuclear tem pequena ocorrência quando se fala em microfeixe.

O autor também apresenta um apanhado de dados sobre os principais parâmetros para a realização da técnica, tais como energia incidente, ângulo de detecção e seção de choque. É possível perceber através deste artigo que as reações nucleares são uma ferramenta importante para o estudo de distribuição lateral e em profundidade de elementos leves em amostras sólidas.

Os campos de aplicação de reações nucleares induzidas por microfeixe são, basicamente, metalurgia e ciência dos materiais, ciências da terra e cosmoquímica, ciências da vida e ambientais e arqueometria. Metalurgia¹⁰ e ciência dos materiais foram as primeiras áreas de aplicação da combinação de microfeixe e reação nuclear.

2.1. INTERAÇÕES DOS ÍONS COM A MATÉRIA ^{5, 11, 12}

O mecanismo fundamental de interação entre uma partícula eletricamente carregada e um meio material consiste na interação eletromagnética da partícula com os átomos que constituem o meio. A interação eletromagnética resultante da penetração do íon na matéria se manifesta de várias maneiras. O campo elétrico do íon incidente pode produzir excitações ou ionizações nos átomos do alvo. De maneira recíproca, a interação com os átomos do alvo pode excitar ou ionizar o íon incidente bem como fazer com que o mesmo capture elétrons do meio.

As excitações e ionizações do íon incidente ou do alvo ocorrem através da transformação de parte da energia cinética do íon incidente em energia de excitação ou ionização. Como consequência, esta interação íon-matéria resulta no freamento progressivo do íon. Outro efeito que contribui para o freamento do projétil é a transferência de energia cinética para os átomos do alvo como um todo, colocando-os em movimento.

A transferência de energia do íon incidente para os átomos do alvo pode excitar o alvo e provocar a emissão de radiação e/ou partículas carregadas. A probabilidade de que a interação íon-alvo resulte em uma partícula detectada é proporcional à seção de choque diferencial, que possui valores bem estabelecidos para diversas combinações íon-alvo.

A taxa de perda de energia por unidade de comprimento percorrido pelo íon é denominada poder de freamento. O entendimento do freamento dos íons ao atravessar um material é de extrema importância quando se realiza análise de materiais com feixes de partículas carregadas. A profundidade atingida pelos íons está diretamente relacionada com a

perda de energia das partículas incidentes por unidade de distância ($\Delta E/\Delta x$), o que afeta a análise de composição e quantificação do alvo.

A física envolvida no fenômeno de perda de energia é complexa, pois envolve muitos tipos de interações entre o íon incidente e os núcleos e elétrons do alvo. É por esta razão que este fenômeno é alvo de estudos intensos desde o início do século passado.

Com base nestes conceitos, as técnicas de retroespalhamento, reação nuclear e PIXE são descritas, a seguir, em detalhes.

2.2. ESPECTROMETRIA DE RETROESPALHAMENTO - REAÇÕES NUCLEARES^{5, 13}

A espectrometria de retroespalhamento utiliza íons de energia da ordem de MeV e é aplicada extensivamente na determinação precisa da composição de materiais, da distribuição de impurezas e na determinação de espessura de filmes. A medida da energia e do número de íons retroespalhados pelos átomos na região próxima da superfície dos materiais permite a identificação de suas massas atômicas e a determinação da distribuição dos elementos do alvo em função da profundidade da amostra. A sensibilidade desta técnica varia de alguns por cento para elementos de baixo número atômico, até 10 partes por milhão para elementos de alto número atômico.

O conceito da técnica é simples. Um feixe colimado de partículas (prótons ou núcleos de He) incide perpendicularmente na amostra. As partículas que constituem o feixe podem colidir frontalmente com os átomos da amostra. Entretanto, este processo tem baixa probabilidade porque a dimensão dos núcleos atômicos é pequena.

Considerando um alvo fino, praticamente todas as partículas incidentes atravessam o mesmo, sofrendo apenas uma pequena perda de energia. As poucas partículas que colidem com os átomos da amostra sofrem grandes mudanças em sua energia e direção.

Se a amostra é espessa a ponto de não transmitir o feixe, somente as partículas espalhadas em ângulos maiores que 90° com relação à direção de incidência do feixe podem ser detectadas, constituindo o nome *espectrometria de retroespalhamento*.

Esta pequena fração de partículas retroespalhadas atinge a área definida pelo ângulo sólido do detector e pode ser analisada de acordo com a sua energia. Em geral, são utilizados

detectores de estado sólido que produzem um sinal de tensão analógico proporcional à energia da partícula detectada. O sinal é discretizado em intervalos de energia denominados canais. Cada evento de retroespalhamento é registrado como uma contagem no canal respectivo à magnitude do sinal detectado. Ao final da aquisição de dados, cada canal tem registrado um número de contagens respectivo ao número de partículas detectadas, que quando traçado em um gráfico de contagens versus canais constitui o espectro.

Se o espalhamento da partícula incidente com um átomo do alvo for puramente elástico, ou seja, somente forças Coulombianas estão envolvidas e há conservação de energia, então a técnica analítica baseada nesse processo chama-se retroespalhamento Rutherford (*Rutherford Backscattering Spectrometry – RBS*).

Entretanto, se a partícula incidente possui energia suficiente para provocar **reações nucleares e ressonâncias**, denomina-se retroespalhamento não-Rutherford. Neste caso, além da interação eletromagnética por forças Coulombianas entre íon-alvo, também deve ser levado em conta o potencial atrativo da força nuclear sobre o íon incidente.

As concentrações de elementos traço que possuem baixa massa atômica pertencentes a um substrato de massa atômica mais alta são, geralmente, mais difíceis de detectar pela técnica de RBS. A taxa de contagens do substrato é geralmente tão alta que o sinal do elemento mais leve não pode ser distinguido do sinal do substrato. Neste caso, a análise de reação nuclear apresenta grande vantagem pois é extremamente sensível ao elemento (particularmente ao isótopo) permitindo determinar a sua presença independente do substrato.

2.2.1. Princípios Físicos⁵

A interpretação dos sinais presentes no espectro de retroespalhamento tem como base princípios físicos simples. A seguir, uma breve descrição de cada um deles.

Fator Cinemático

É definido como a transferência de energia do projétil para um núcleo da amostra em um processo de espalhamento elástico entre dois corpos. É definido como a razão entre a energia do projétil depois do espalhamento (E_1) e a energia antes do espalhamento (E_0):

$$K = \frac{E_1}{E_0}.$$

Uma representação esquemática de um evento de espalhamento elástico entre dois corpos é apresentada na figura 1.

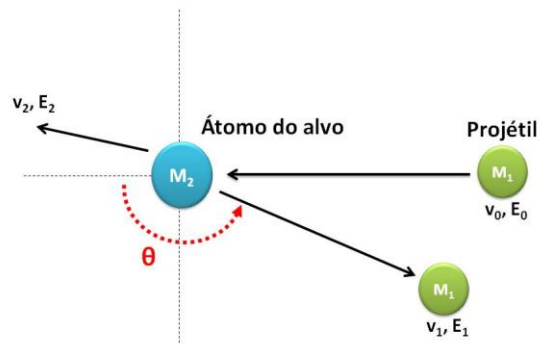


Figura 1: Representação esquemática de um espalhamento elástico entre o projétil e um átomo do alvo.

Seção de Choque Diferencial de Espalhamento

A seção de choque diferencial de espalhamento $\sigma(\theta, E)$ está relacionada com a probabilidade de ocorrência de um evento de espalhamento detectável ocorrido para uma energia E e um ângulo θ (figura 1). Essa seção de choque é definida por:

$$\sigma(\theta, E) \equiv \left(\frac{1}{Nt} \right) \frac{dQ(E)}{Q};$$

onde Nt é o número de átomos do alvo por unidade de área perpendicular ao feixe e $[dQ(E)]/Q$ é a fração de partículas incidentes espalhadas dentro do ângulo sólido $\Omega(\theta)$.

- Seção de choque Rutherford:

Rutherford calculou a seção de choque supondo um potencial Coulombiano:

$$V(r) = \frac{Z_1 Z_2 e^2}{r};$$

onde Z_1 é a carga do projétil e Z_2 é a carga do alvo.

Nessas condições, e considerando que a razão entre as massas M_1 do projétil e M_2 do alvo é muito menor que 1 [$(M_1/M_2) \ll 1$], a seção de choque diferencial no sistema de referência do laboratório é dada por:

$$\sigma_R(E, \theta) \cong 0.02073 \left(\frac{Z_1 Z_2}{4E} \right)^2 \left[\sin^{-4} \left(\frac{\theta}{2} \right) - 2 \left(\frac{M_1}{M_2} \right)^2 \right],$$

com E em unidades de MeV e σ_R em unidades de b/Sr [$1\text{b (barn)} = 10^{-24}\text{cm}^2$].

- Seção de choque não-Rutherford

Resultados experimentais indicam que as seções de choque (σ) observadas experimentalmente se afastam da aproximação de Rutherford σ_R em altas e baixas energias para colisões íon-alvo. A diferença para baixas energias é oriunda do efeito de *screening* das cargas nucleares pelas camadas eletrônicas dos núcleos do alvo, podendo fazer com que o íon incidente capture elétrons do alvo. Estudos indicam que uma correção para estes eventos de baixa energia pode ser descrita, com precisão adequada, de acordo com as equações a seguir:

$$\frac{\sigma}{\sigma_R} = 1 - \frac{0,049 Z_1 Z_2^{4/3}}{E_{CM}} \quad [\text{L'Ecuyer et al. (1979)}] ;$$

$$\frac{\sigma}{\sigma_R} = 1 - \frac{0,0326 Z_1 Z_2^{4/3}}{E_{CM}} \quad [\text{Wenzel and Whaling (1952)}] .$$

Para o caso de altas energias, os valores se desviam dos cálculos de Rutherford em função da presença de forças nucleares de curto alcance. Medidas e cálculos destes desvios podem ser encontrados na literatura⁵, entretanto, não existe um método prático para cálculos precisos destes valores.

A razão σ/σ_R é um fator muito importante na hora de escolher uma reação nuclear para um experimento. Quanto maior for essa razão, maior será a probabilidade de provocar a reação nuclear e, portanto, melhores serão os resultados obtidos.

Seção de Choque de Freamento (Stopping Power)

A perda média de energia de um átomo se movendo através de um meio denso conduz à definição da seção de choque de freamento, relacionada com a capacidade de determinar um perfil de profundidade. Essa perda é definida por:

$$\varepsilon = \frac{1}{N} \frac{dE}{dx} \quad \text{ou} \quad \varepsilon = \frac{1}{\rho} \frac{dE}{dx}$$

onde N é a densidade de volume do alvo (p. ex. átomos/cm³) e ρ é a densidade de massa (p. ex. g/cm³).

O cálculo da perda total de energia (ΔE) dos íons atravessando um material é feito através da integração da seção de choque de freamento:

$$\Delta E = \int \frac{dE}{dx} dx .$$

Alcance (Range)

O alcance projetado é definido como a profundidade média a partir da superfície do alvo em que o íon para. O alcance ao longo do caminho é definido como a distância total que o íon percorre ao longo da sua trajetória. Uma vez que a propagação de íons não é retilínea, o alcance projetado é menor do que o alcance ao longo do caminho. O stragglings de alcance é definido como a largura da distribuição dos alcances ao longo do caminho percorrido.

Stragglings de Energia

O freamento do projétil incidente ocorre com a perda de energia para o meio durante a penetração. Esta perda de energia possui flutuações estatísticas no número de processos de colisão. A variância da distribuição estatística da perda de energia é denominada de *stragglings*. Na análise de materiais com feixes de íons, o processo de *stragglings* amplia as distribuições de energia medidas (alargamento do pico) e prejudica a resolução de profundidade.

Quando a transferência de energia do íon incidente para os elétrons do alvo (colisões individuais) for pequena comparada a largura da distribuição de perda de energia, o perfil de stragglings é próximo de uma Gaussiana.

2.3. EMISSÃO DE RAIOS X INDUZIDA POR PARTÍCULAS – PIXE^{5, 14}

Como o próprio nome já diz, PIXE (*Particle-Induced X-ray Emission*) é uma técnica baseada na produção de raio X característicos induzidos pela interação dos átomos da amostra com um íon que passa pela sua vizinhança. A amostra a ser analisada é irradiada por partículas carregadas aceleradas e os raios X emitidos pela desexcitação dos átomos da amostra são analisados com auxílio de um sistema de detecção.

Micro-PIXE é caracterizada pela incidência do íon na amostra seguindo os princípios do PIXE convencional, entretanto, o feixe incidente é focalizado na ordem de μm^2 e realiza uma varredura pela superfície da amostra, permitindo uma caracterização elementar heterogênea da amostra, sensível à posição.

2.3.1. Princípios Básicos

O feixe de íons que incide na amostra interage com os átomos desta através de um potencial Coulombiano, perdendo energia e consequentemente velocidade. Neste processo de transferência de energia entre o feixe e os átomos da amostra, elétrons das camadas mais internas dos átomos da amostra podem ser ejetados gerando uma vacância em seu lugar. Neste caso dizemos que o átomo se encontra em um estado excitado com excesso de energia correspondente à energia transferida pelo íon incidente. O átomo, então, tende a restabelecer seu estado de menor energia reordenando seus elétrons. Elétrons que estão em camadas mais externas tendem a preencher estas vacâncias e tal transição de camadas pode resultar na emissão de um raio X característico.

Outro processo que pode ocorrer nestas circunstâncias é a emissão de um elétron, chamado elétron Auger. A probabilidade de emissão de um elétron Auger é maior para elementos de baixo número atômico, enquanto que a probabilidade de emissão de um raio X característico é próxima de 1 para elementos pesados e de alguns por cento para os elementos mais leves.

Diz-se que este raio X é característico porque está diretamente relacionado com a diferença de energia das camadas eletrônicas envolvidas na transição. Como cada elemento da tabela periódica tem um arranjo único de camadas eletrônicas, o raio X emitido representa univocamente um determinado elemento da tabela periódica.

A classificação para as linhas de emissão de raio X é feita de acordo com as transições eletrônicas que podem ocorrer dentro do átomo. Se os raios X são provenientes de uma transição da camada L para a camada K, são denominados $K\alpha$, se for uma transição M-K chama-se $K\beta$. Esta notação é extensível para as transições que envolvem outras camadas eletrônicas, como por exemplo, uma transição $M \rightarrow L$ é chamada de $L\alpha$, e assim por diante. A detecção destes conjuntos de raio X permite a construção de um espectro onde os diversos elementos podem, em princípio, ser identificados através da sua energia.

O espectro de energia de raio X consiste em um background contínuo com as linhas de raio X dos átomos presentes na amostra (figura 2). O background que se estende abaixo das linhas de raio X é um dos principais fatores determinantes do limite de detecção para um elemento. Esta região do espectro é resultante de diversos fatores: radiação de freamento do próton incidente e radiação de freamento dos elétrons.

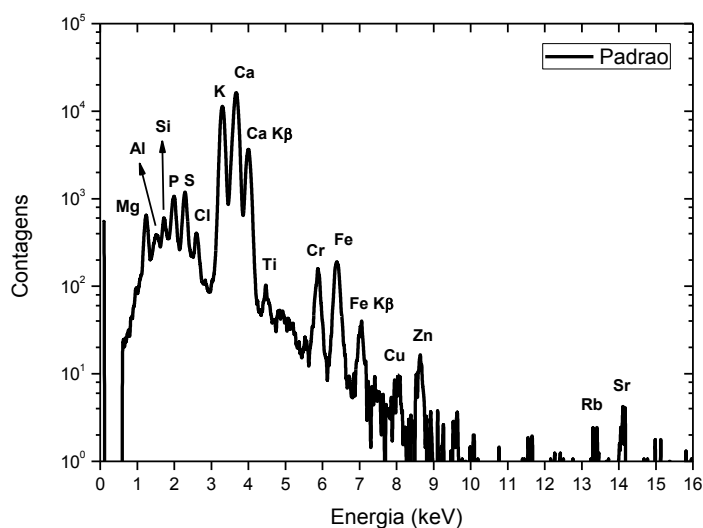


Figura 2: Espectro típico PIXE de contagens em função da energia dos raios X característicos, onde é possível fazer identificação qualitativa dos constituintes da amostra. A amostra correspondente ao espectro é de um padrão utilizado para a calibração do sistema.

3. PARTE EXPERIMENTAL

3.1. ACELERADOR TANDETRON

Os experimentos foram realizados com a aplicação das técnicas de reação nuclear convencional, micro-NRA e micro-PIXE. O Laboratório de Implantação Iônica (LII) do Instituto de Física da UFRGS está equipado com um acelerador eletrostático Tandetron® de tensão terminal de 3MV. A produção de um feixe de íons segue um conjunto de passos que são descritos de maneira simplificada, a seguir, com auxílio da figura 3.

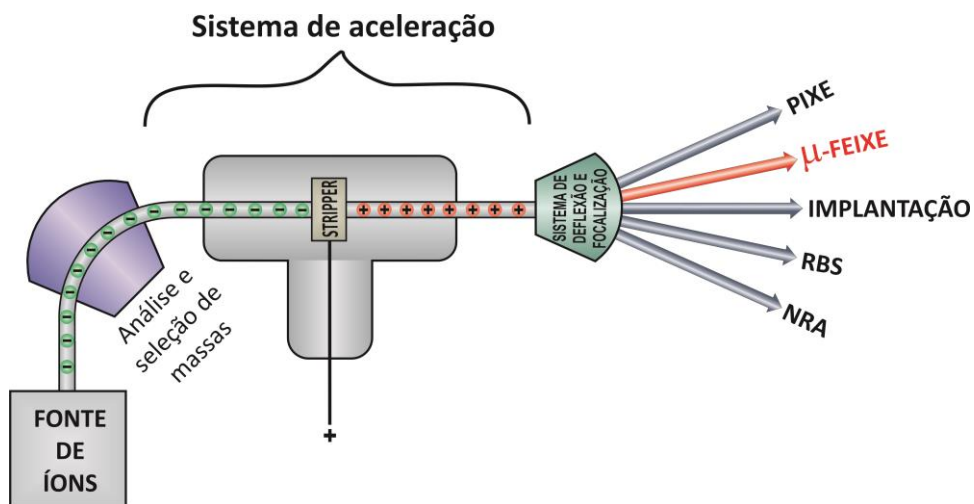


Figura 3: Esquema representativo do acelerador de íons com seus principais componentes, juntamente com as linhas de modificação e análise de materiais.

Na fonte tipo *Duoplasmatron*, elétrons são obtidos de um filamento de platina e confinados em uma região de intenso campo magnético. Para a obtenção de prótons, gás hidrogênio é introduzido nessa região onde ocorre a produção de íons H⁺. Para a produção de partículas alfa, o processo é o mesmo, porém com a introdução de gás de hélio.

Os íons gerados pela fonte são injetados no acelerador por um sistema de lentes magnéticas e fendas mecânicas ajustáveis, responsáveis por selecionar os íons de acordo com suas massas e direcioná-los até o terminal positivo do acelerador. Neste caso, os íons negativos são atraídos pelo potencial positivo, ganhando energia cinética. No terminal positivo, os íons

perdem seus elétrons em um *stripper* gasoso de N_2 , tornando-se íons H^+ . A carga positiva é repelida pelo terminal positivo, conferindo maior energia cinética aos íons. Após a aceleração, um sistema de deflexão e focalização de partículas carregadas direciona os íons para uma das linhas experimentais.

3.2. A LINHA DE MICROFEIXE

Em geral, na linha de microfeixe são utilizados íons de elementos leves com massa entre 1 e 4 u.m.a. (prótons e partículas alfa) com energias que variam entre 0,5 e 4 MeV.

A linha de microfeixe do LII é composta basicamente por:

- um conjunto de fendas ajustáveis que promovem a redução inicial do tamanho feixe;
- um sistema de varredura (*scanner*) acoplado a um sistema de três lentes magnéticas (*Oxford Microbeams®*) que focalizam o feixe nas dimensões desejadas;
- uma câmara de reações onde se encontram os detectores e a amostra a ser analisada. Esta câmara opera com vácuo da ordem de 10^{-6} mbar.

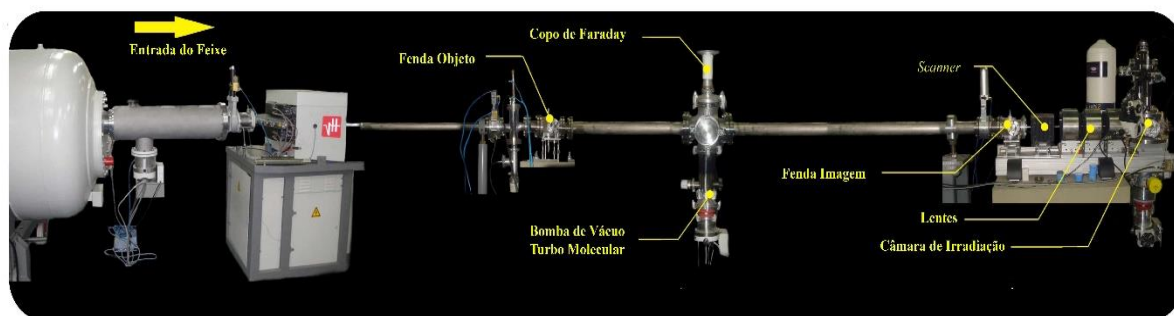


Figura 4: Imagem panorâmica da linha de microfeixe de íons do LII-UFRGS, com seus principais componentes.

Ao entrar na linha de microfexa, o feixe de íons tem seção transversal da ordem de milímetros quadrados. A primeira etapa de redução do tamanho do feixe ocorre na fenda objeto, que age como uma barreira física, limitando a passagem do feixe. A segunda redução é feita na fenda imagem, que evita a passagem de feixes muito divergentes. A terceira e última etapa de demagnificação é feita pelo sistema de lentes magnéticas que focalizam o feixe na dimensão desejada.

O sistema de varredura fica posicionado antes das lentes para garantir que essas fiquem o mais próximo possível da amostra, resultando em um feixe com melhor focalização e menor dimensão.

Dentre os métodos disponíveis para a focalização do feixe de íons, as lentes magnéticas quadrupolares são mais comumente utilizadas, pois têm forte efeito de foco, uma vez que as linhas do campo magnético são perpendiculares ao vetor velocidade do íon.

Um quadrupolo magnético é basicamente um eletroímã com quatro polos arranjados de maneira alternada (N-S-N-S) ao redor da região por onde o feixe passa. Uma única lente produz uma focalização em linha, ao invés de um ponto. Para obter o formato pontual do feixe, é necessária uma combinação de duas, ou mais, lentes quadrupolares com alternância de polaridade e força (figura 5).

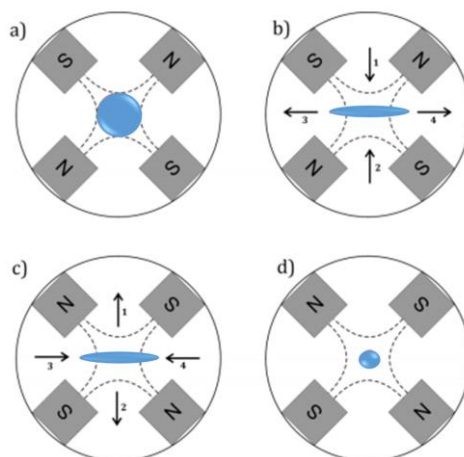


Figura 5: Representação da focalização do feixe pela combinação de dois quadrupolos magnéticos. Em (a) é possível observar a entrada do feixe na primeira lente. Em (b) o feixe sofre atuação dos campos magnéticos aplicados, convergindo verticalmente e divergindo horizontalmente. A seguir, na segunda lente (c) os polos estão arranjados de maneira invertida, promovendo então a convergência do feixe no sentido horizontal (d).

O sistema de focalização da linha de microfexa do LII é composto por três lentes eletrostáticas (sistema tripleto) conectadas às fontes de tensão (PS1 e PS2). A tensão aplicada na lente 1 é responsável pelo foco no sentido horizontal, enquanto que a tensão aplicada às lentes 2 e 3 corresponde ao foco no sentido vertical (figura 6). Os valores das tensões aplicadas nas lentes dependem da natureza do íon incidente, bem como da sua energia.

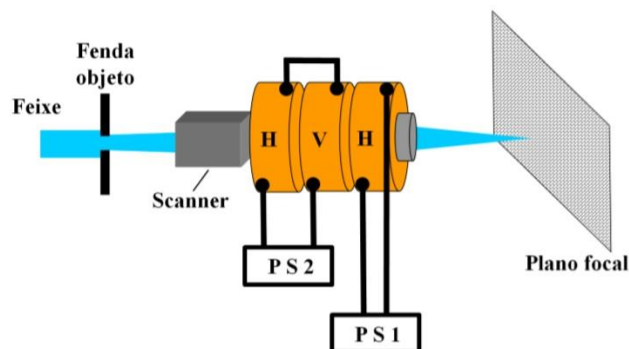


Figura 6: Ilustração do arranjo das lentes magnéticas da linha de microfexa do LII. A tensão aplicada na lente 1 é responsável pelo foco no sentido horizontal, enquanto que a tensão aplicada às lentes 2 e 3 corresponde ao foco no sentido vertical.

A câmara de reações do sistema de microfexa opera em vácuo (10^{-6} mbar) e conta com diversos detectores posicionados de acordo com a necessidade de cada técnica. O detector de reações nucleares está posicionado em um ângulo de 158° em relação à linha de incidência do feixe, e o detector de micro-PIXE posicionado em um ângulo de 135° em relação à linha de incidência do feixe (Figura 7).

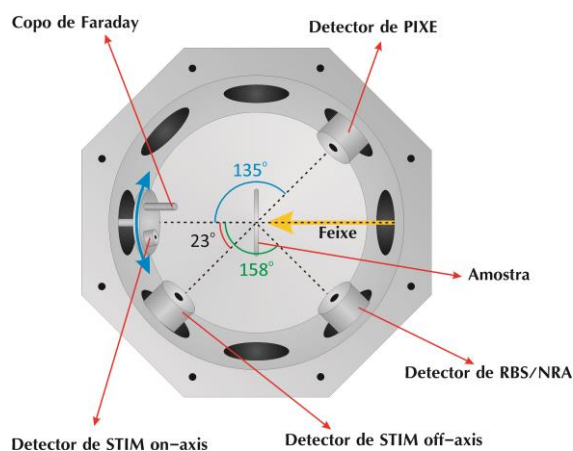


Figura 7: Esquema representativo da câmara de reações do microfexa e seus detectores.

Para a detecção das partículas resultantes das reações nucleares (prótons e partículas alfa) é utilizado um detector de Si de barreira de superfície. A quantidade de carga coletada no detector devido a interação da partícula incidente com o Si é praticamente linear (cerca de 3,6-3,7 eV por par elétron-lacuna). Este detector possui área efetiva de 25 mm² e resolução típica da ordem de 14 keV, podendo variar um pouco de acordo com o íon incidente.

A detecção dos raios X característicos resultantes de PIXE é realizada com um detector tipo SDD (*Silicon Drift Detector*) com janela ultrafina AP3.3¹⁵. O sensor possui área efetiva de 30 mm² e espessura de 450 µm. Este tipo de detector interage com a radiação incidente através de efeito fotoelétrico e sua resolução fica em torno de 134 eV em 5.9 keV (Mn linha K α) e 68 eV em 277 eV (C linha K α). Um detalhamento mais abrangente a respeito dos detectores utilizados neste sistema está descrito na seção 7.1 deste trabalho.

As amostras são inseridas na câmara de reações com auxílio de um suporte feito de aço inoxidável, com cinco posições onde são afixados os suportes de alumínio com as amostras. A posição 1 é destinada ao arranjo de amostras utilizadas para ajustes de foco e tamanho do feixe: telas de cobre com diferentes configurações de telas (75, 600, 1500 e 2000 mesh, *SPI Supplies*[®]), uma lâmina de quartzo e um cristal de YAG. As demais posições ficam disponíveis para as amostras. Adicionalmente, o suporte de amostras é conectado a um manipulador eletromecânico de precisão micrométrica, controlado por computador, que permite posicionar as amostras de acordo com um sistema de referência cartesiano X Y Z.

O sistema se completa com um conjunto eletrônico de aquisição de dados, bem como de controle de intensidade e varredura do feixe. O programa utilizado para a aquisição de dados é o OMDAQ 2007[®], desenvolvido por Geoff Grime e Mike Dawson¹⁶. O tratamento qualitativo dos dados pode ser feito com o próprio programa de aquisição de dados. Atualmente as análises quantitativas de micro-PIXE são realizadas paralelamente com o programa GUPIXWIN¹⁷⁻²⁰.

3.3. A LINHA DE REAÇÃO NUCLEAR E RBS

A câmara de reações utilizada para as medidas de NRA é a mesma utilizada para as medidas de RBS e é similar à câmara de reações do sistema de microfeixe. Neste caso, porém, os detectores estão posicionados ao longo do plano perpendicular à linha de incidência do feixe. O sistema é composto por dois detectores de barreira de superfície, posicionados em um ângulo de 165° em relação à linha de incidência do feixe (figura 8). As medidas são realizadas em vácuo (10^{-6} mbar).

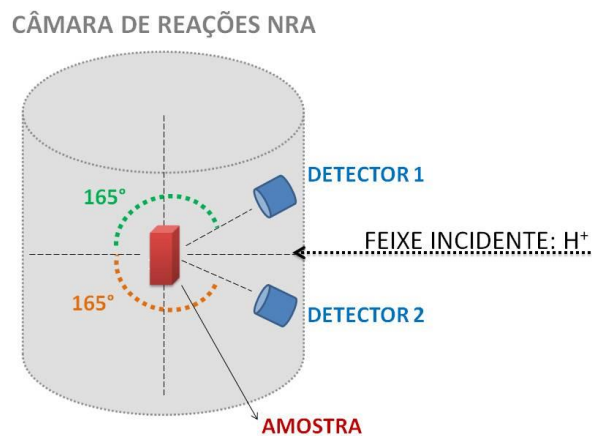


Figura 8: Esquema simplificado da câmara de reações de NRA e o posicionamento de seus detectores.

A aquisição dos dados é feita através de um programa desenvolvido pelos pesquisadores do LII, associado ao equipamento. Posteriormente, as informações das medidas podem ser tratadas em programas gráficos tradicionais, como o Origin®, ou em programas mais específicos para simulações de reações nucleares, como o SIMNRA²¹.

4. RESULTADOS E DISCUSSÕES

A realização de análises com reação nuclear depende de informações preliminares sobre as energias e as seções de choque dos elementos que se deseja estudar. Embora existam muitas publicações que forneçam os parâmetros ideais para cada experimento, é importante confirmá-los e ajustá-los no seu próprio arranjo experimental.

4.1. SIMULAÇÕES

Com o objetivo de otimizar a parte experimental, foram realizadas simulações das reações nucleares de interesse com o auxílio do programa *SigmaCalc*⁶. Este programa permite estimar as seções de choque das reações a partir de um banco de dados composto de resultados experimentais e fundamentos teóricos. As simulações resultantes fornecem informações sobre as energias onde ocorrem as melhores ressonâncias de cada elemento.

Os resultados provenientes das simulações são expressos em gráficos que apresentam a seção de choque da reação em função da energia da partícula incidente. Como as reações dependem do ângulo de espalhamento, é necessário levar em conta este parâmetro. De acordo com a literatura, as melhores seções de choque são obtidas em ângulos entre 170° e 180°. Entretanto, as restrições geométricas da câmara de microfeixe limitaram o posicionamento do detector a um ângulo máximo de 158°. Desta forma, o valor do ângulo do detector na câmara de reações da linha de microfeixe foi utilizado para as simulações.

As simulações foram realizadas para três elementos: C, N e O. Dois tipos de partícula incidente foram utilizados, de acordo com as possibilidades de cada reação: prótons (H^+) e partículas alfa (He^{2+}). As figuras 9 a 13 mostram os resultados das simulações.

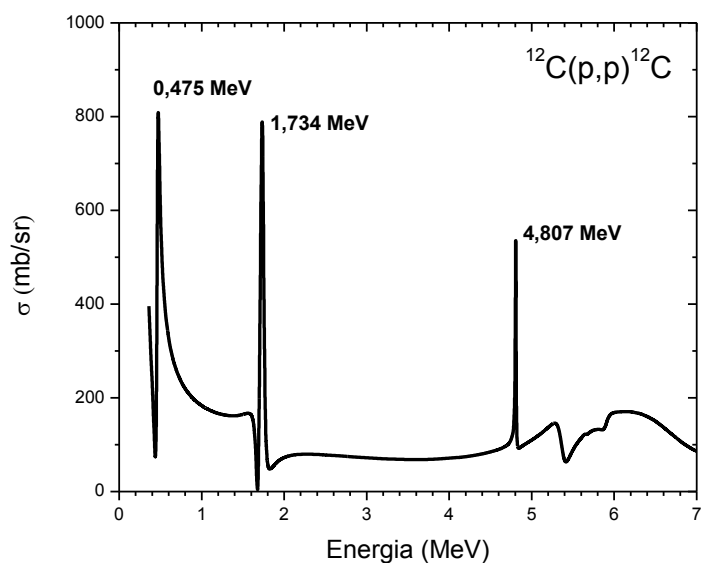


Figura 9: Simulação com *SigmaCalc* para as seções de choque de NRA do carbono, a um ângulo de espalhamento de 158° , com incidência de próton.

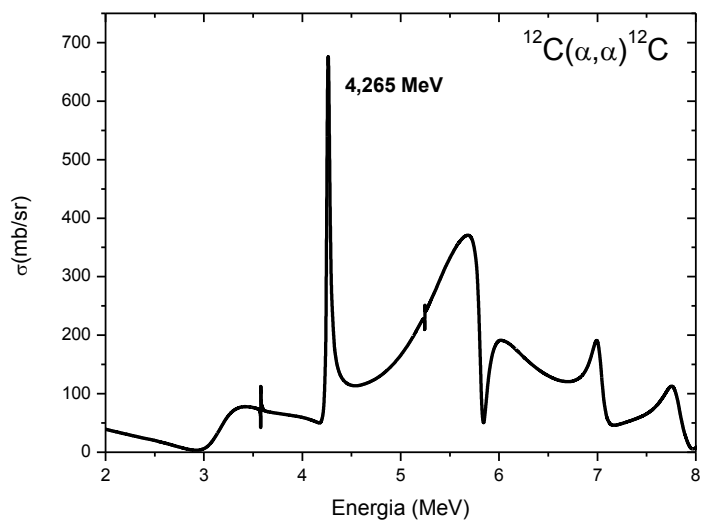


Figura 10: Simulação com *SigmaCalc* para as seções de choque de NRA do carbono, a um ângulo de espalhamento de 158° , com incidência de partícula alfa.

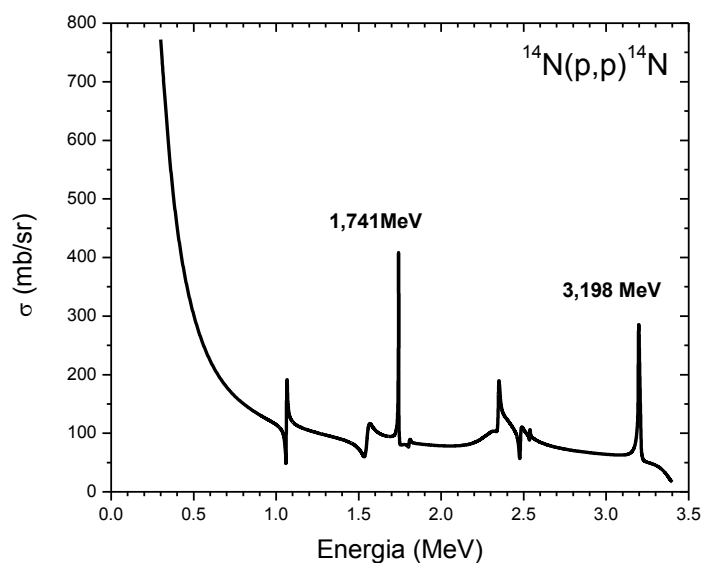


Figura 11: Simulação com *SigmaCalc* para as seções de choque de NRA do nitrogênio, a um ângulo de espalhamento de 158°, com incidência de próton.

A simulação com *SigmaCalc* não indica uma reação para o nitrogênio em uma energia acima de 3,198 MeV. Entretanto, Radović²² sugere que há uma reação mais intensa na região de 3,87 MeV. Desta forma, este valor também foi considerado nas medidas experimentais.

Reações nucleares com incidência de partícula alfa não foram realizadas no caso do nitrogênio. O principal motivo é a baixa seção de choque da reação, ou seja, uma razão entre a seção de choque observada com a seção de choque de Rutherford (σ/σ_R) muito pequena (neste caso igual a 3 de acordo com Feng²³).

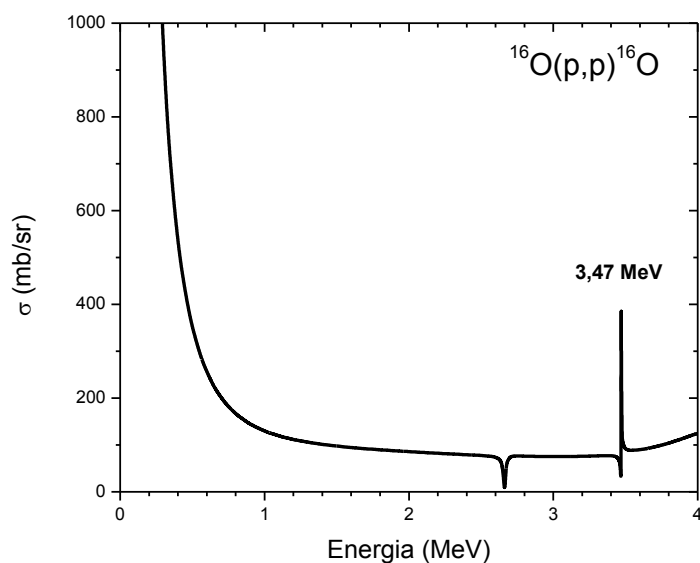


Figura 12: Simulação com *SigmaCalc* para as seções de choque de NRA do oxigênio, a um ângulo de espalhamento de 158° , com incidência de próton.

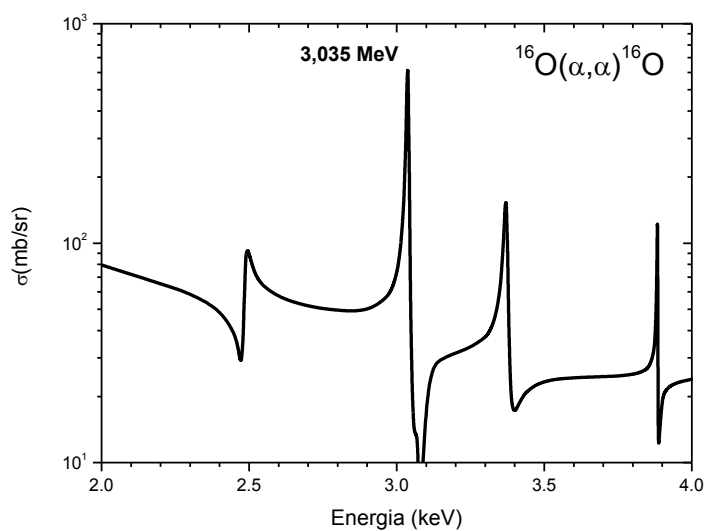


Figura 13: Simulação com *SigmaCalc* para as seções de choque de NRA do oxigênio, a um ângulo de espalhamento de 158° , com incidência de partículas alfa.

4.1.1. Variações Angulares

Também foram realizadas simulações levando em conta variações nos ângulos de espalhamento. Isto foi importante para verificar se a variação angular decorrente do arranjo experimental prejudicaria, ou não, os experimentos posteriores. As simulações foram realizadas de acordo com três ângulos: 170° (referências bibliográficas), 165° (câmara de reações de NRA), 158° (câmara de reações do microfeixe).

A simulação indica que existe, de fato, uma dependência com o ângulo de espalhamento, no entanto, não compromete a realização do experimento no caso do microfeixe (158°).

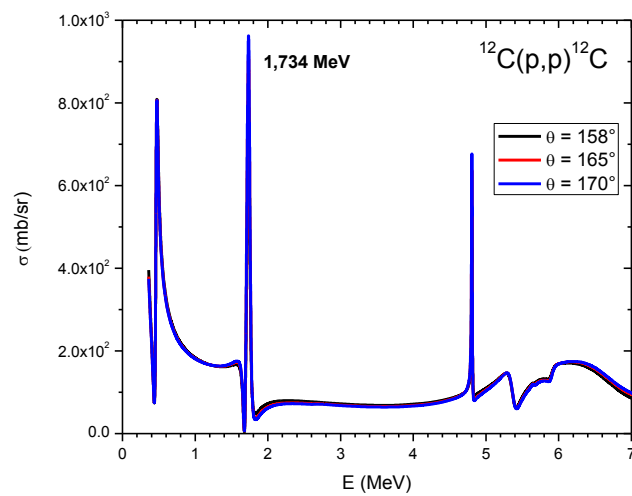


Figura 14: Simulação com *SigmaCalc* para as seções de choque de NRA do carbono, com três ângulos de espalhamento de 158° , 165° e 170° .

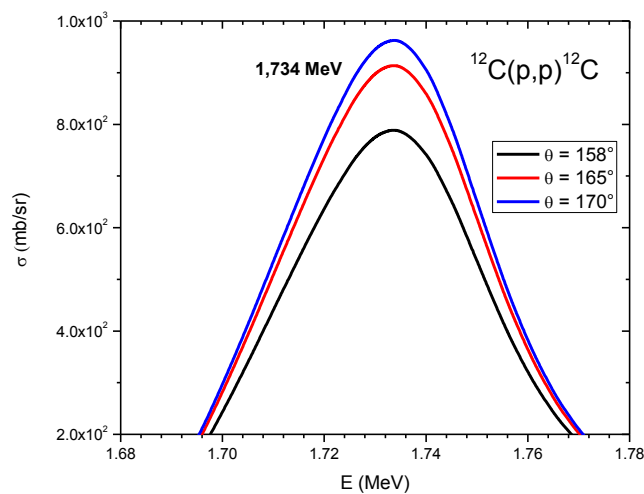


Figura 15: Zoom da região do pico de 1,734 MeV da figura 14.

4.2. ANÁLISES POR REAÇÃO NUCLEAR – FEIXE CONVENCIONAL

Com base nas simulações anteriormente apresentadas, foram iniciados os experimentos de reação nuclear individualmente para cada elemento. Inicialmente realizou-se a NRA com feixe milimétrico estacionário (convencional) para verificar a melhor energia de reação de cada elemento. Esta escolha foi realizada baseada no fato de que o feixe milimétrico tem maior seção transversal (4 mm^2) e é mais intenso (30 nA), diminuindo o tempo de aquisição de dados.

Primeiramente fez-se uma medida em uma energia fora do valor da reação para caracterizar o espectro de fundo (*backgrounds*). Posteriormente, os valores de energia resultantes das simulações foram testados.

Como visto anteriormente, as reações nucleares têm uma dependência com o ângulo de espalhamento. Desta forma, fizemos medidas com variações dos valores da energia com o intuito de encontrar um valor ótimo para realizarmos o experimento, uma vez que o ângulo na câmara de NRA é 165° .

Os resultados experimentais foram organizados da seguinte forma: primeiramente de acordo com o elemento estudado e, em seguida, pelas partículas incidentes utilizadas, de forma a facilitar a leitura e discussão dos dados. A tabela 1 mostra um resumo das reações testadas e seus parâmetros. A ressonância em 4,807 MeV não foi utilizada nas medidas experimentais em função da limitação da tensão terminal do acelerador.

Tabela 1: Resumo dos resultados das simulações, indicando as possíveis energias de ressonância para cada elemento, de acordo com a partícula incidente.

Elemento	Valores de energia (MeV)	
	H^+ (p,p)	He^{2+} (α,α)
C	0,475; 1,734; 4,807	4,265
N	1,741; 3,198; 3,870	-
O	3,470	3,035

4.2.1. Carbono

Uma amostra de grafite foi escolhida para determinar a melhor energia de reação para o carbono. Foram utilizadas energias um pouco acima e um pouco abaixo do valor simulado para verificar em que valor é possível se obter o melhor pico e, portanto, a melhor taxa de contagens.

4.2.1.1. Prótons

Como pode ser visto na figura 16, não há um pico de reação bem definido no primeiro valor de energia estimado pela simulação (0,475 MeV). Esta energia então foi desconsiderada.

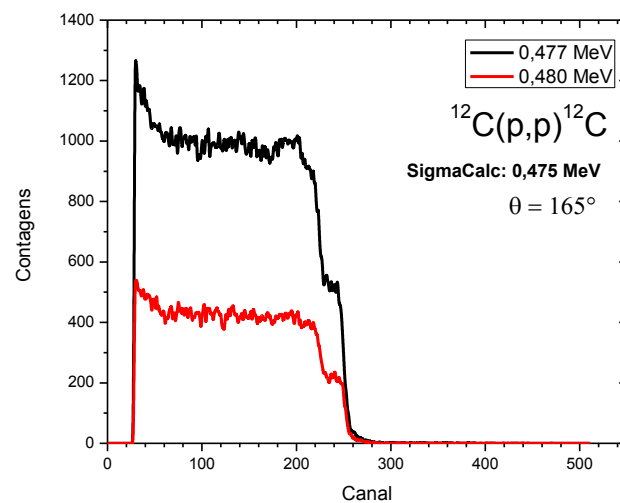


Figura 16: Taxa de produção da reação $^{12}\text{C}(p,p)^{12}\text{C}$ em função do canal, para duas energias: 0,477 MeV e 0,480 MeV.

O segundo valor presente nas simulações indica a presença de uma reação bem definida em 1,73 MeV, em acordo com o valor calculado pela simulação (figura 17).

Desta forma, estipulou-se que a melhor energia para realizar a reação do carbono com próton, na câmara de reações convencional é 1,73 MeV.

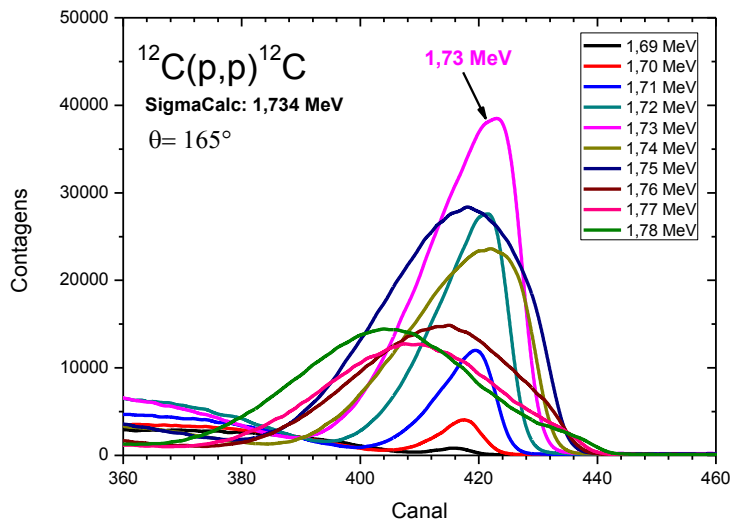


Figura 17: Taxa de produção da reação $^{12}\text{C}(p,p)^{12}\text{C}$ em função do canal, para energias próximas ao valor da simulação.

4.2.1.2. Partículas Alfa

A medida com incidência de partículas alfa indica uma reação bem definida próxima ao valor de energia indicado pelas simulações. O critério para a escolha da melhor energia está baseado na maior área efetiva do pico da reação, na superfície da amostra. Conforme a curva se desloca para a esquerda, no eixo dos canais, mais internamente está ocorrendo a reação.

Desta forma, de acordo com os resultados apresentados nas figuras 18 e 19, a melhor energia para a realização da reação do carbono com incidência de partículas alfa é 4,27 MeV.

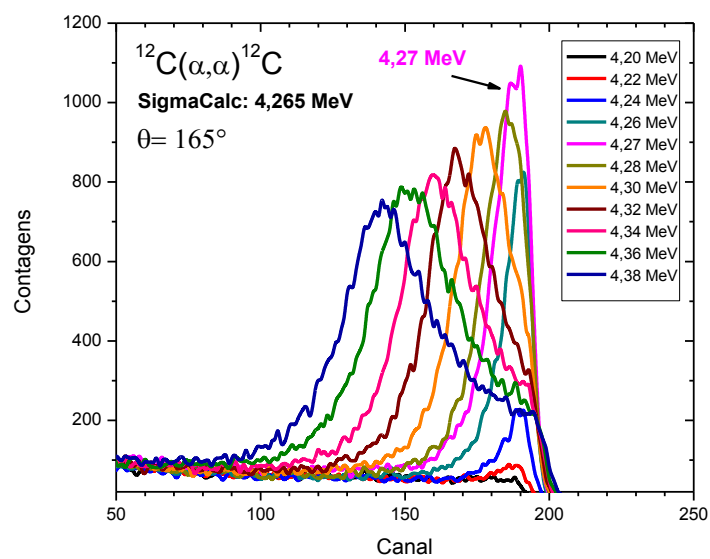


Figura 18: Taxa de produção da reação $^{12}\text{C}(\alpha, \alpha)^{12}\text{C}$ em função do canal, para energias próximas ao valor simulado.

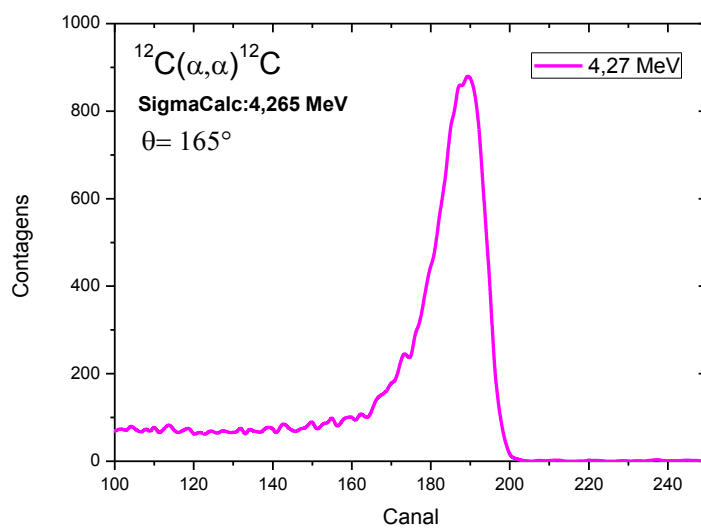


Figura 19: Energia definida para os testes da reação $^{12}\text{C}(\alpha, \alpha)^{12}\text{C}$.

4.2.2. Nitrogênio

Para o estudo do nitrogênio foi utilizada uma amostra de nitreto de boro. Da mesma forma como foi feito para o carbono, foram utilizadas energias um pouco acima e um pouco abaixo dos valores resultantes da simulação.

Reações com incidência de partículas alfa não foram realizadas para o caso do nitrogênio porque a razão entre as seções de choque Rutherford e não-Rutherford é muito pequena (da ordem de 3 vezes), impossibilitando a realização do experimento.

4.2.2.1. Prótons

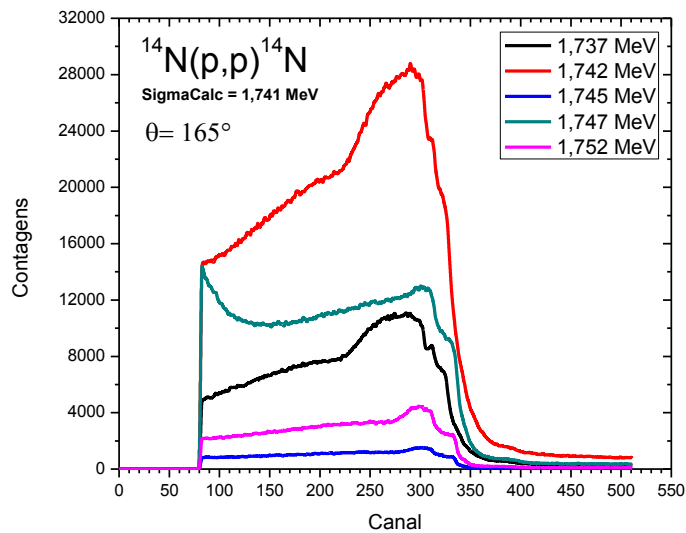


Figura 20: Taxa de produção da reação $^{14}\text{N}(p,p)^{14}\text{N}$ em função do canal, para cinco valores de energia próximos ao valor simulado.

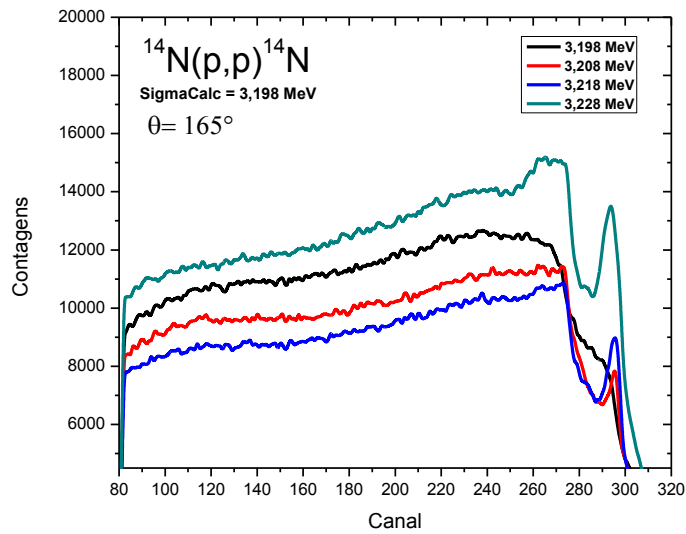


Figura 21: Taxa de produção da reação $^{14}\text{N}(p,p)^{14}\text{N}$ em função do canal, para valores de energia próximos ao valor simulado.

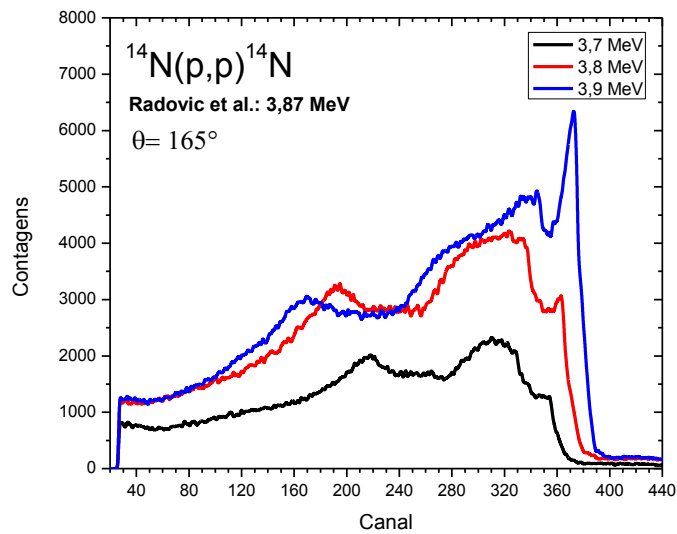


Figura 22: Taxa de produção da reação $^{14}\text{N}(p,p)^{14}\text{N}$ em função do canal, para três valores de energia próximos ao valor simulado.

Como pode ser observado, o pico obtido para uma energia incidente de 3,9 MeV está bem separado das estruturas de energias mais baixas, tornando-o assim adequado para sua utilização no trabalho proposto.

4.2.3. Oxigênio

O estudo das reações nucleares do oxigênio foi realizado com auxílio de uma amostra de MoO_3 para incidência de próton, e uma amostra SiO_2 para incidência de partículas alfa. Da mesma forma como foi feito anteriormente, foram utilizadas energias um pouco acima e um pouco abaixo dos valores indicados na simulação.

4.2.3.1. Prótons

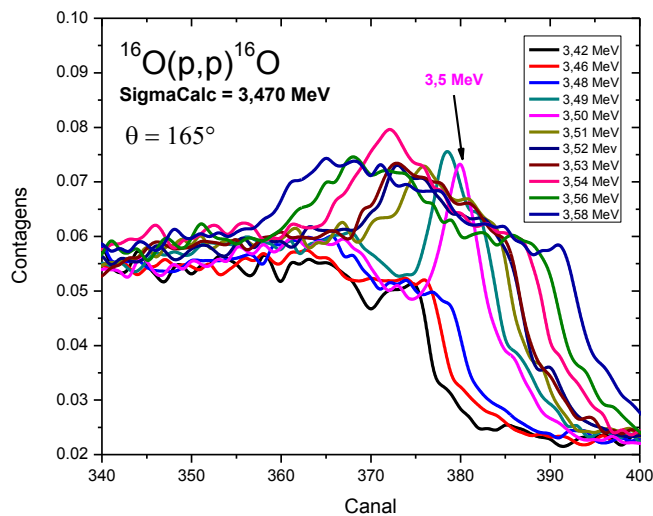


Figura 23: Taxa de produção da reação $^{16}\text{O}(p,p)^{16}\text{O}$ em função do canal, para valores de energia próximos ao valor indicado pela simulação.

De acordo com a figura 23, a melhor energia para a reação $^{16}\text{O}(p,p)^{16}\text{O}$ é 3,5 MeV. A figura 24 mostra a curva respectiva a esta energia, separadamente.

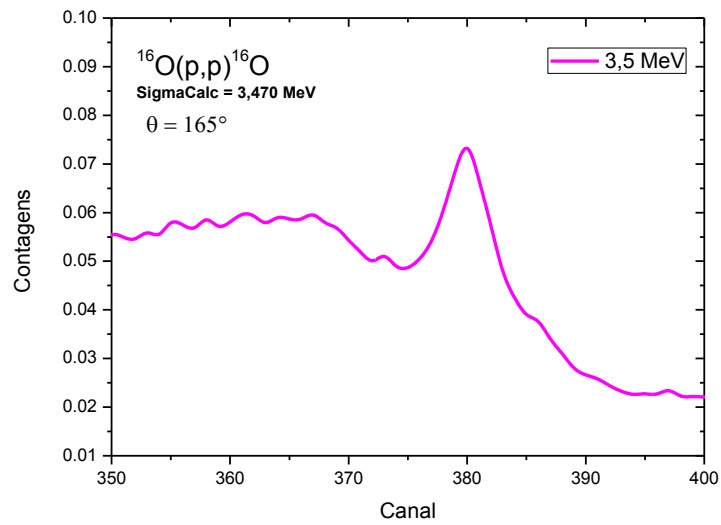


Figura 24: Gráfico individual da energia definida para os testes da reação $^{16}\text{O}(p,p)^{16}\text{O}$.

4.2.3.2. Partículas Alfa

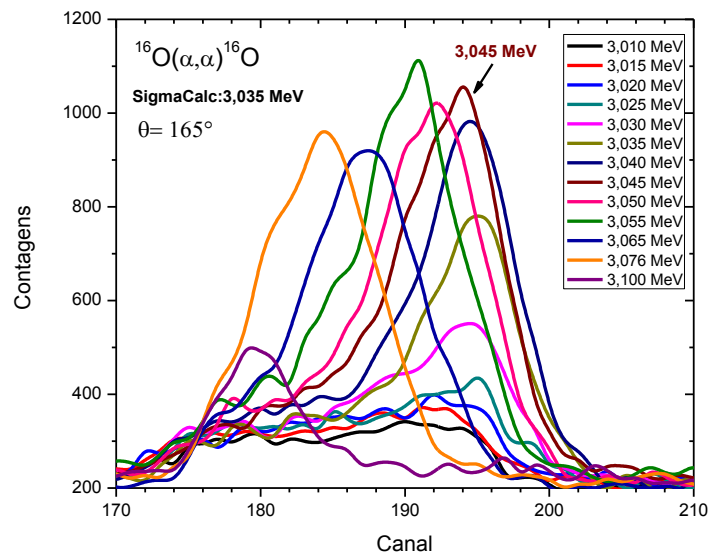


Figura 25: Taxa de produção da reação $^{16}\text{O}(\alpha,\alpha)^{16}\text{O}$ em função do canal, para valores de energia próximos ao valor simulado.

Para o caso de incidência de partículas alfa, o melhor pico de reação foi obtido em 3,045 MeV.

4.3. ANÁLISES POR REAÇÃO NUCLEAR – MICROFEIXE

O passo seguinte foi estabelecer o melhor valor de energia para as reações no sistema de microfeixe, com base nos resultados apresentados na seção 4.2.

4.3.1. Carbono

4.3.1.1. Prótons

A mesma amostra de grafite foi levada à câmara de reações da linha de microfeixe. Foi realizado o mapeamento das energias próximas do valor estabelecido para a reação, com valores um pouco acima e um pouco abaixo de 1,73 MeV.

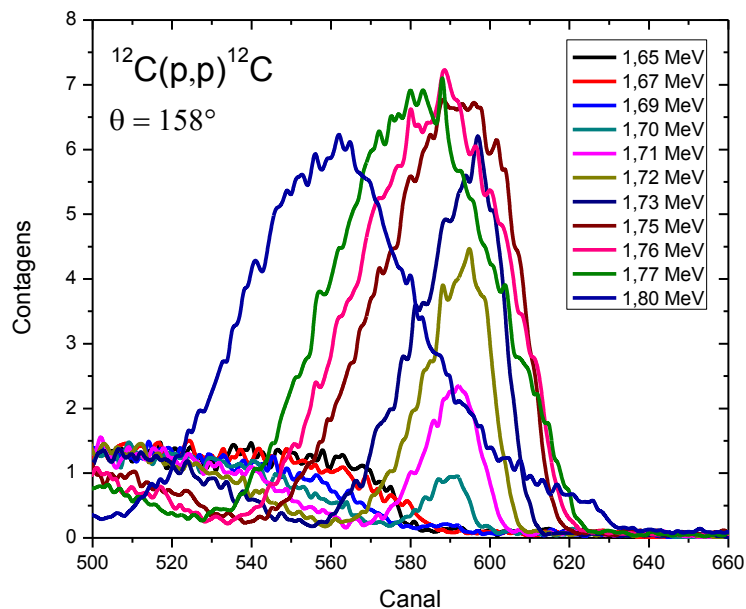


Figura 26: Taxa de produção da reação $^{12}\text{C}(p,p)^{12}\text{C}$ em função do canal, para energias entre 1,650 MeV e 1,8 MeV.

Adicionalmente, mediu-se uma amostra de filme fino de carbono (DLC[®] Micromatter). As curvas da reação podem ser observadas na figura 27.

De acordo com estes dados pode-se observar que, para a geometria do sistema de microfeixe, a melhor energia de reação é 1,74 MeV.

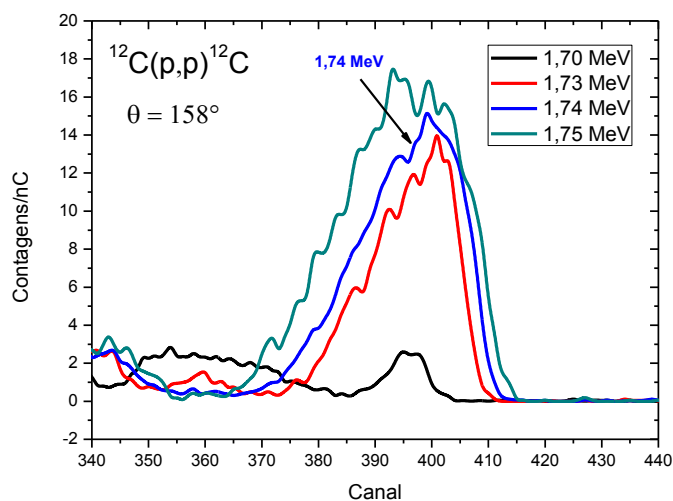


Figura 27: Taxa de produção da reação $^{12}\text{C}(p,p)^{12}\text{C}$ em função do canal, para energias entre 1,70 MeV e 1,75 MeV.

4.3.1.2. Partículas Alfa

Após as medidas com próton, testou-se a reação com incidência de partículas alfa em 4,3 MeV. Apesar de formar o pico de reação no espectro, a taxa de contagens é muito baixa, inviabilizando a utilização desta reação para análises posteriores.

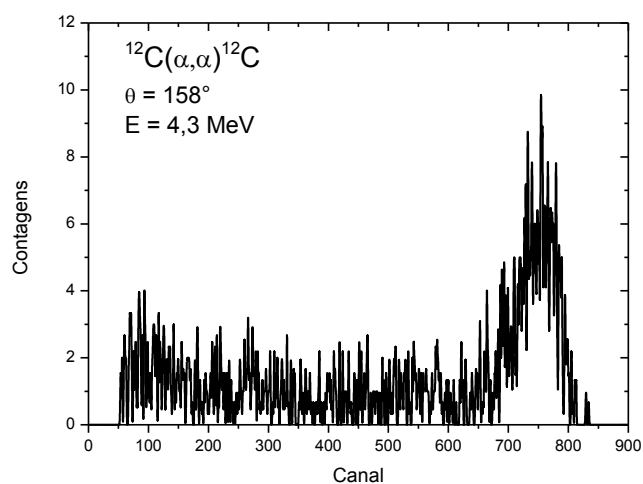


Figura 28: Gráfico representativo da taxa de produção da reação $^{12}\text{C}(\alpha,\alpha)^{12}\text{C}$ em função do canal, para 4,3 MeV.

4.3.2. Nitrogênio

A amostra de nitreto de boro foi levada à câmara de reações da linha de microfexa, seguindo o mesmo procedimento realizado para o carbono. Foi realizado o mapeamento das energias próximas do valor estabelecido para a reação, com valores um pouco acima e um pouco abaixo de 3.87 MeV.

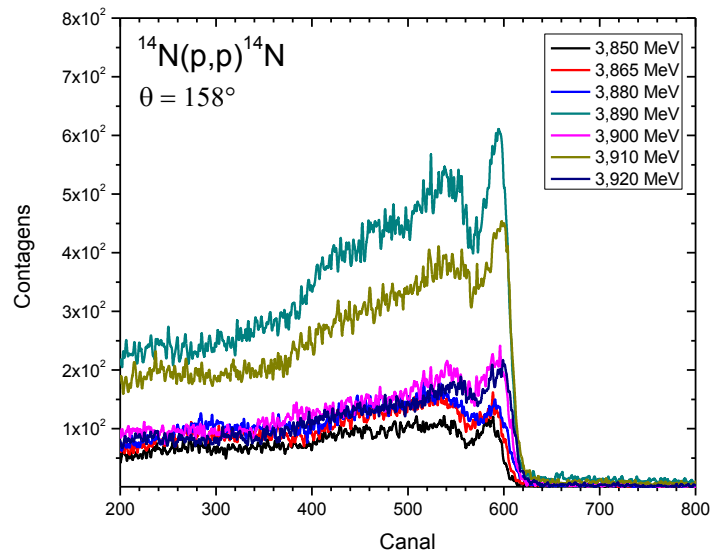


Figura 29: Gráfico representativo da taxa de produção da reação $^{14}\text{N}(p,p)^{14}\text{N}$ em função do canal, para energias entre 3,85 MeV e 3,92 MeV.

Como pode ser observado na figura 29, a varredura de energias no microfexa não resultou em uma razão entre as seções de choque Rutherford e não-Rutherford satisfatória para realizar medidas e aquisição de dados através de reação nuclear para este elemento. Uma possível explicação para esse resultado pode ser a dependência da seção de choque com o ângulo de incidência do feixe na amostra. De fato, esse pico não aparece nas simulações do programa *SigmaCalc*. Segundo o trabalho de Radović²², esse pico foi observado em 118° , enquanto que o ângulo de detecção na câmara de microfexa é de 158° .

4.3.3. Oxigênio

A amostra de MoO₃ foi levada à câmara de reações do microfeixe para análise assim como descrito anteriormente para C e N. Testou-se energias próximas de 3,5 MeV.

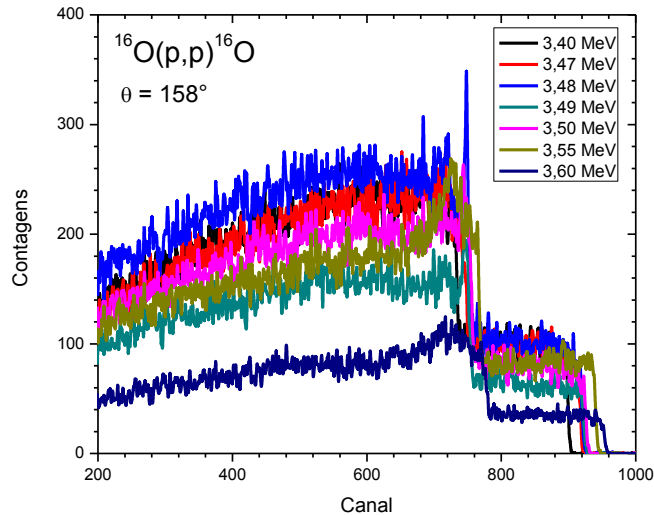


Figura 30: Gráfico representativo da taxa de produção da reação $^{16}\text{O}(p,p)^{16}\text{O}$ em função do canal, para energias entre 3,4 MeV e 3,6 MeV.

De acordo com os resultados apresentados na figura 30, pode-se concluir que a reação $^{16}\text{O}(p,p)^{16}\text{O}$ ocorre em 3,48 MeV no sistema de microfeixe. Com auxílio da figura 31 é possível observar que apesar de formar o pico de reação no espectro, a taxa de contagens da reação é muito baixa ($\sigma/\sigma_R \sim 1,4$), inviabilizando a sua utilização para análises posteriores.

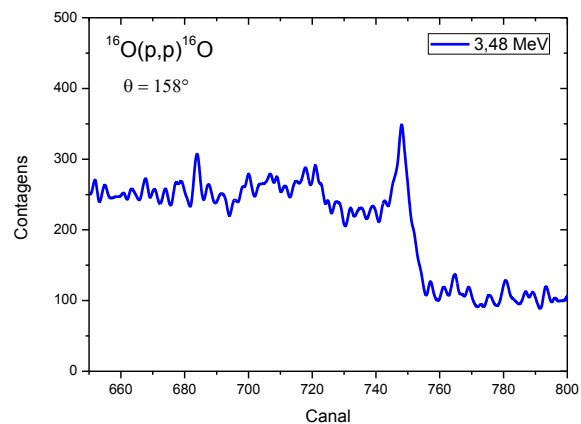


Figura 31: Gráfico individual da energia definida para a reação $^{16}\text{O}(p,p)^{16}\text{O}$.

5. APLICAÇÕES

Uma vez estabelecida a melhor energia para realizar a reação nuclear do carbono no microfeixe, realizou-se uma análise em uma amostra que não fosse o padrão de grafite utilizado nas simulações e testes.

Para as aplicações foram utilizadas três amostras:

- a) Um fio de cabelo humano;
- b) Uma malha de nylon (SPI Supplies[®], *Nylon Mesh*, #418nm);
- c) Um fragmento de asa de borboleta;
- d) Uma fatia de cérebro de rato;

Nesta etapa, foram realizadas medidas de micro-PIXE e micro-NRA simultaneamente. As medidas foram realizadas com um feixe de prótons de 1,74 MeV. Os tamanhos das varreduras, bem como os tempos de medida e as cargas acumuladas variaram de acordo com a amostra analisada. A tabela 2 mostra os principais parâmetros de cada medida.

Tabela 2: Principais parâmetros das medidas realizadas com microfeixe para as quatro amostras.

Amostra	Descrição	Tempo de medida (min)	Corrente média (pA)	Tamanho do scan (μm^2)	Espessura (μm)
1	Fios de cabelo	20	99,5	300 X 300	43
2	Malha de nylon	20	93,2	300 X 300	62
3	Asa de borboleta	55	69	300 X 300	45
4	Fatia de cérebro	30	116,5	300 X 300	98

A figura 32 mostra os picos da reação $^{12}\text{C}(p,p)^{12}\text{C}$ obtido durante as medidas, para cada uma das amostras analisadas.

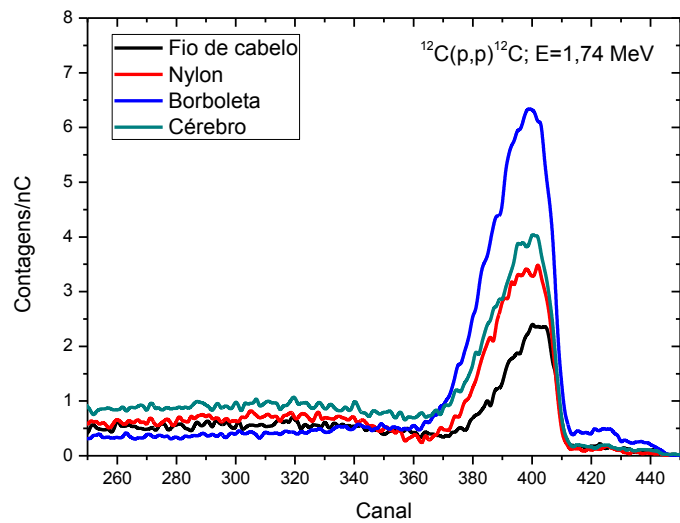


Figura 32: Reação nuclear do carbono para as três amostras analisadas. As curvas estão normalizadas pela carga incidente.

Os espectros de micro-PIXE das amostras são apresentados nas figuras 33 a 36. Estes espectros estão normalizados pela carga acumulada durante as medidas. Os elementos são identificados com auxílio da tabela de energia de emissão de raios X, anexada no capítulo 7.2.

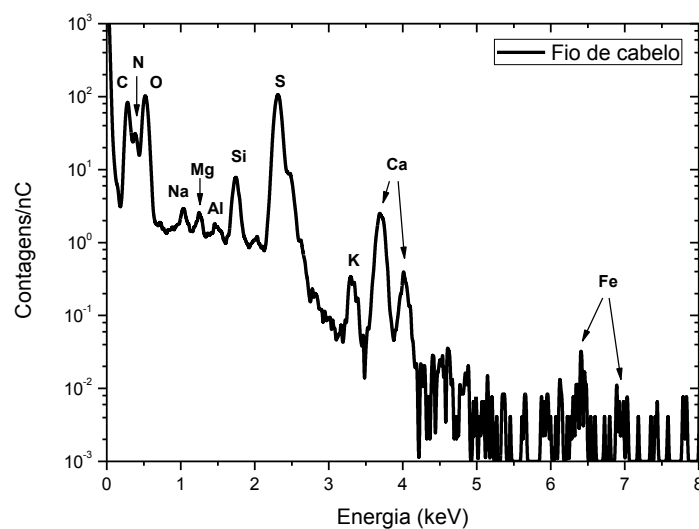


Figura 33: Espectro de micro-PIXE da amostra de fio de cabelo em função da energia dos raios X característicos, normalizado pela carga acumulada durante a medida.

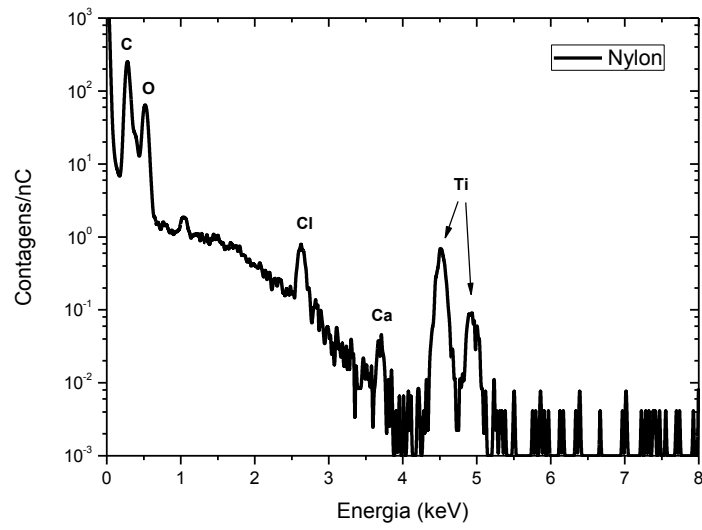


Figura 34: Espectro de micro-PIXE da amostra de nylon em função da energia dos raios X característicos, normalizado pela carga acumulada durante a medida.

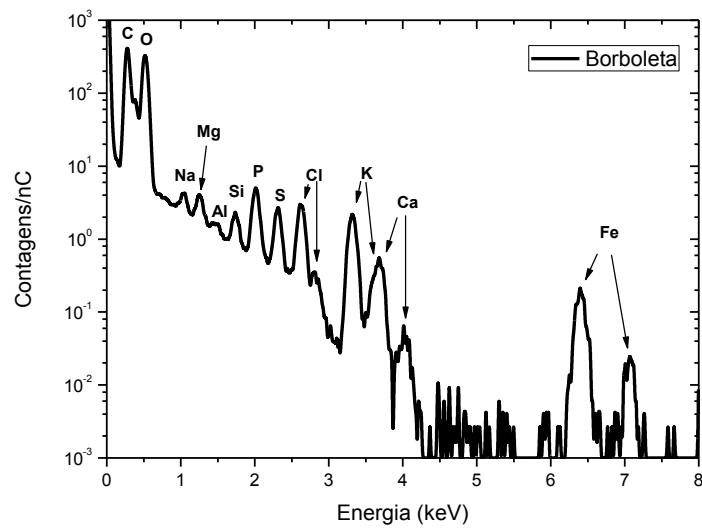


Figura 35: Espectro de micro-PIXE da amostra de asa de borboleta em função da energia dos raios X característicos, normalizado pela carga acumulada durante a medida.

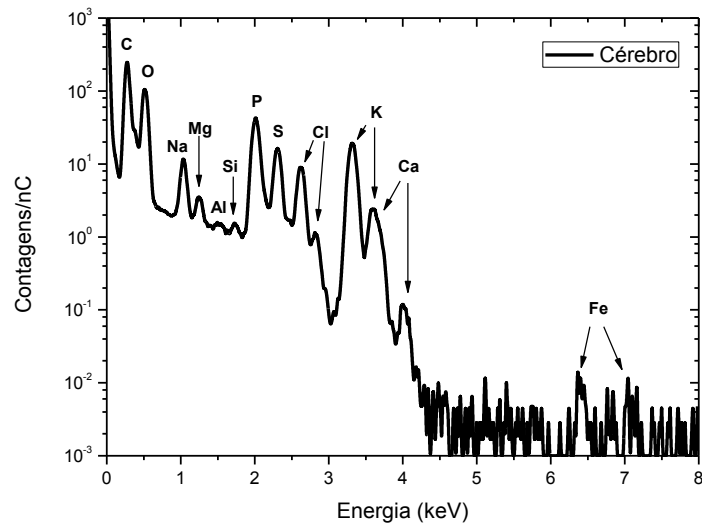


Figura 36: Espectro de micro-PIXE da amostra de cérebro em função da energia dos raios X característicos, normalizado pela carga acumulada durante a medida.

Através do processamento dos espectros obtidos durante a aquisição de dados, o programa OMDAQ[®] permite a criação dos mapas elementares. Os mapas são criados através da seleção dos canais correspondentes a cada pico de energia, diretamente no espectro de raios X. Os mapas podem ser gerados durante e/ou após a realização das medidas.

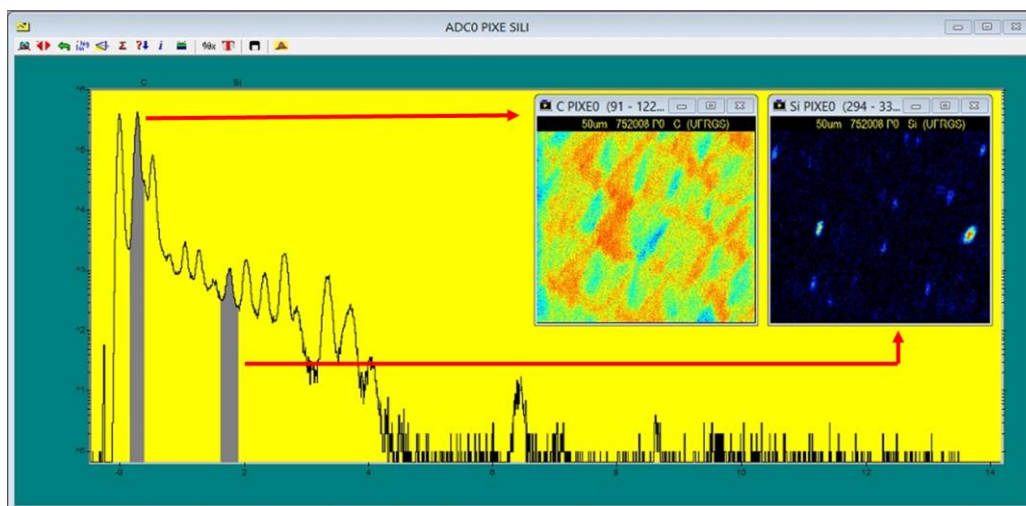


Figura 37: Imagem representativa da interface do programa OMDAQ. Através da seleção dos picos de interesse (regiões hachuradas) é possível gerar mapas de acordo com o elemento.

Os mapas elementares referentes às quatro amostras analisadas são apresentados a seguir. Cada mapa corresponde a um elemento químico presente na amostra. Os resultados estão organizados de acordo com a amostra analisada.

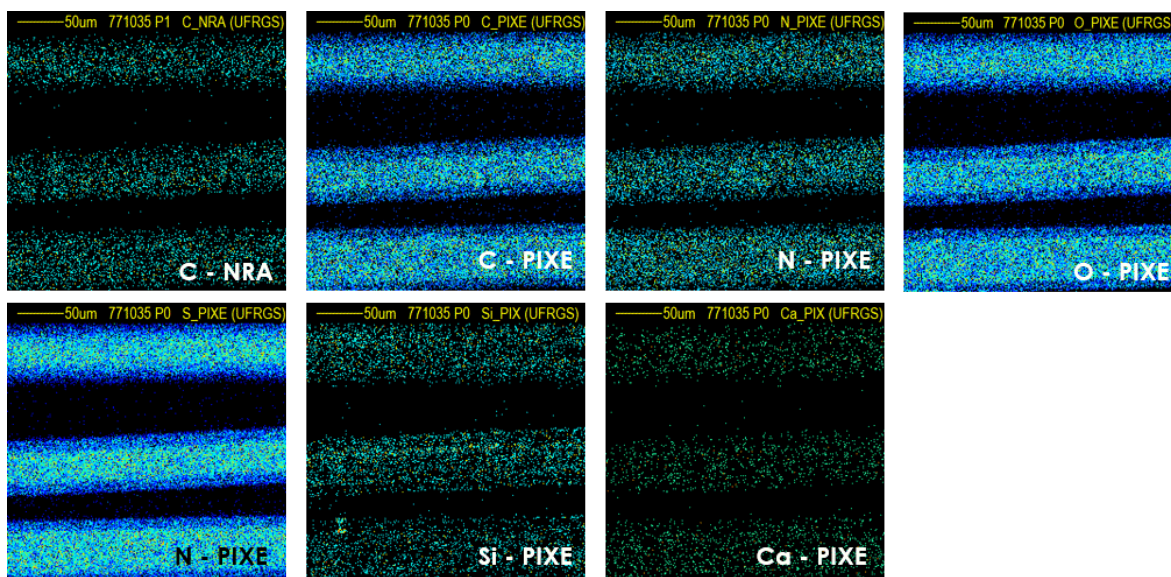


Figura 38: Mapas elementares dos fios de cabelo correspondentes a micro-NRA do carbono e micro-PIXE dos elementos detectados.

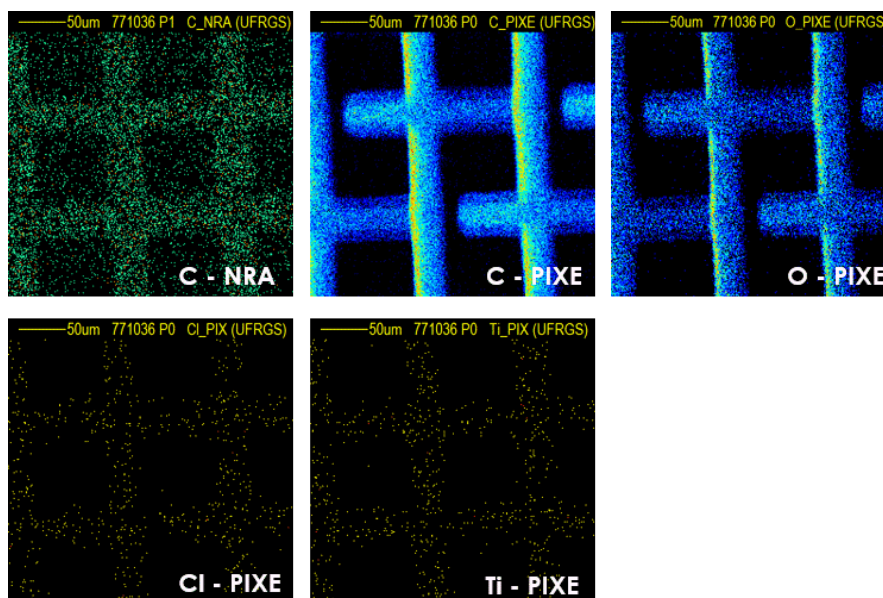


Figura 39: Mapas elementares da malha de nylon correspondentes a micro-NRA do carbono e micro-PIXE dos elementos detectados.

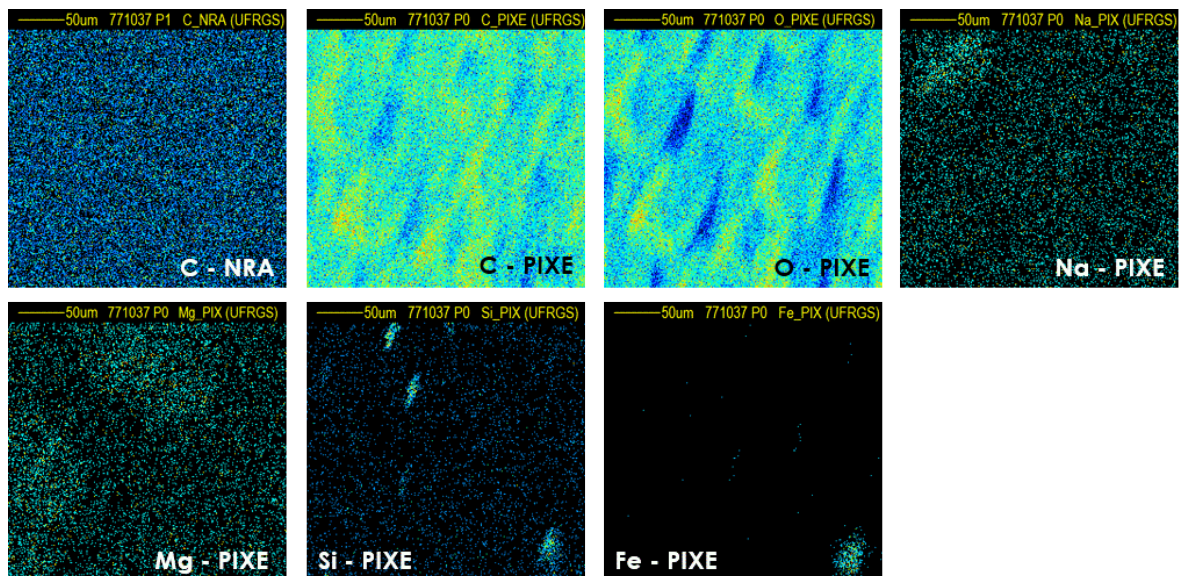


Figura 40: Mapas elementares da asa de borboleta correspondentes a micro-NRA do carbono e micro-PIXE dos elementos detectados.

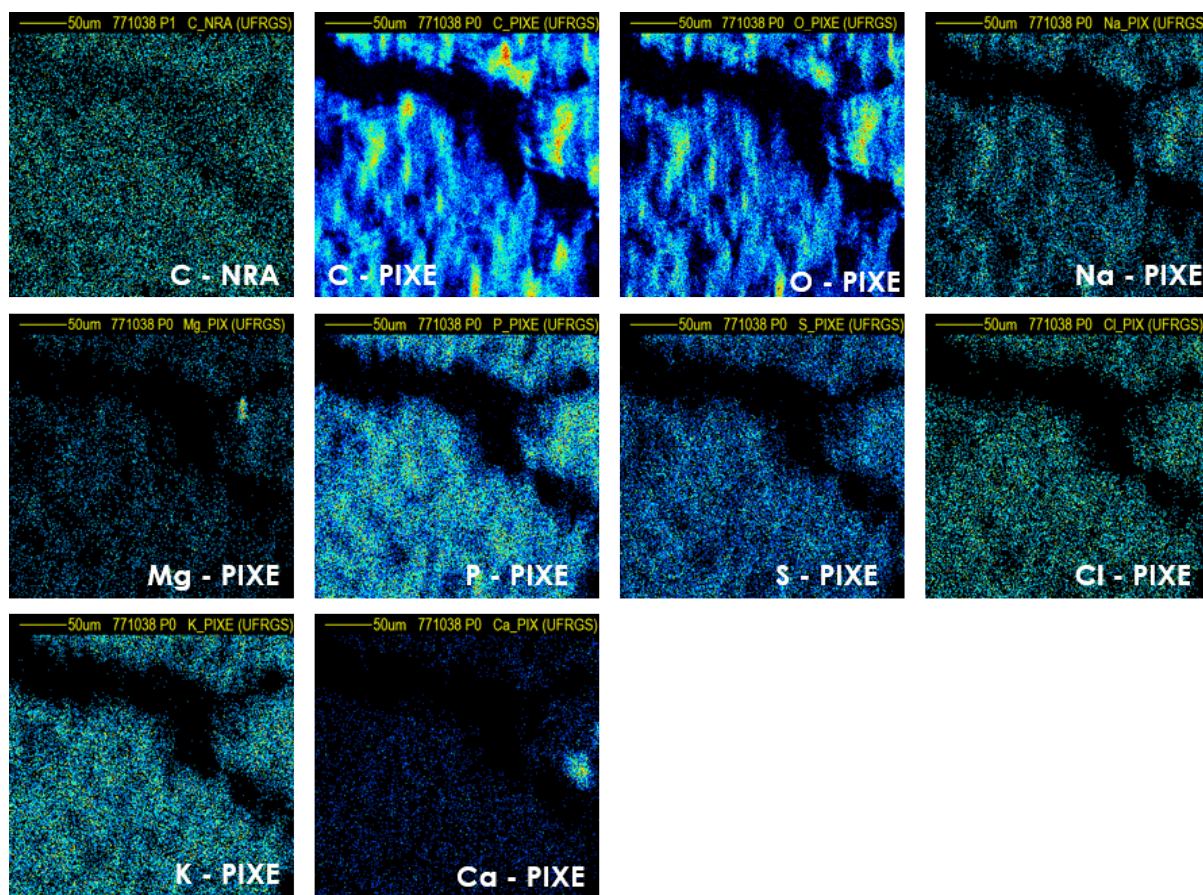


Figura 41: Mapas elementares da amostra de cérebro correspondentes a micro-NRA do carbono e micro-PIXE dos elementos detectados.

Uma rápida comparação visual dos mapas obtidos para o carbono, simultaneamente com micro-PIXE e micro-NRA, mostra que micro-PIXE é a ferramenta mais eficaz para a caracterização deste elemento. Os demais mapas demonstram a capacidade multielementar do micro-PIXE para detecção e localização dos elementos e estruturas das amostras.

6. CONCLUSÕES

Ao longo deste estudo, avaliou-se a possibilidade de realizar a análise de elementos leves na linha de microfeixe do LII através da aplicação de duas técnicas analíticas, cada uma com suas potencialidades.

Primeiramente estudou-se a operacionalização da técnica de micro-NRA, com base no bom histórico de aplicações em feixes milimétricos convencionais. Diversas combinações de energias e partículas incidentes foram estudadas para C, N e O. De acordo com os resultados obtidos, conclui-se que é possível realizar micro-NRA para a caracterização de carbono com próton na energia de ressonância de 1,74 MeV. Os resultados obtidos para N e O indicam a necessidade de uma técnica complementar.

Posteriormente, foi testado o novo sistema de detecção de raios X característicos da linha de microfeixe, que conta com um detector tipo SDD. Ao contrário do sistema anterior, o atual detector possui uma janela ultrafina que permite a detecção de raios X característicos de elementos leves, a partir do C.

Os resultados das medidas realizadas simultaneamente com micro-NRA e micro-PIXE mostram que, apesar de ser possível observar o carbono com micro-NRA, o sinal de micro-PIXE tem melhor estatística e fornece mapas mais detalhados.

Outra grande vantagem de micro-PIXE é a medida simultânea de todos os constituintes da amostra, enquanto que com micro-NRA é necessário que se realize medidas separadamente para cada elemento, de acordo com a energia de ressonância.

Desta forma, pode-se concluir que o novo sistema de micro-PIXE do LII é o melhor método para a caracterização de elementos leves e traço de amostras diversas, incluindo as orgânicas, que são de grande interesse dos atuais grupos de pesquisa.

Dentre as diversas aplicações possíveis a este novo método está o estudo da concentração e distribuição elementar em estruturas cerebrais de ratos em diferentes momentos do processo de consolidação da memória, permitindo averiguar se a síntese de novas proteínas está relacionada a tais processos.

7. ANEXOS

7.1. - DETECTORES SEMICONDUTORES^{6, 24}

Os detectores utilizados para a aquisição dos sinais provenientes das técnicas aplicadas no presente estudo são chamados detectores semicondutores.

Dispositivos empregando semicondutores como meio de detecção básico se tornaram disponíveis no início dos anos 60. Os detectores semicondutores apresentam vantagem em relação aos cintiladores por terem melhor resolução em energia, uma vez que nos cintiladores a cadeia de eventos que converte a energia da radiação em luz e subsequente geração de um sinal elétrico envolve muitos passos, nem sempre eficientes.

Uma maneira de diminuir o limite estatístico na resolução em energia é aumentar o número de portadores de informação por pulso. O uso de materiais semicondutores como detectores de radiação resulta em um número maior de portadores de informação para um dado evento de radiação incidente. Os principais portadores de informação são pares elétron-lacuna criados ao longo do caminho tomado pela partícula carregada (radiação primária ou partícula secundária) através do detector. O seu deslocamento no campo elétrico aplicado gera o sinal elétrico básico do detector.

Além da melhor resolução em energia, os detectores semicondutores possuem outras vantagens, tais como o tamanho compacto e a espessura efetiva que pode variar de acordo com os requisitos da aplicação. Os pontos fracos são as limitações a pequenos tamanhos e a alta susceptibilidade para desenvolver degradação por danos induzidos pela radiação. Dentre os materiais semicondutores empregados nestes detectores, Si e Ge são os mais utilizados.

Quando uma partícula carregada passa através de um semicondutor, o efeito resultante é a produção de muitos pares elétron-buraco ao longo do caminho da partícula. O processo de produção pode ser tanto direto, quanto indireto, em que a partícula incidente produz elétrons de alta energia que perdem sua energia na produção de pares elétron-buraco. Devido ao detalhamento dos mecanismos envolvidos, a grandeza de interesse prático é a energia média gasta pela partícula primária carregada para produzir um par elétron-buraco. Esta quantidade, chamada de *energia de ionização*, é independente tanto da energia, quanto do tipo de radiação incidente, como observado experimentalmente. Esta simplificação importante permite a

interpretação do número de pares elétron-buraco produzidos, em termos da energia da radiação incidente, fornecida pela partícula que é totalmente freada dentro do volume ativo do detector.

A vantagem dominante dos detectores semicondutores reside na pequena energia de ionização. Seu valor para Si ou Ge é em torno de 3 eV, comparado aos quase 30 eV necessários para criar um par de íons em um típico detector preenchido com gás. Logo, o número de portadores de carga é 10 vezes maior para os detectores semicondutores. O aumento dos portadores de carga tem dois efeitos positivos na resolução em energia. A flutuação estatística no número de portadores por pulso se torna uma fração menor do que a total, conforme o número aumenta. Este fator é predominante na determinação do limite da resolução em energia de um detector para média e alta energia. Para baixas energias, a resolução pode ser limitada pelo ruído eletrônico no pré-amplificador, e a maior quantidade de carga por pulso conduz a uma melhor relação sinal ruído.

Um exame mais detalhado mostra que a energia de ionização depende da natureza da radiação, indicando diferenças entre excitações provocadas por prótons e partículas alfa. Estas diferenças indicam a necessidade de calibração do detector utilizando um tipo de radiação idêntico ao envolvido na medida por si só, se valores precisos de energia são requeridos.

No sistema de detecção da linha de microfeixe do LII-UFRGS, dois tipos de detectores semicondutores são empregados. Para a detecção das partículas resultantes das reações nucleares (prótons e partículas alfa) é utilizado um detector de Si de barreira de superfície. A quantidade de carga coletada no detector devido a interação da partícula incidente com o Si é praticamente linear (cerca de 3,6-3,7 eV por par elétron-lacuna). Este detector possui área efetiva de 25 mm² e resolução típica da ordem de 14 keV.

A detecção dos raios X característicos resultantes de PIXE é realizada com um detector tipo SDD (*Silicon Drift Detector*) com janela ultrafina AP3.3¹⁵. Esta janela consiste em uma folha de polímero ultrafina, composta por C, N e O, revestida com alumínio e composto de boro. O sensor possui área efetiva de 30 mm² e espessura de 450 μm. Este tipo de detector interage com a radiação incidente através de efeito fotoelétrico e sua resolução fica em torno de 134 eV em 5.9 keV (Mn K α) e 68 eV em 277 eV (C K).

7.2.– TABELA DE ENERGIA DE EMISSÃO DE RAIOS X CARACTERÍSTICOS

Z	K _α	K _β	L _α	L _{β2}	L _{β2}	L _γ
1 H						
2 He						
3 Li						
4 Be						
5 B						
6 C	0.277					
7 N	0.392					
8 O	0.525					
9 F	0.677					
10 Ne	0.848					
11 Na	1.041	1.067				
12 Mg	1.253	1.295				
13 Al	1.486	1.553				
14 Si	1.739	1.829				
15 P	2.013	2.136				
16 S	2.307	2.464				
17 Cl	2.621	2.815				
18 Ar	2.957	3.190				
19 K	3.312	3.589				
20 Ca	3.690	4.012	0.341	0.345		0.350
21 Sc	4.088	4.460	0.395	0.400		0.407
22 Ti	4.538	4.931	0.452	0.458		0.460
23 V	4.949	5.426	0.511	0.519		0.520
24 Cr	5.411	5.924	0.573	0.583		0.583
25 Mn	5.894	6.489	0.637	0.649		0.652
26 Fe	6.398	7.057	0.705	0.718		0.721
27 Co	6.924	7.648	0.776	0.791		0.794
28 Ni	7.471	8.263	0.851	0.869		
29 Cu	8.040	8.904	0.930	0.959		
30 Zn	8.630	9.570	1.012	1.034		
31 Ga	9.241	10.262	1.098	1.125		
32 Ge	9.874	10.979	1.188	1.218		
33 As	10.530	11.722	1.282	1.317		
34 Se	11.207	12.492	1.379	1.419		
35 Br	11.907	13.287	1.480	1.526		
36 Kr	12.631	14.107	1.586	1.636		1.703
37 Rb	13.373	14.956	1.694	1.752		2.050
38 Sr	14.140	15.829	1.806	1.871		2.196
39 Y	14.931	16.731	1.922	1.955		2.346
40 Zr	15.744	17.660	2.042	2.124	2.219	2.302
41 Nb	16.581	18.614	2.166	2.257	2.367	2.461
42 Mo	17.441	19.600	2.293	2.394	2.518	2.623
43 Tc	18.325	20.608	2.424	2.536		
44 Ru	19.233	21.646	2.558	2.683	2.835	2.964
45 Rh	20.165	22.712	2.696	2.834	3.001	3.143
46 Pd	21.121	23.806	2.838	2.990	3.171	3.328
47 Ag	22.101	24.928	2.984	3.150	3.347	3.519
48 Cd	23.106	26.081	3.133	3.316	3.528	3.716
49 In	24.136	27.260	3.286	3.487	3.713	3.920

Z	K α	K β	L α	L β_2	L β_2	L γ	M α
50 Sn	25.191	28.467	3.443	3.662	3.904	4.130	
51 Sb	26.271	29.706	3.604	3.843	4.190	4.347	
52 Te	27.377	30.974	3.769	4.029	4.301	4.570	
53 I	28.508	32.272	3.937	4.220	4.507	4.800	
54 Xe	29.666	33.599	4.109				
55 Cs	30.851	34.961	4.286	4.619	4.935	5.279	
56 Ba	32.062	36.354	4.465	4.827	5.156	5.530	
57 La	33.299	37.771	4.650	5.041	5.383	5.788	0.833
58 Ce	34.566	39.223	4.839	5.261	5.612	6.051	0.883
59 Pr	35.860	40.711	5.033	5.488	5.849	6.321	0.929
60 Nd	37.182	42.231	5.229	5.721	6.086	6.602	0.978
61 Pm	38.532	43.783	5.432	5.960	6.338	6.891	
62 Sm	39.911	45.366	5.635	6.204	6.586	7.177	1.081
63 Eu	41.320	46.987	5.845	6.455	6.842	7.479	1.131
64 Gd	42.757	48.642	6.056	6.712	7.102	7.784	1.185
65 Tb	44.226	50.325	6.272	6.977	7.365	8.190	1.240
66 Dy	45.724	52.058	6.494	7.246	7.634	8.417	1.293
67 HQ	47.253	53.813	6.719	7.524	7.910	8.746	1.347
68 Er	48.813	55.606	6.947	7.809	8.188	9.087	1.405
69 Tm	50.406	57.437	7.179	8.100	8.467	9.424	1.462
70 Yb	52.030	59.322	7.414	8.400	8.757	9.778	1.521
71 Lu	53.687	61.235	7.654	8.708	9.047	10.142	1.581
72 Hf	55.382	63.183	7.898	9.021	9.346	10.514	1.644
73 Ta	57.098	65.125	8.145	9.342	9.650	10.893	1.709
74 W	58.856	67.140	8.396	9.671	9.960	11.284	1.774
75 Re	60.648	69.199	8.651	10.008	10.274	11.683	1.842
76 Os	62.477	71.298	8.910	10.354	10.597	12.093	1.914
77 Ir	64.339	73.438	9.174	10.706	10.919	12.510	1.978
78 Pt	66.241	75.618	9.441	11.069	11.249	12.940	2.048
79 Au	68.177	77.840	9.712	11.440	11.583	13.379	2.120
80 Hg	70.154	80.103	9.987	11.821	11.922	13.828	2.195
81 Tl	72.167	82.497	10.267	12.211	12.270	14.289	2.268
82 Pb	74.221	84.859	10.550	12.612	12.621	14.762	2.342
83 Bi	76.315	87.328	10.837	13.021	12.978	15.245	2.418
84 Po	78.452	89.781	11.129	13.445	13.338	15.741	
85 At	80.624	92.287	11.425	13.874		16.249	
86 Rn	82.843	94.850	11.725	14.313		16.768	
87 Fr	85.110	97.460	12.029	14.768	14.448	17.300	
88 Ra	87.419	100.113	12.338	15.233	14.839	17.845	
89 Ac	89.773	102.829	12.650	15.710		18.405	
90 Th	92.174	105.591	12.967	16.199	15.621	18.979	2.991
91 Pa	94.627	108.409	13.288	16.699	16.022	19.565	3.077
92 U	97.131	111.281	13.612	17.217	16.425	20.164	3.165
93 Np	99.407	113.725	13.942	17.747	16.837	20.781	
94 Pu	101.857	116.943	14.276	18.291	17.252	21.414	
95 Am	104.431	120.350	14.615	18.849	17.673	22.061	
96 Cm	107.139	122.733	14.953	19.399	18.096	22.703	
97 Bk	109.991	126.490	15.304	19.961	18.529	23.389	
98 Cf	112.999	127.794	15.652	20.557	18.983	24.070	

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Cookson, J. A.; *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B*, 1979, 165, 477-508.
2. Ruvacalba-Sil, J. L.; Demortier, G.; *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B*, 1997, 130, 297-302.
3. IAEA-TECDOC-1409,
Link: http://wwwpub.iaea.org/MTCD/publications/PDF/te_1409_web.pdf
4. Rimini, E.; Mayer, J. W.; *Ion Beam Handbook for Materials Analysis*, Academic Press, Nova Iorque, 1977.
5. Tesmer, J.; Nastasi, M.; *Handbook of Modern Ion Beam Materials Analysis*, MRS, Pittsburgh, 1985.
6. Gurbich, A. F.; *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B*, 2007, 261, 401-404.
7. Site: <http://www-nds.iaea.org/exfor/ibandl.htm>
8. Trocellier, P.; *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B*, 1999, 158, 221-227.
9. Demortier, G.; *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B*, 1995, 104, 244-254.
10. Pierce, T. B.; McMillan, J. W.; Peck, P. F.; Jones, I. G.; *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B*, 1974, 118, 115-124.
11. Azevedo, G.M.; **Estudo do Poder de Freamento de He, Li, Eu e Bi Canalizados em Alvos de Si Cristalino**, Tese de Doutorado, IF-UFRGS, 2000, capítulos 2 e 3.
12. Santos, J.H.R. dos; **Estudo do Poder de Freamento eletrônico de Íons de He e B Canalizados em Si**, Tese de Doutorado, IF-UFRGS, 1997, capítulos 1 e 2.
13. Chu, W.K.; **Backscattering spectrometry**. New York, Academic Press, 1978.
14. Johansson, S.A.E.; Campbell, J.L.; Malmqvist, K.G.; **PARTICLE-INDUCED X-RAY EMISSION SPECTROMETRY (PIXE)**. New York: John Wiley and Sons, 1995.
15. Scholze, F., Procop, M., *X-Ray Spectrometry*, 2005, 34, 473-476.
16. Site: <http://www.microbeams.co.uk/download.html>
17. Maxwell, J.A.; Campbell, J.L.; Teesdale, W.J.; *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B, The Guelph PIXE software package*, 1989, v. 43, p. 218-230.

18. Maxwell, J.A.; Campbell, J.L.; Teesdale, W.J.; *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B*, The Guelph PIXE software package II, 1995, v. 95, p.407-421.
19. Campbell, J.L.; Hopman, T.L.; Maxwell, J.A.; Nejedly, Z.; *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B*, The Guelph PIXE software package III: Alternative proton database, 2000, v.170, p. 193-204.
20. The GUPIXWIN manual and user-guide, Version 2.1, GUPIXWIN_Manual.pdf, disponível para download em: <http://pixe.physics.uoguelph.ca/gupix/about/>
21. **SIMNRA Manual**, disponível no menu “Help” do programa ou através do site oficial: <http://www.rzg.mpg.de/~mam/>
22. Radović, I. B.; Siketic, Z.; Jaksic, M.; Gurbich, A. F.; *Journal of Applied Physics*, 2008, 104, 074905.
23. Feng, Y.; Zhou, Z.; Zhou, G.; Yang, F.; *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B*, 1994, B94, 11.
24. Knoll, G.F.; **RADIATION DETECTION AND MEASUREMENT**. John Wiley & Sons, 1989.