



Evento	Salão UFRGS 2013: SIC - XXV SALÃO DE INICIAÇÃO CIENTÍFICA DA UFRGS
Ano	2013
Local	Porto Alegre - RS
Título	Análise elementar através da técnica PIXE
Autor	MORVAN SILVA FRANCO
Orientador	JOHNNY FERRAZ DIAS

Morvan Franco

Aluno de graduação do curso bacharelado em física pesquisa básica

1 Fundamentos.

Relatório das tarefas realizadas no laboratório de implantação iônica pelo aluno de iniciação científica Morvan Franco, sobre orientação do professor Dr. Johnny Ferraz Dias e coorientação da doutoranda Carla Eliet. A introdução refere-se a uma breve descrição da técnica usada, bem como a comparação com a técnica RBS.

- **Introdução**

2.1 - Análise de materiais por feixe iônico.

O método de análise por Pixe (Próton Induced X Ray Emission) fazem parte de um conjunto de métodos nuclear-espectroscópicos. Esse método utiliza feixe de íons (H^+ , He^+) com energia da ordem de alguns MeV e dezenas de nA de corrente. Com este método podemos determinar a composição elementar da amostra.

- - *O método propriamente dito.*

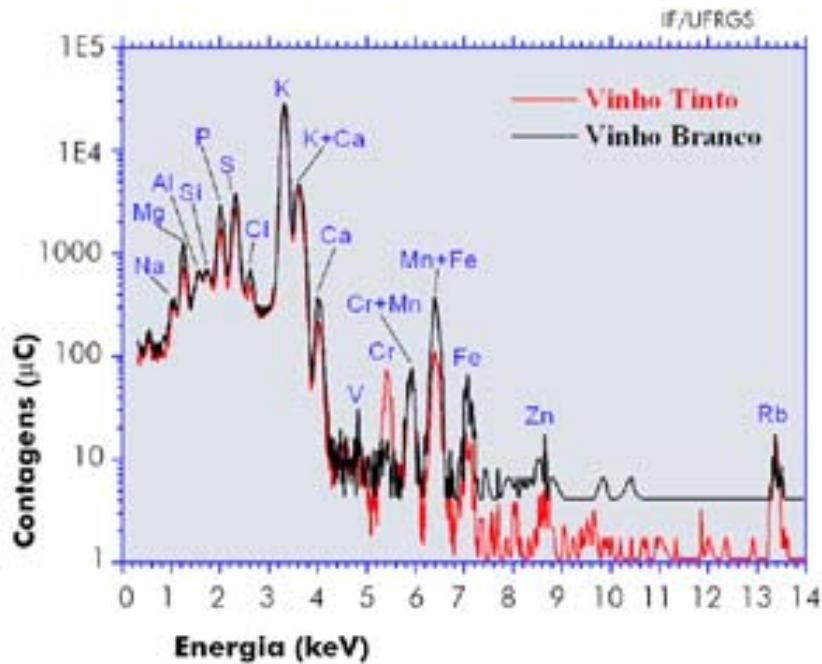
No método Pixe, induz-se a emissão de raio X característico de uma amostra, irradiando-a com um feixe de íons(prótons) com alguns MeV de energia. Os raios X são detectados com um detector de Si e refrigerados em nitrogênio líquido e o sinal armazenados em um analisador multicanal, a posterior “redução “dos espectros de raio X identifica e qualifica os elementos constituintes na amostra. Limitado pela absorção na janela do detector, o método Pixe é capaz de identificar e quantificar elemento com $Z > 10$.

- - *Fundamento físico do método Pixe.*

O método Pixe baseia essencialmente na espectroscopia de raio X em que o feixe de íons incidente é usado para ionizar camadas eletrônicas internas(K ou L) do átomo alvo(átomos da amostra). Quando as vacâncias resultantes são preenchidas espontaneamente por elétrons mais periféricos ocorre a emissão de raio X característico . Transições para camadas mais internas, a camada K, são denominados raio X K. Transições para a camada L são os raios X L e assim por diante.

O método de Pixe geralmente é mais sensível para elementos de baixo número atômico ($Z < 40$), enquanto a técnica em RBS (RETRO ESPALHAMENTO RUTHERFORD) é extremamente sensível com lato numero atômico.

fig - 01



O espectro acima, fig – 01, são das amostras de vinho tinto e vinho e vinho branco as curvas de contagem versus calibração mostram os elementos presentes na amostra, a análise quantitativa só é possível a partir de uma curva de calibração.

- **Procedimento de preparação de amostra**

No caso de preparação de amostras sólidas para a técnica de análise por pixe é utilizado uma prensa hidráulica e a amostra é submetida a uma pressão de 2 a 3 tom para ser compactada, antes, a amostra deve estar homogênea para que o feixe de íons não ataque a amostra em uma região que tem apenas parte dos elementos da amostra e sim o máximo de homogeneidade. Os caso de amostras não sólidas é um desafio para torna-as sólidas para poderem ser feito a difração.

4 – Calibrações

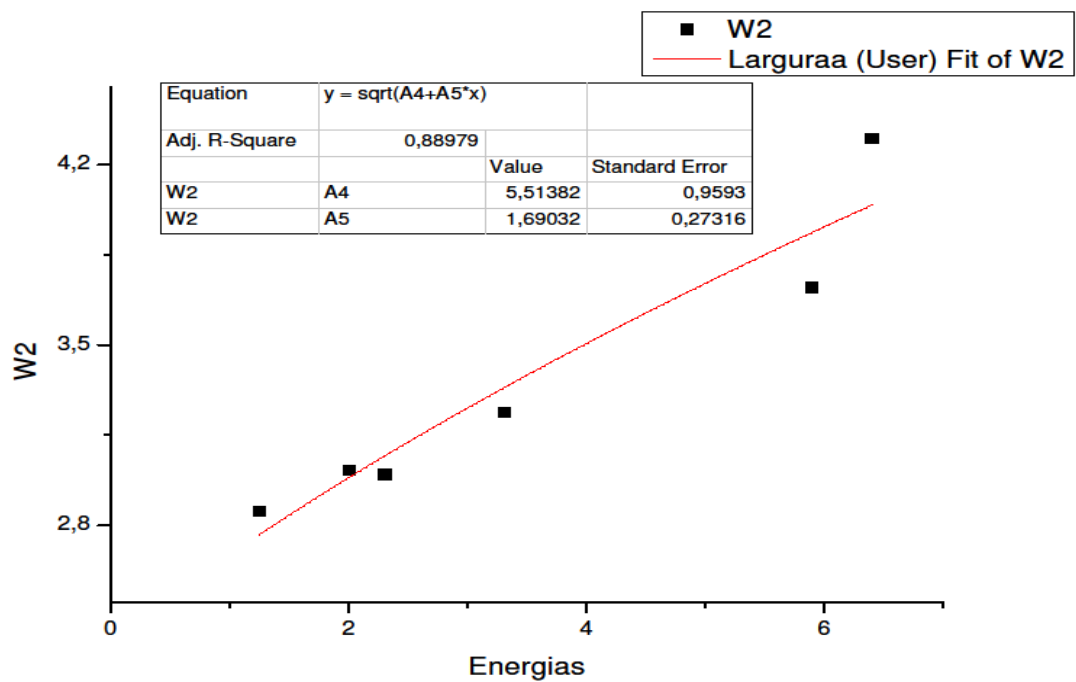
Antes de mais nada, precisamos de uma calibração de padrões, ou seja, precisamos de uma curva que ajuste os parâmetros de uma dada amostra para que o seja usado como embasamento para outros pontos que estão nesta região e termos acesso á parâmetros com informações implícitas que só a partir da curva de calibração podemos avaliar. A calibração consiste na estatística a partir da contagem de cintilações por energia, a partir disso podemos poderemos ter acesso às informações como energia versus canal e a contagem quantitativa dos elementos presentes na amostra (determinação das concentrações elementares a partir das áreas dos picos do espectro Pixe).

4.1 - procedimento de calibração;

Nesse caso usamos um programa (Origin) para gerarmos uma tabela de calibração. Para determinar as concentrações elementares a partir das áreas dos picos do espectro este programa trabalha com o método dos mínimos quadráticos que é o melhor ajuste para um conjunto de dados de modo que a soma dos quadrados das distâncias entre a curva ajustada e a experimental seja menor possível. Também esta disponível no banco de dados deste programa as informações sobre os detectores, parâmetros de padronização de (H) e calibração (A_1 , A_2 , A_3 , A_4 e A_5) além das características das amostras (finas, grossas, matrizes,...) onde os parâmetros A_1 , A_2 referenciam-se á calibração de energia enquanto A_4 e A_5 estão ligados á largura dos picos.

fig - 02

A figura-02 mostra a curva de calibração para a amostra de espoleta.



5- comentários

O pixe é uma técnica fundamentada diretamente no tipo de amostra(difração de raio X característico) com aplicação, em geral, em análise de amostras multielementares, homogêneas , finas ou grossas , tendo a facilidade de preparação (como no caso da preparação de amostra para microscopia de transmissão –geralmente usado na análise estrutural) , com grande emprego de are de biologia e agronomia na pesquisa de elementos pendentes.